



Séries Temáticas

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

Volume 1 Março 2006

www.anvisa.gov.br

Série

Habilitação

1

Laboratório

Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência à Habilitação

ANVISA

Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública - GGLAS

Galdino Guttman Bicho

Claudinei Oliveira Zima

SENAI/DN

Unidade de Tecnologia Industrial - UNITEC

Orlando Clapp Filho

Zeide Lúcia Gusmão Cunha Gomes

Superintendência de Serviços Compartilhados - SSC

Área Compartilhada de Informação e Documentação - ACIND

Marmenha Rosário

Normalização

Cely Curado

Revisão Gramatical

	5.10.2 (f)	13.2 e), 13.2 f)
	5.10.2 (g)	13.2 g)
	5.10.2 (h)	13.2 i)
	5.10.2 (i)	13.2 k)
	5.10.2 (j)	13.2 m)
	5.10.2 (k)	13.2 n)
	5.10.3.1	13.2 j)
	5.10.3.1 (a)	-
	5.10.3.1 (b)	13.2 l)
	5.10.3.1 (c)	-
	5.10.3.1 (d)	-
	5.10.3.1 (e)	-
	5.10.3.2 (a)	-
	5.10.3.2 (b)	—
	5.10.3.2 (c)	—
	5.10.3.2 (d)	-
	5.10.3.2 (e)	—
	5.10.3.2 (f)	-
	5.10.4.1 (a)	13.2 j)
	5.10.4.1 (b)	13.2 l)
	5.10.4.1 (c)	-
	5.10.4.2	-
	5.10.4.3	-
	5.10.4.4	-
	5.10.5	-
	5.10.6	13.3
	5.10.7	13.7
	5.10.8	13.4
	5.10.9	13.5

	5.5.5 (b)	8.4 b)
	5.5.5 (c)	-
	5.5.5 (d)	8.4 d)
	5.5.5 (e)	8.4 f)
	5.5.5 (f)	8.4 g)
	5.5.5 (g)	8.4 h)
	5.5.5 (h)	8.4 i)
	5.5.6	8.2
	5.5.7	8.2
	5.5.8	8.3
	5.5.9	-
	5.5.10	-
	5.5.11	-
	5.5.12	-
Rastreabilidade das medições	5.6.1	9.1
	5.6.2.1.1	9.2
	5.6.2.1.2	9.3
	5.6.2.2.1	9.2
	6.5.2.2.2	9.3
Rastreabilidade das medições (cont.)	5.6.3.1	9.4, 9.5
	5.6.3.2	9.7
	5.6.3.3	9.6
	5.6.3.4	-
Amostragem	5.7.1	10.5
	5.7.2	-
	5.7.3	-
Manuseio dos itens de ensaio e calibração	5.8.1	11.4
	5.8.2	11.1
	5.8.3	11.2
	5.8.4	11.3
Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração	5.9	5.6, 5.6 a)
	5.9 (a)	5.6 c)
	5.9 (b)	5.6 b)
	5.9 (c)	5.6 d)
	5.9 (d)	5.6 e)
	5.9 (e)	5.6 f)
Apresentação dos resultados	5.10.1	13.1
	5.10.2 (a)	13.2 a)
	5.10.2 (b)	13.2 b)
	5.10.2 (c)	13.2 c)
	5.10.2 (d)	13.2 d)
	5.10.2 (e)	13.2 h)

	4.12..2.1	12.1
	4.12..2.2	-
	4.12..2.3	-
Auditorias internas	4.13.1	5.3
	4.13.2	5.3
	4.13.3	5.5
	4.13.4	-
Análise crítica pela gerência	4.14.1	5.4
	4.14.2	5.5
Requisitos técnicos		
Generalidades	5.1.1	-
	5.1.2	-
Pessoal	5.2.1	6.1
	5.2.1	6.2
	5.2.3	-
	5.2.4	5.2 e)
	5.2.5	6.3
Acomodação e condições ambientais	5.3.1	7.1, 7.2
	5.3.2	7.3
	5.3.3	7.4
	5.3.4	7.5
	5.3.5	7.6
Métodos de ensaio e calibração, e validação de metodologia	5.4.1	10.2, 10.1, 10.5
	5.4.2	10.3
	5.4.3	-
	5.4.4	10.4
	5.4.5.1	-
	5.4.5.2	10.4
	5.4.5.3	-
	5.4.6.1	10.2
	5.4.6.2	10.2
	5.4.6.3	-
	5.4.7.1	10.6
	5.4.7.2	10.7
	5.4.7.2 (a)	10.7 b)
	5.4.7.2 (b)	10.7 c)
	5.4.7.2 (c)	10.7 d)
Equipamentos	5.5.1	8.1
	5.5.2	9.1
	5.5.3	10.1
	5.5.4	-
	5.5.5 (a)	8.4 a)

	4.3.2.2 (c)	5.2 d)
	4.3.2.2 (d)	5.2 d)
	4.3.2.3	5.2 d)
	4.3.3.1	5.2 d)
	4.3.3.2	5.2 d)
	4.3.3.3	5.2 d)
	4.3.3.4	5.2 d)
Análise crítica dos pedidos, propostas e contratos	4.4.1	5.2 i)
	4.4.1 (a)	5.2 i)
	4.4.1 (b)	5.2 i)
	4.4.1 (c)	5.2 i)
	4.4.2	5.2 i)
	4.4.3	5.2 i)
	4.4.4	5.2 i)
	4.4.5	5.2 i)
Subcontratação de ensaios e calibrações	4.5.1	14.1
	4.5.2	14.1
	4.5.3	-
	4.5.4	14.2
Aquisição de serviços e suprimentos	4.6.1	10.8, 15.2
	4.6.2	15.1
	4.6.3	-
	4.6.4	15.3
Atendimento ao cliente	4.7	-
Reclamações	4.8	16.1
Controle de trabalho não-conforme	4.9.1	5.2 o)
	4.9.1 (a)	5.2 o)
	4.9.1 (b)	5.2 o)
	4.9.1 (c)	5.2 o)
	4.9.1 (d)	5.2 o) , 13.6
	4.9.1 (e)	5.2 o)
	4.9.2	16.2
Ação corretiva	4.10.1	16.2
	4.10.2	16.2
	4.10.3	16.2
	4.10.4	16.2
	4.10.5	16.2
Ação preventiva	4.11.1	-
	4.11.2	-
Controle de registros	4.12.1.1	12.1
	4.12.1.2	12.2
	4.12.1.3	12.2
	4.12.1.4	10.7 e)

APÊNDICE C

Comparação entre ISO/IEC 17 025:1999 e ISO/IEC Guia 25:1990 (Esta tabela é reproduzida da ILAC G15:2001, Diretrizes para Habilitação de acordo com a ISO/IEC 17 025)

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
Escopo	1.1	1.1
	1.2	-
	1.3	-
	1.4	1.3
	1.5	7.6 Nota
	1.6	Introdução
Referências normativas	2	2
Termos e definições	3	3
Requisitos gerenciais		
Organização	4.1.1	4.1
	4.1.2	1.2
	4.1.3	4.1
	4.1.4	-
	4.1.5 (a)	4.2 a)
	4.1.5 (b)	4.2 b)
	4.1.5 (c)	4.2 i)
	4.1.5 (d)	4.2 c)
	4.1.5 (e)	5.2 b), 5.2 c)
	4.1.5 (f)	4.2 d)
	4.1.5 (g)	4.2 e)
	4.1.5 (h)	4.2 f)
	4.1.5 (i)	4.2 g)
	4.1.5 (j)	4.2 h)
Sistema da qualidade	4.2.1	5.1
	4.2.2	5.1, 5.2 a)
	4.2.2 (a)	5.1
	4.2.2 (b)	5.2 a)
	4.2.2 (d)	5.2 a)
	4.2.2 (e)	5.1
	4.2.3	5.2
	4.2.4	5.2 n)
Controle de documentos	4.3.1	5.2 e)
	4.3.2.1	5.2 d)
	4.3.2.2 (a)	5.1, 5.2 d)
	4.3.2.2 (b)	5.2 d)

- iii) Desempenho do detector (saída, resposta, ruído, dispersão, seletividade, linearidade).
 - iv) Sistemas de aquecimento/termostatizados (exatidão, precisão, estabilidade, características de rampa).
 - v) Amostrador automático (exatidão e precisão das rotinas sincronizadas).
- B2.2 *Cromatografia Líquida e Iônica:*
- i) Composição da fase móvel.
 - ii) Sistema de liberação da fase móvel (precisão, exatidão, isenção de oscilações).
- B2.3 *Sistemas de medição por Eletrodo, incluindo condutivímetro, pHmetro e detector ion-seletivo:*
- i) Tendência do eletrodo ou resposta reduzida.
 - ii) Verificações de ponto fixo e inclinação, usando padrões de medida química.
- B2.4 *Aparelhos de Aquecimento/Resfriamento, incluindo freezers, refrigeradores, fornos, esterilizadores a ar quente, incubadoras, aparelhos para ponto de fusão e ebulição, banhos de óleo, estufas, autoclaves e banhos-maria:*
- i) Calibração periódica do sistema sensor de temperatura usando-se termômetro ou pirômetro calibrados, apropriados.
 - ii) Estabilidade térmica, reprodutibilidade.
 - iii) Taxas e ciclos de aquecimento/resfriamento.
 - iv) Capacidade de atingir e manter a pressão ou vácuo.
- B2.5 *Espectrômetros e espectrofotômetros, incluindo absorção atômica, determinação fluorimétrica, plasma induzido acoplado - emissão ótica, infravermelho, luminescência, massa, ressonância magnética nuclear, fluorescência ultravioleta/visível e de raios X:*
- i) Exatidão do comprimento de onda selecionado, precisão, estabilidade.
 - ii) Estabilidade da fonte.
 - iii) Desempenho do detector (resolução, seletividade, estabilidade, linearidade, exatidão, precisão).
 - iv) Relação sinal/ruído.
 - v) Calibração do detector (massa, ppm, comprimento de onda, frequência, absorvância, transmitância, largura de banda, intensidade etc.).
 - vi) Controladores e indicadores de temperatura interna, onde aplicável.
- B2.6 *Microscópios:*
- i) Poder de resolução.
 - ii) Desempenho sob várias condições de iluminação (fluorescência, polarização etc.).
 - iii) Calibração do retículo (para medição de comprimento).
- B2.7 *Amostradores automáticos:*
- i) Exatidão e precisão dos sistemas síncronos.
 - ii) Confiabilidade dos programas de sequenciamento.
 - iii) Exatidão e precisão do sistema alimentador de amostra.

Intervalos de Calibração e Verificações de Desempenho.

B1. Na Tabela App B-1 são dadas orientações sobre a calibração de equipamentos em uso normal em laboratórios analíticos e dos quais a calibração de outros instrumentos pode ser dependente. Recomendações mais abrangentes são disponíveis na literatura (ver bibliografia nº 32) e também em manuais de equipamentos.

Tabela App B-1

	Tipo de Instrumento	Freqüência de Verificação	Parâmetros a serem Verificados
(a)	Balanças	Depende do uso	Linearidade, Ponto zero, Exatidão (usando pesos calibrados)
(b)	Vidrarias Volumétricas	Depende do uso	Exatidão, Precisão (pipetas/buretas)
(c)	Hidrômetros (em operação)	Anualmente	Calibração de um ponto contra hidrômetro de referência
(d)	Hidrômetros (de referência)	5 anos	Calibração de um ponto usando-se padrão de medida de densidade específica conhecida
(e)	Barômetros*	5 anos	Um ponto
(f)	Cronômetros (ver nota)	2 anos ou menos, dependendo do uso	Exatidão
(g)	Termômetros (de referência)	5 anos	Pontos críticos na escala, pontos fixos, p. ex. ponto de congelamento
(h)	Termômetros	Anualmente, dependendo do uso	Verificação de pontos específicos com termômetro de referência

Nota: Instrumentos assinalados com “*” normalmente serão calibrados em um laboratório de calibração acreditado, mas devem, pelo menos, apresentar rastreabilidade a padrões de medida nacionais.

Sinais de rádio-tempo nacionais, ou sinais de tempo por telefone, proporcionam uma fonte apropriada de calibração rastreável do tempo absoluto e da diferença de tempo. Cronômetros com movimentos eletrônicos/de quartzo são geralmente mais exatos e estáveis do que cronômetros mecânicos convencionais, e necessitarão ser calibrados com menor freqüência.

B2. Os seguintes aspectos dos instrumentos abaixo listados podem precisar ser verificados, dependendo do método:

B2.1 Cromatógrafos (em geral):

- i) Verificações do sistema geral, precisão de injeções repetidas de amostras, transporte.
- ii) Desempenho da coluna (capacidade, resolução, retenção).

9**RELATÓRIOS DE ENSAIO**

- i) As informações apresentadas em relatórios são consistentes com os requisitos da norma, do cliente, e refletem quaisquer condições estipuladas no método documentado.

10**DIVERSOS**

- i) Procedimentos documentados estão implementados para lidar com reclamações e dúvidas, e falhas do sistema.
- ii) Existe evidência adequada de ação corretiva (no caso de falhas no sistema) e ação preventiva. A efetividade é avaliada em ambos os casos.
- iii) O Manual da Qualidade do Laboratório está atualizado e é acessível a todo o pessoal envolvido no trabalho.
- iv) Existem procedimentos documentados para a subcontratação de trabalhos, incluindo a verificação de adequação.
- v) Auditorias verticais em amostras aleatórias (isto é, verificações feitas numa amostra, examinando todos os procedimentos associados a sua análise, desde o recebimento até a emissão de um relatório) não ressaltam quaisquer problemas.

- vi) Materiais com a correta especificação estão sendo usados nos ensaios.
- vii) Quando padrões de medida ou materiais de referência forem certificados, cópias do certificado são disponibilizadas para inspeção.

6 CONTROLE DE QUALIDADE

- i) Existe um nível apropriado de controle de qualidade para cada ensaio.
- ii) Quando gráficos de controle são usados, o desempenho é mantido dentro de critérios aceitáveis.
- iii) Amostras verificadoras do CQ são ensaiadas por procedimentos definidos, na frequência requerida, e existe o registro atualizado dos resultados e medidas tomadas quando os resultados excedem os limites de ação.
- iv) Os resultados de reanálises aleatórias de amostras apresentam uma medida de concordância aceitável em relação aos resultados das análises originais.
- v) Quando apropriado, o desempenho em esquemas de ensaios de proficiência e/ou comparações interlaboratoriais é satisfatório e não destacou quaisquer problemas ou problemas em potencial.
- vi) Existe um sistema eficaz para vinculação do desempenho nos ensaios de proficiência com o controle de qualidade diário.

7 CONTROLE DAS AMOSTRAS

- i) Existe um sistema eficaz documentado para o recebimento de amostras, relacionando essas amostras às análises requisitadas, mostrando o andamento da análise, emissão de relatório, e destinação final da amostra.
- ii) As amostras são corretamente identificadas e armazenadas.

8 REGISTROS

- i) Cadernos de anotações/folhas de trabalho (planilhas) ou outros registros apresentam a data do ensaio, analista, analito(s), detalhes da amostra, observações do ensaio, controle de qualidade, todos os cálculos brutos, quaisquer descrições de instrumentos relevantes, dados brutos, e dados de calibração relevantes.
- ii) Cadernos de anotações/planilhas são indelévels, sendo os erros riscados ao invés de apagados ou ocultados, e os registros são assinados pelos analistas.
- iii) Quando um erro for corrigido a alteração é rastreável à pessoa que fez a correção.
- iv) O laboratório possui e usa procedimentos para verificar a transferência de dados e cálculos realizados.

rastreabilidade adequada), os certificados correspondentes ou outros registros demonstrando a rastreabilidade a padrões de medida nacionais de medição estão disponíveis.

- v) O equipamento calibrado é adequadamente etiquetado, ou de outra forma identificado, para assegurar que ele não seja confundido com equipamento não-calibrado, e para garantir que seu estado de calibração fique claro ao usuário.
- vi) Verificações de desempenho e procedimentos de calibração dos instrumentos são documentados e disponibilizados aos usuários.
- vii) Procedimentos de calibração e verificações de desempenho de instrumentos são realizados em intervalos apropriados e mostram que a calibração é mantida e o desempenho diário é aceitável. Ações corretivas apropriadas são tomadas, quando necessário.
- viii) Registros de calibração, verificações de desempenho e ações corretivas são mantidas.

4 MÉTODOS E PROCEDIMENTOS

- i) Métodos desenvolvidos internamente são plenamente documentados, adequadamente validados e autorizados para uso.
- ii) Alterações de métodos são adequadamente autorizadas.
- iii) Cópias de métodos publicados e oficiais são disponibilizadas.
- iv) A versão mais atualizada do método é disponibilizada ao analista.
- v) As análises (são observadas para verificar se) seguem os métodos especificados.
- vi) Os métodos têm um nível apropriado de orientações sobre a calibração e o controle de qualidade.
- vii) A incerteza foi estimada.

5 PADRÕES DE MEDIDAS QUÍMICA E FÍSICA, MATERIAIS DE REFERÊNCIA CERTIFICADOS E REAGENTES.

- i) Os padrões de medida requeridos para os ensaios são prontamente disponibilizados.
- ii) Os padrões de medida são certificados, ou são os “melhores” disponíveis.
- iii) A preparação dos padrões de trabalho (padrões secundários) e dos reagentes é documentada.
- iv) Padrões de medida, materiais de referência e reagentes são corretamente identificados e armazenados. Onde apropriado, são aplicadas (anotadas) as datas de “abertura” e de validade.
- v) Novos lotes de padrões de medida e reagentes críticos ao desempenho do método são confrontados com lotes antigos (anteriores) antes do uso.

APÊNDICE A.

Auditoria da Qualidade - Áreas de particular importância em um laboratório químico.

1 PESSOAL

- i) O pessoal possui a combinação adequada de instrução, qualificações acadêmicas ou vocacionais, experiência e treinamento prático para o serviço desempenhado.
- ii) O treinamento prático é realizado segundo critérios estabelecidos, os quais, sempre que possível, são objetivos. São mantidos registros atualizados dos treinamentos.
- iii) Os ensaios somente são realizados por analistas autorizados.
- iv) O desempenho do pessoal realizando as análises é observado pelo auditor.

2 AMBIENTE

- i) O ambiente do laboratório é adequado para o trabalho realizado.
- ii) As instalações e utilidades do laboratório são adequados para o trabalho realizado.
- iii) Existe separação adequada entre trabalhos potencialmente conflitantes.
- iv) As áreas do laboratório são suficientemente limpas e organizadas, para garantir que a qualidade do trabalho realizado não seja comprometida.
- v) Existe separação adequada na recepção de amostras, preparação, depuração, e áreas de medição, para garantir que a qualidade do trabalho realizado não seja comprometida.
- vi) O cumprimento dos regulamentos de segurança é consistente com os requisitos da norma de gerenciamento da qualidade.

3 EQUIPAMENTO

- i) O equipamento em uso é adequado a sua finalidade.
- ii) Os principais instrumentos são corretamente cuidados, sendo mantidos registros de sua manutenção.
- iii) Instruções adequadas para o uso de equipamentos estão disponibilizadas.
- iv) Equipamentos críticos, p. ex: balanças, termômetros, vidrarias, cronômetros, pipetas etc. são individualmente identificados, corretamente calibrados (com

ACRÔNIMOS

Seguem alguns acrônimos comuns:

AOAC - Association of Official Analytical Chemists (USA)

APLAC - Asia-Pacific Laboratory Accreditation Cooperation

BIPM - International Bureau of Weights and Measures

CCQM - Consultative Committee for Amount of Substance

CITAC - Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry

EA - European Cooperation for Accreditation

IEC - International Electrotechnical Commission

ILAC - International Laboratory Accreditation

ISO - International Organization for Standardization

ISO/REMCO - International Organization for Standardization, Committee on Reference Materials

IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry

JCTLM - Joint Committee on Traceability in Laboratory Medicine

OECD - Organization for Economic Cooperation and Development

OIML - International Organization on Legal Metrology

12. Keith, L. H., Principles of Environmental Sampling, ACS, Washington DC, 1988
(Keith, L. H., Princípios da Amostragem Ambiental, ACS, Washington DC, 1988)
13. Keith, Lawrence H (Ed), Principles of environmental sampling, 2nd ed, Washington DC, American Chemical Society 1996
(Keith, Lawrence H (Ed), Princípios da amostragem ambiental, 2ª ed, Washington DC, Sociedade Americana de Química 1996)
14. Kratochvil, B., Wasllace, D., and Taylor, J. K., "Sampling for Chemical Analysis", Anal. Chem. 1984, 56(5), 113R-129R
(Kratochvil, B., Wasllace, D., e Taylor, J. K., "Amostragem para Análise Química", Quím. Anal. 1984, 56(5), 113R-129R)
15. Miller, J. C.; Miller, J. N. Statistics for Analytical Chemistry, 4th ed Ellis Horwood 1998
(Miller, J. C.; Miller, J. N. Estatística para Química Analítica, 4ª ed. Ellis Horwood 1998)
16. Prichard, E., Analytical Measurement Terminology - (UK's Valid Analytical Measurement Program, LGC Ltd) ISBN 0-85404-443-4, 2000
(Prichard, E., Terminologia de Medição Analítica - (Programa de Medição Analítica Válido no RU, LGC Ltd) ISBN 0-85404-443-4, 2000)
17. Prichard, E., Quality in the Analytical Chemistry Laboratory, ACOL, Wiley 1997
(Prichard, E., Qualidade no Laboratório de Química Analítica, ACOL, Wiley 1997)
18. Stoeppler, Marcus (Ed), Sampling and sample preparation: practical guide for analytical chemists; Berlin: Springer Verlag, 1997
(Stoeppler, Marcus (Ed), Amostragem e preparação de amostras: guia prático para químicos analíticos; Berlim: Springer Verlag, 1997)
19. Taylor, B. N., Kuyatt, C. E., Guidelines for evaluating and expressing uncertainty in NIST measurement results, NIST technical note 1297, 1994, National Institute of Standards and Technology
(Taylor, B. N., Kuyatt, C. E., Diretrizes para avaliação e divulgação da incerteza em resultados de medidas NIST, nota técnica NIST 1297, 1994, Instituto Nacional de Normas e Tecnologia)
20. Taylor, J. K., "Quality Assurance of Chemical Measurements", Lewis Publishers, Michigan, 1987
(Taylor, J. K., "Garantia da Qualidade de Medições Químicas", Lewis Publishers, Michigan, 1987)
21. UK DTI VAM Programme - General Guidelines for use with a protocol for QA of Trace Analysis 1998
(Programa UK DTI VAM - Diretrizes Gerais para uso com um protocolo para GQ de Análise Residual 1998)
22. Youden, W. J., and Steiner, E. H., Statistical manual of the Association of Official Analytical Chemists. Statistical techniques for collaborative tests. Planning and analysis of results of collaborative tests. Washington DC: AOAC, 1975
(Youden, W. J., e Steiner, E. H., Manual estatístico da Associação Profissional de Químicos Analíticos. Técnicas estatísticas para ensaios cooperativos. Planejamento e análise de resultados dos ensaios cooperativos. Washington DC: AOAC, 1975)

1. AOAC International - ISO 17 025 and the Laboratory - An Introduction to Laboratory Accreditation: 2000
(AOAC Internacional - ISO 17 025 e o Laboratório - Uma Introdução a Habilitação de Laboratórios: 2000)
2. AOAC International - Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories - 3rd Edition 2000 - F M Garfield, E Klesten, J Husch ISBN-0-935584-70-6
(AOAC Internacional - Princípios da Garantia da Qualidade para Laboratórios Analíticos - 3^a Edição 2000 - F M Garfield, E Klesten, J Husch ISBN-0-935584-70-6)
3. Crosby, Neil T; Patel, Indu, General principles of good sampling practice, Cambridge: Royal Society of Chemistry, 1995
(Crosby, Neil T; Patel, Indu, Princípios gerais de boas práticas de amostragem, Cambridge: Sociedade Real de Química, 1995)
4. Enell, J. W., "Which Sampling Plan Should I Choose?", Journal of Quality Technology 1984, 16(3), 168-171
(Enell, J. W., "Que Plano de Amostragem Devo Escolher?", Jornal de Tecnologia da Qualidade 1984, 16(3), 168-171)
5. Garfield, F. M., "Sampling in the Analytical Scheme", J. - Assoc. Off. Anal. Chem. 1989, 72(3), 405-411
(Garfield, F. M., "Amostragem no Esquema Analítico", J. - Assoc. Profissional de Quím. Anal. 1989, 72(3), 405-411)
6. Gy, Pierre, Sampling for analytical purposes, Chichester: Wiley, 1998
(Gy, Pierre, Amostragem para fins analíticos, Chichester: Wiley, 1998)
7. Horwitz, W., "Nomenclature for sampling in Analytical Chemistry", IUPAC, Pure Appl. Chem. 1990, 62(6), 1193-1208
(Horwitz, W., "Nomenclatura para amostragem em Química Analítica", IUPAC, Quím. Pura Apl. 1990, 62(6), 1193-1208)
8. Horwitz, W., "Problems of Samplings and Analytical Methods", J. - Assoc. Off. Anal. Chem. 1976, 59(6), 1197-1203
(Horwitz, W., "Problemas de Amostragens e Métodos Analíticos", J. - Assoc. Profissional de Quím. Anal. 1976, 59(6), 1197-1203)
9. Horwitz, W., "Design, conduct and interpretation of method performance studies", IUPAC Protocol, 1994
(Horwitz, W., "Projeto, condução e interpretação dos estudos de desempenho de métodos", Protocolo IUPAC, 1994)
10. Kateman, G., Buydens, L., Quality Control in Analytical Chemistry, 2nd ed. New York: Wiley, 1993
(Kateman, G., Buydens, L., Controle de Qualidade em Química Analítica, 2^a ed. New York: Wiley, 1993)
11. Keith, L. H., Environmental Sampling and Analysis, A Practical Guide, Lewis Publishers, Chelsea, MI, 1991
(Keith, L. H., Amostragem e Análise Ambiental, Um Guia Prático, Lewis Publishers, Chelsea, MI, 1991)

13. ISO/DTS 21 748-2002 (under preparation) Guide to the use of repeatability and reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.
14. ISO 5 725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions ISO 5725-1:1994/Cor 1:1998
15. ISO 5 725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
16. ISO 5 725-3:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
17. ISO 5 725-4:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method
18. ISO 5 725-5:1998 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method
19. ISO 5 725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 6: Use in practice of accuracy values
20. ISO 7 870:1993 Control charts - General guide and introduction
21. ISO 7 966:1993 Acceptance control charts
22. ISO 8 258:1991 Shewhart control charts.

D.

ENDEREÇOS DE WEBSITES ÚTEIS

1. CITAC - www.citac.cc
2. EURACHEM - www.eurachem.ul.pt
3. ISO - www.iso.ch
4. (ISO)REMCO - www.iso.org/remco
5. COMAR (Base de Dados dos Materiais de Referência - www.comar.bam.de)
6. AOAC - www.aoac.org
7. ILAC - www.ilac.org
8. APLAC - www.ianz.govt.nz/aplac
9. EA - www.european-accreditation.org
10. BIPM - www.bipm.fr
11. OECD - www.oecd.org
12. www.muttraining.com (site baseado no treinamento sobre credenciamento e incerteza de medida)
13. www.measurementuncertainty.org (fórum/máquina de busca MU - vinculada à Ref A2)

10. Position of third party quality assessment of reference materials and their production EEEE/RM/069 rev 1: Draft 2001
11. APLAC Policy and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing - Draft April 2002
12. ILAC P10: 2002 ILAC Policy on Traceability of Measurements Results
13. ILAC G8: 1996 Guidelines on Assessment and Reporting of Compliance with Specification
14. ILAC G9: 1996 Guidelines for the Selection and Use of Certified Reference Materials
15. ILAC G12: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers
16. ILAC G13: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes
17. ILAC G15: 2001 Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17 025
18. ILAC G17: 2002 Guidance for Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17 025

Nota: Outras Diretrizes produzidas por Órgãos Regionais de Habilitação são também relevantes aqui (ver endereços de Websites na Seção D, nºs 7, 8 e 9 abaixo). Além disto, a maioria dos órgãos nacionais de Habilitação publicam diretrizes fundamentando seus requisitos (normalmente baseados em normas ISO).

C. OUTRAS REFERÊNCIAS (GUIAS E NORMAS ISO)

1. ISO Guide 30:1992 Terms and definitions used in connection with reference materials
2. ISO Guide 31:2000 Reference materials — Contents of certificates and labels
3. ISO Guide 32:1997 Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials
4. ISO Guide 33:2000 Uses of certified reference materials
5. ISO Guide 34:2000 General requirements for the competence of reference material producers
6. ISO Guide 35:1989 (under revision) Certification of reference materials — General and statistical principles
7. ISO/IEC Guide 43:1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons - Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes and Part 2: Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies
8. ISO/IEC Guide 58: 1993 Calibration and testing laboratory accreditation systems – general requirements for operation and recognition. (To be replaced by ISO/IEC 17011 General requirements for bodies providing assessment and accreditation)
9. ISO/IEC Guide 62:1996 General requirements for bodies operating assessment and certification/registration of quality systems
10. ISO 78-2:1999 Chemistry — Layouts for standards — Part 2: Methods of chemical analysis
11. ISO/DIS 10 576-1:2001 Statistical Methods - Guidelines for the evaluation with specified requirements Pt 1. General principles
12. ISO 3 534 Statistics — Vocabulary and symbols — Parts 1, 2 and 3 (1999)

REFERÊNCIAS E BIBLIOGRAFIA

A seção a seguir apresenta Referências úteis (Subseções A, B, C — estas são referidas no texto — endereços de Websites (D), e a Bibliografia (E)).

A. GUIAS CITAC E EURACHEM

(disponíveis em CITAC www.citac.cc e EURACHEM www.eurachem.ul.pt)

1. Quality Assurance for Research and Development and Non-Routine Analysis: 1998 (CITAC/EURACHEM)
2. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement: 2000 (CITAC/EURACHEM) (ver também site - Ref D12)
3. The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics: 1998 (EURACHEM)
4. Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement: 1998 (EURACHEM/IUPAC/ISO/AOACI)
5. Selection, Use & Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories: 2000 (EURACHEM)
6. CITAC Policy Statement on Traceability in Chemical Measurement: 2000
7. CITAC/EURACHEM Guide on Traceability in Chemical Measurements: 2002 (em preparação)

B. REFERÊNCIAS BÁSICAS

1. ISO/IEC 17 025:1999 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. ISO 9 000:2000 Quality Management Systems - Fundamentals & Vocabulary
3. OECD Principles of Good Laboratory Practice: 1998 (Code: ENV/MC/CHEM(98)17 download: <http://www1.oecd.org/ehs/ehsmono/01E88455.pdf>)
4. ISO/IEC Guide 2:1996 Standardization and related activities - General vocabulary (currently under revision as ISO 17 000)
5. ISO 9 001:2000 Quality Management Systems - Requirements
6. International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM) - 2nd edition 1993 (ISO/BIPM/IEC/IFCC/IUPAC/IUPAP/OIML)
7. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), ISO Geneva Switzerland, 1995.
8. Meeting the Measurement Uncertainty and Traceability Requirements of ISO/IEC 17 025 in Chemical Analysis” - B King, Fresenius Journal, 2001
9. The selection and use of reference materials - A basic guide for laboratories and accreditation bodies - draft EEEE/RM 2002 - prepared by B King 2000

- 23.6 A análise-crítica pela gerência deve ser realizada em intervalos regulares. Uma vez por ano é normalmente suficiente, muito embora, para laboratórios com um amplo escopo de Habilitação, pode ser necessário dividir a análise crítica em módulos distintos, que podem ser examinados durante o curso de um ano. Os assuntos abordados na análise crítica anual devem incluir uma avaliação do sistema da qualidade e questões que afetem a qualidade analítica, auditorias internas, ações corretivas e preventivas, *feedback* e reclamações de clientes.

23. AUDITORIA DO LABORATÓRIO E ANÁLISE CRÍTICA

- 23.1 Ver seção 3.6 acerca da terminologia aplicada.
- 23.2 Um aspecto importante da gestão da qualidade é o reexame periódico do sistema da qualidade pela própria gerência do laboratório. Em geral, todos os aspectos do sistema da qualidade devem ser examinados pelo menos uma vez por ano. O sistema deve ser examinado de duas maneiras. Em primeiro lugar, ele deve ser examinado para assegurar que esteja suficientemente bem documentado para permitir uma implementação adequada e consistente, e que o pessoal esteja realmente seguindo o sistema descrito. Este exame é normalmente conhecido como auditoria (em oposição à avaliação ou auditoria externa conduzida por órgãos de Habilitação ou certificação). Em segundo lugar, o sistema deve ser examinado a fim de verificar se ele atende aos requisitos do laboratório, de seus clientes e, se apropriado, do padrão de gestão da qualidade. Ao longo do tempo, as necessidades do laboratório e de seus clientes irão se modificar e o sistema da qualidade deve evoluir para continuar a atender seus objetivos. Este segundo tipo de exame é normalmente conhecido como análise crítica, e deve ser realizado pelo menos anualmente. Esta análise é realizada pelo nível gerencial do laboratório e utiliza informações de várias fontes, incluindo resultados de auditorias internas, avaliações externas, participação em ensaios de proficiência, estudos do controle interno da qualidade, tendências de mercado, reclamações e elogios de clientes, etc.
- 23.3 O programa de auditoria e análise crítica é normalmente coordenado pelo gerente da qualidade do laboratório, que é responsável por assegurar que os auditores tenham o treinamento correto, orientação e autoridade necessária para condução da auditoria. As auditorias são normalmente realizadas por pessoal do laboratório que trabalha fora da área em exame. Isto, é claro, nem sempre é possível onde o grupo de trabalho é reduzido.
- 23.4 As auditorias podem ser realizadas de duas maneiras básicas. Na auditoria horizontal, o auditor irá examinar em detalhes aspectos individuais do sistema da qualidade, por exemplo, calibração ou relatórios. Na auditoria vertical, o auditor irá selecionar uma amostra e acompanhar seu andamento no laboratório, desde o recebimento até a disposição final, examinando todos os aspectos do sistema da qualidade relacionados ao seu processamento.
- 23.5 Uma lista de verificação, detalhando os aspectos de um laboratório químico que devem ser examinados durante uma auditoria da qualidade, se encontra listada no Apêndice A deste Guia.

funcionamento do sistema. Uma consideração importante é que o computador, interfaces e cabos de conexão tenham suficiente capacidade para as tarefas requeridas. Se qualquer parte do sistema for sobrecarregada, sua operação será retardada, havendo a possibilidade de perda de dados. Isto pode ter sérias conseqüências quando as operações incluírem rotinas sincronizadas. Quando possível, o software de controle deve ser ajustado para reconhecer e destacar qualquer mau funcionamento e identificar os dados associados. O uso de amostras de controle de qualidade e padrões analisados em intervalos nos lotes de amostras deve ser então suficiente para monitorar o correto desempenho em bases diárias. Rotinas de cálculo podem ser verificadas por meio de testes com valores de parâmetros conhecidos. A transferência eletrônica de dados deve ser verificada para assegurar que nenhuma degradação tenha ocorrido durante a transmissão. Isto pode ser realizado no computador com o uso de 'arquivos de verificação', mas, sempre que praticável, a transmissão deve ser resguardada por uma cópia impressa dos dados.

22.4.5 ***Sistemas de Gerenciamento de Informações do Laboratório (SGIL).***

Estes sistemas são cada vez mais populares como um meio de gerenciamento das atividades dos laboratórios. Um SGIL é um sistema baseado em computador com software que permite o confronto eletrônico, cálculo e disseminação de dados, frequentemente recebidos diretamente dos instrumentos analíticos. Ele incorpora processamento de texto, banco de dados, planilhas eletrônicas e capacidade de processamento de dados, e pode executar uma variedade de funções, incluindo: registro e rastreamento de amostras; atribuição e alocação de ensaios; geração de folhas de trabalho; processamento dos dados capturados; controle de qualidade; controle financeiro; e geração de relatórios. A operação do SGIL pode estar limitada ao próprio laboratório, ou pode fazer parte de um amplo sistema de computação corporativo. As informações podem ser inseridas manualmente ou descarregadas diretamente da instrumentação analítica, ou de outros dispositivos eletrônicos, tais como leitores de código de barras. As informações fornecidas pelo sistema podem ser geradas em meio eletrônico ou por cópias impressas. As saídas eletrônicas podem se constituir de dados brutos ou processados, gravados em outros computadores dentro da mesma organização, ou remotos, transmitidos através de um modem ou por correio eletrônico. Da mesma forma, as informações podem ser descarregadas para um disco de armazenamento eletrônico. Quando os dados são transmitidos de um sistema para outro, pode haver o risco da corrupção de dados devido à incompatibilidades dos sistemas ou da necessidade de reformatar as informações. Um sistema bem projetado permite que altos níveis de GQ sejam atingidos, desde o ponto de entrada de amostras até a produção do relatório final. Requisitos de validação específicos incluem o gerenciamento do acesso a várias funções, os passos de auditoria para catalogar alterações e o gerenciamento de arquivos. Quando os dados forem transmitidos eletronicamente será necessário incorporar verificações de segurança para proteção contra corrupção de dados e acesso não-autorizado.

ser levadas em consideração. O procedimento de validação usado para um sistema em particular e quaisquer dados registrados durante a validação devem ser documentados. Pode ser difícil validar esses sistemas de forma isolada do instrumento analítico que produz o sinal original. Normalmente, todo o sistema é validado de uma só vez, através do uso de padrões de medida química ou materiais de referência. Essa validação é normalmente aceitável. É conveniente ilustrar a validação usando-se exemplos de aplicações típicas:

- 22.4.1 **Programas processadores de texto** são amplamente usados em laboratórios para gerar uma ampla variedade de documentação. O laboratório deve assegurar que o uso de programas processadores de texto seja suficientemente controlado a fim de prevenir a produção de relatórios não-autorizados ou outros documentos. Em casos mais simples, onde o computador representa um pouco mais do que uma máquina de escrever eletrônica, a validação é alcançada verificando-se manualmente as cópias impressas. Sistemas mais sofisticados lêem e processam dados para produzir automaticamente relatórios em formatos predeterminados. Esses sistemas necessitarão de verificações adicionais.
- 22.4.2 **Instrumentos controlados por microprocessador** terão normalmente uma rotina de verificação automática que é ativada quando o instrumento é ligado, e deverá incluir o reconhecimento e verificação de todos os equipamentos periféricos. Muitas vezes o software não é acessível. Sob muitas circunstâncias, a validação pode ser realizada pelo teste dos vários aspectos de funcionamento do instrumento, usando-se parâmetros conhecidos, p. ex: pelo ensaio de materiais de referência, padrões de medida física ou química, ou amostras de controle de qualidade.
- 22.4.3 **Sistemas de manipulação ou processamento de dados, sistemas de integração.** Antes de poder ser processado, o sinal de saída do instrumento analítico precisará, normalmente, ser convertido em um sinal digital, usando-se um conversor analógico/digital. Os dados digitalizados são então convertidos em um sinal reconhecível (números, picos, espectros, de acordo com o sistema) pelo algoritmo do software. O algoritmo toma várias decisões (tal como decidir onde os picos começam e terminam, ou quando um número deve ser arredondado para cima ou para baixo), de acordo com as instruções programadas. O algoritmo é uma fonte comum de desempenho imprevisto, e a validação deve testar a lógica por trás das decisões tomadas pelo algoritmo.
- 22.4.4 **Sistema automatizado controlado por computador.** Sistema que pode envolver um ou mais dos exemplos anteriores, operado de forma simultânea ou numa seqüência de tempo controlada. Estes sistemas normalmente serão validados pela verificação da operação satisfatória (incluindo desempenho em circunstâncias extremas) e estabelecimento da confiabilidade do sistema antes que seja permitido que ele funcione sem acompanhamento. A validação deve consistir de uma validação de componentes individuais, além de uma verificação global sobre o diálogo entre componentes individuais e o computador de controle. Uma avaliação deve ser feita sobre as possíveis causas de mau

- ▶ programação de calibrações e manutenções;
- ▶ controle de estoque de reagentes e padrões de medida;
- ▶ projeto e desempenho de experimentos estatísticos;
- ▶ programação de amostras e monitoração da produção do trabalho;
- ▶ geração de gráficos de controle;
- ▶ monitoramento de procedimentos de ensaio;
- ▶ controle da instrumentação automatizada;
- ▶ captura, armazenagem, recuperação, processamento de dados, manual ou automaticamente;
- ▶ correspondência das amostras com os dados em biblioteca;
- ▶ geração de relatórios de ensaio,
- ▶ processamento de texto;
- ▶ comunicação.

22.2 Interfaces e cabos fornecem conexões físicas entre diferentes partes do computador ou entre diferentes computadores. É importante que as interfaces e cabos sejam escolhidos para se adequarem à aplicação específica, visto que eles podem afetar seriamente a velocidade e a qualidade da transferência dos dados.

22.3 O ambiente onde se processam ensaios químicos cria riscos específicos para a operação de computadores e armazenagem das mídias de computador. Recomendações normalmente podem ser encontradas nos manuais de operação, porém, cuidados especiais devem ser adotados visando evitar danos provocados por produtos químicos, contaminação microbiológica ou por poeira, aquecimento, umidade, e campos magnéticos.

22.4 A validação inicial deve verificar o maior número possível de aspectos da operação de um computador. Verificações similares devem ser realizadas se o uso do computador for alterado, ou após manutenção, ou revisão do software. Quando um computador for utilizado para a coleta e processamento de dados associados a ensaios químicos, para validação desta função, é geralmente suficiente assumir sua correta operação se o computador produzir respostas previstas para a entrada de parâmetros conhecidos. Programas de computador que efetuam cálculos podem ser validados pela comparação com resultados calculados manualmente. Deve ser notado que algumas falhas poderão ocorrer somente quando um grupo particular de parâmetros for inserido. Em ensaios químicos, verificações adequadas sobre as funções de coleta e manipulação de dados podem ser feitas utilizando-se um Material de Referência Certificado para a validação inicial, usando-se, então, um padrão secundário de medida como material de controle de qualidade para verificações repetitivas regulares. Quaisquer recomendações feitas pelo fabricante devem

em conta a confiabilidade do método, e o estado crítico do trabalho. É amplamente aceito que em análises de rotina, um nível de CQ interno de 5% seja definido como razoável, isto é, 1 em cada 20 amostras analisadas deve ser uma amostra de CQ. Contudo, para métodos de rotina robustos, com alta quantidade de amostras, um menor nível de CQ pode ser razoável. Para procedimentos mais complexos, um nível de 20% não é incomum e, em certas ocasiões, mesmo 50% pode ser requerido. Para análises realizadas com pouca frequência, uma validação completa do sistema deve ser realizada em cada ocasião. Isto pode envolver tipicamente o uso de um material de referência contendo uma concentração certificada ou conhecida de analito, seguido por análises de replicatas da amostra e da amostra fortificada (uma amostra à qual uma quantidade conhecida do analito foi deliberadamente adicionada). Análises realizadas com mais frequência devem ser submetidas a procedimentos sistemáticos de CQ, incorporando o uso de gráficos de controle e amostras de verificação.

- 21.4 **Ensaio de proficiência (CQ Externo):** Uma das melhores maneiras para um laboratório analítico monitorar seu desempenho, com relação a seus próprios requisitos e às normas de outros laboratórios, é participar regularmente de rodadas de ensaios de proficiência (Ref C7). Ensaio de proficiência ajudam a destacar não só o desempenho da repetitividade e reprodutibilidade entre laboratórios, mas também a existência de erros sistemáticos, isto é, a tendência. Ensaio de proficiência e outros tipos de intercomparações são aceitos como meios importantes de monitoramento da qualidade em níveis nacional e internacional.
- 21.5 Os organismos de Habilitação também reconhecem o benefício desse tipo de ensaios como evidência objetiva da competência do laboratório e da eficiência do processo de avaliação em si. Quando possível, os laboratórios devem selecionar rodadas de Ensaio de Proficiência, que operem de acordo com as boas práticas internacionais (Ref C7) e tenham transparência evidente da qualidade, p. ex. pela Habilitação ou outra inspeção de parceiros (Ref B16). Laboratórios habilitados são normalmente solicitados à participar em ensaios de proficiência, (quando existirem rodadas apropriadas), como parte integrante de seus protocolos de GQ. É importante monitorar os resultados dos ensaios de proficiência, como um meio de verificação de desempenho e tomada de ações corretivas, quando necessário.

- 22.1 Em laboratórios de ensaios químicos, computadores possuem uma ampla variedade de usos, incluindo:
- ▶ controle de condições ambientais críticas;
 - ▶ monitoramento e controle do inventário;

- 21.1 O significado dos termos ‘controle de qualidade’ e ‘Garantia da Qualidade (GQ)’ varia, muitas vezes, conforme o contexto. Em termos práticos, GQ se refere às medidas globais tomadas pelo laboratório para regulamentar a qualidade, enquanto que controle de qualidade descreve as medidas individuais que dizem respeito à qualidade de amostras individuais ou lotes de amostras.
- 21.2 Como parte de seus sistemas da qualidade e para monitorar o desempenho analítico diário e lote a lote, os laboratórios devem operar um nível apropriado de verificações de controle interno da qualidade (CQ) e participar, sempre que possível, de rodadas de ensaios de proficiência apropriados (CQ externo). O nível e tipo de CQ irão depender do estado crítico, natureza da análise, frequência da análise, tamanho do lote, grau de automação, e da dificuldade e confiabilidade dos ensaios.
- 21.3 **CQ Interno:** Este pode assumir uma variedade de formas, incluindo o uso de: brancos; padrões de medida; amostras fortificadas; amostras cegas; análises de replicatas e amostras de CQ. O uso de gráficos de controle é recomendado, particularmente para o monitoramento das amostras de controle de CQ (Ref C20-22).
- 21.3.1 O nível de CQ adotado deve ser comprovadamente suficiente para assegurar a validade dos resultados. Diferentes tipos de controle de qualidade podem ser usados para monitorar diferentes tipos de variações no processo. Amostras de CQ, analisadas em intervalos no lote de amostras, irão indicar a dispersão do sistema; o uso de vários tipos de branco irá indicar quais são as contribuições do instrumento, além daquelas atribuídas ao analito; análises em duplicata fornecem uma verificação da repetitividade, conforme ocorre com o uso de amostras cegas.
- 21.3.2 As amostras de CQ são amostras típicas, suficientemente estáveis e disponíveis em quantidades suficientes para serem disponibilizadas para análise durante um período prolongado de tempo. Ao longo desse período, a variação aleatória no desempenho do processo analítico pode ser acompanhada pelo monitoramento do resultado obtido na análise da amostra de CQ, normalmente através de sua inclusão num gráfico de controle. Uma vez que o resultado da amostra de CQ seja aceitável, é provável que os resultados das amostras, do mesmo lote em que foi incluída a amostra de CQ, possam ser considerados confiáveis. A aceitabilidade do resultado obtido com a amostra de CQ deve ser verificada o mais breve possível no processo analítico, a fim de que, no caso de falha do sistema, o menor esforço possível tenha sido gasto na análise de amostras não confiáveis.
- 21.3.3 É responsabilidade do analista definir e justificar um nível apropriado de controle de qualidade, baseado numa avaliação de risco, que leve

calibrem equipamentos e métodos, monitorem o desempenho do laboratório e validem métodos, permitindo, ainda, a comparação de métodos através do uso como padrões de transferência (de medida). O seu uso é fortemente encorajado, sempre que apropriado.

- 20.6 A incerteza da pureza de um material de referência de substância pura precisa ser considerada em relação à incerteza associada a outros aspectos do método. De maneira ideal, a incerteza associada a um material de referência, usado para fins de calibração, não deve contribuir em mais de um terço (1/3) da incerteza de medição global.
- 20.7 A composição do material de referência certificado deve ser a mais próxima possível da composição das amostras. Quando existirem interferências de matriz, um método deve ser idealmente validado usando-se um material de referência de matriz combinada, certificado de uma maneira confiável. Se um material deste tipo não estiver disponível, pode ser aceito o uso de uma amostra fortificada com o material de referência.
- 20.8 É importante que qualquer material de referência certificado usado tenha sido produzido e caracterizado de uma maneira tecnicamente válida. Usuários de MRCs devem estar cientes de que nem todos os materiais são validados com o mesmo nível de rigor. Detalhes de experimentos de homogeneidade, ensaios de estabilidade, os métodos usados na certificação e as incertezas e variações nos valores declarados de analitos, são normalmente fornecidos pelo produtor e devem ser usados para avaliar a procedência dos MRCs. O material deve vir acompanhado de um certificado, que inclua uma estimativa da incerteza do valor certificado (ver seção 16). A Guia ISO 34 (Ref C5) e um Guia ILAC (Ref B15) lidam com critérios para a competência dos provedores de materiais de referência. Esses guias podem constituir a base para uma futura avaliação de provedores de materiais de referência.
- 20.9 Materiais de referência e materiais de referência certificados devem ser claramente rotulados, de forma que sejam identificados sem ambigüidades e relacionados com os respectivos certificados ou outra documentação anexa. Informações devem ser disponibilizadas, indicando o prazo de validade, condições de armazenamento, aplicabilidade e restrições de uso. Materiais de referência preparados dentro do laboratório, p. ex. como soluções, devem ser tratados como reagentes para fins de rotulagem, ver seção 14.2.
- 20.10 Materiais de referência e padrões de medição devem ser manipulados de forma a protegê-los de contaminação ou degradação. Procedimentos para treinamento do pessoal devem refletir estes requisitos.

- 20.1 Uma série de Guias ISO relativa aos materiais de referência está disponibilizada (Ref C1-C6).
- 20.2 **Materiais de referência e materiais de referência certificados** são definidos na seção 3. Eles são usados para calibração, validação de metodologias, verificação de medições, avaliação da Incerteza de Medição e para fins de treinamento.
- 20.3 Materiais de referência podem assumir uma variedade de formas, incluindo MRs de substâncias puras, MRs de matrizes e soluções ou misturas. Os itens abaixo são exemplos de materiais de referência:
- ▶ cloreto de sódio 95% puro;
 - ▶ uma solução aquosa contendo 1% (m/v) de sulfato de cobre (II) e 2% (m/v) de cloreto de magnésio;
 - ▶ um polímero em pó com uma faixa específica de distribuição de peso molecular;
 - ▶ um sólido cristalino fundindo na faixa de 150-151° C;
 - ▶ leite em pó contendo uma quantidade conhecida de vitamina C.
- 20.4 Para muitos tipos de análises, a calibração pode ser realizada utilizando-se materiais de referência preparados no laboratório, a partir de produtos químicos de pureza e composição conhecidas. Alguns produtos químicos podem ser adquiridos com um certificado do fabricante declarando a pureza do material. Alternativamente, produtos químicos com pureza declarada, mas não certificada, podem ser adquiridos de fornecedores idôneos. Qualquer que seja a fonte, é responsabilidade do usuário estabelecer que a qualidade de tais materiais seja satisfatória. Algumas vezes, ensaios adicionais precisarão ser realizados pelo laboratório. Normalmente, um novo lote de um produto químico deve ser confrontado com o lote anterior. De maneira ideal, todos os produtos químicos a serem usados para fins de material de referência devem ser adquiridos de fabricantes com sistemas comprovados de GQ. Contudo, um sistema de GQ não garante automaticamente a qualidade dos produtos do fabricante, e os laboratórios devem tomar todas as medidas razoáveis para confirmar a qualidade de materiais críticos. O controle de impurezas é importante, especialmente para a análise de traços (residual), onde eles podem causar interferências. Atenção especial deve ser dada às recomendações dos fabricantes sobre a armazenagem e prazo de validade. Além disso, é necessário cautela, já que os fornecedores nem sempre disponibilizam informações sobre todas as impurezas.
- 20.5 O uso de materiais de referência apropriados pode propiciar rastreabilidade essencial e permitir que os analistas demonstrem a precisão dos resultados,

freqüência de calibração requerida irá depender da estabilidade do sistema de medição, do nível de incerteza requerido e de quão crítico é o trabalho.

- 19.6 Procedimentos para a realização de calibrações devem ser adequadamente documentados, quer como parte integrante de métodos analíticos específicos, quer como um documento geral de calibração. A documentação deve indicar como realizar a calibração, a freqüência de calibração necessária, e a ação a ser tomada no caso de falha na calibração. Intervalos de freqüência para recalibração de padrões de medida física devem ser também indicados.

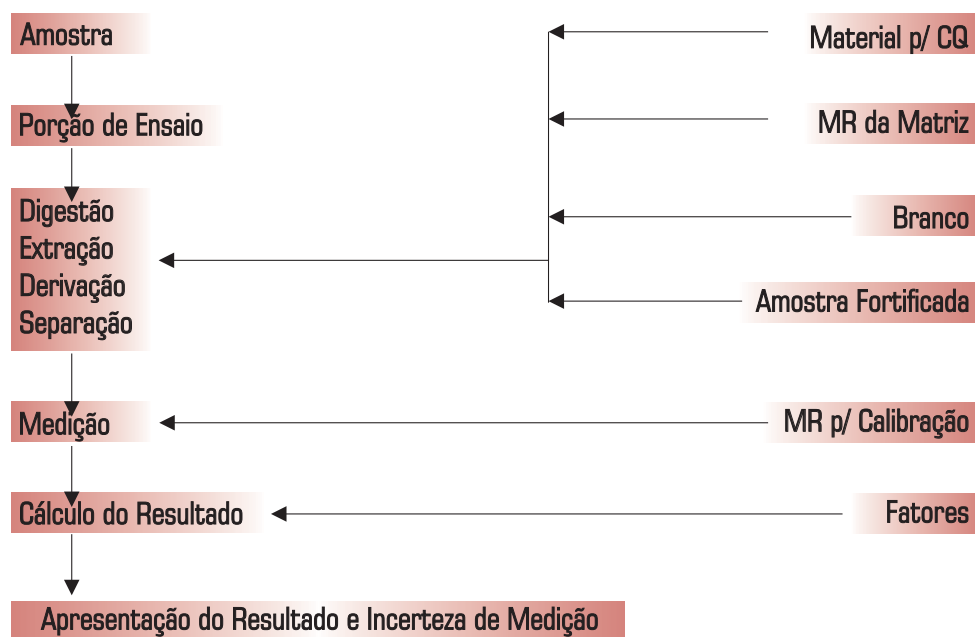


FIGURA 1

- 19.7 A calibração de vidrarias volumétricas normalmente se refere a um solvente específico a uma temperatura específica. A calibração raramente é válida quando as vidrarias forem usadas com outros solventes, devido às diferenças nas densidades, características de molhabilidade, tensão superficial etc. Isto é particularmente pertinente para vidrarias volumétricas calibradas para fornecer um volume determinado. Outros equipamentos volumétricos podem ser afetados quando se usam solventes com altas taxas de expansão térmica. Nessas situações, as vidrarias devem ser recalibradas usando-se o solvente pertinente, na temperatura correta. Alternativamente, para maior precisão, as medições podem ser muitas vezes feitas por massa, ao invés de volume.
- 19.8 A Figura 1 é um processo analítico típico e ilustra a função da calibração em relação à validação do método e ao controle de qualidade.

- 19.3.2 Quando um ensaio for usado para medir uma propriedade empírica de uma amostra, tal como ponto de fulgor, o equipamento é muitas vezes definido num método padrão nacional ou internacional, e materiais de referência rastreáveis devem ser usados para fins de calibração, quando disponíveis. Equipamentos novos ou recentemente adquiridos devem ser verificados pelo laboratório antes do uso para garantir a conformidade com as especificações, desempenho e dimensões requeridos.
- 19.3.3 Instrumentos, tais como cromatógrafos e espectrômetros, que necessitem de calibração como parte integrante de sua operação normal, devem ser calibrados usando-se materiais de referência de composição conhecida (provavelmente soluções de produtos químicos puros).
- 19.3.4 Em alguns casos, a calibração de todo o processo analítico pode ser realizada por comparação do resultado de medição de uma amostra com o resultado produzido por um material de referência adequado, que foi submetido ao mesmo processo analítico integral como a amostra. O material de referência pode ser uma mistura sintética preparada no laboratório a partir de materiais de pureza conhecida (e de preferência certificados) ou uma matriz comercial de material de referência certificado. Contudo, em tais casos, uma estreita combinação entre a amostra para ensaio e a matriz do material de referência, em termos da natureza da matriz, e a concentração do analito precisa ser assegurada.
- 19.4 No entanto, em muitos casos, a calibração somente é realizada no estágio final de medição. Por exemplo, a calibração de um método de cromatografia gasosa pode ser realizada utilizando-se uma série de padrões de medida, que são soluções sintéticas do analito de interesse em várias concentrações. Essa calibração não leva em conta fatores, tais como a contaminação ou perdas que ocorrem durante os estágios de preparação e extração ou derivação da amostra. Portanto, é essencial durante o processo de validação do método explorar os problemas em potencial da contaminação e perdas, pelo manuseio de matrizes de materiais de referência ou amostras fortificadas, ao longo de todo o processo de medição, e definir o procedimento de calibração diária e as respectivas verificações de controle da qualidade (ver também a seção 15.4).
- 19.5 Programas individuais de calibração devem ser estabelecidos dependendo dos requisitos específicos da análise. Além disto, pode ser necessário verificar a calibração do instrumento após qualquer parada, intencional ou não, e após algum serviço ou outra manutenção substancial. O nível e a frequência de calibração devem estar baseados na experiência anterior (histórico do equipamento) e devem ser ao menos aqueles recomendados pelo fabricante. Um Guia sobre calibração é apresentado no Apêndice B e inclui intervalos típicos de calibração para vários tipos de instrumentos simples e indica os parâmetros que podem requerer calibração em instrumentos analíticos mais complexos. A

- 18.15 Confirmação é algumas vezes confundida com repetitividade. Enquanto que a repetitividade requer que a medição seja realizada diversas vezes por uma mesma técnica (método), a confirmação requer que a medição seja realizada por mais de uma técnica. A confirmação aumenta a confiança na técnica sob exame, e é especialmente útil quando as técnicas adicionais operam por princípios significativamente diferentes. Em algumas aplicações, por exemplo, na análise de componentes orgânicos desconhecidos por cromatografia gasosa, o uso de técnicas confirmatórias é essencial.

19 CALIBRAÇÃO

- 19.1 Calibração é um conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre valores de quantidades indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição, ou valores representados por um material de referência, e os valores correspondentes estabelecidos por padrões (ver VIM-B6). A maneira usual para realizar a calibração é submeter porções conhecidas da quantidade (p. ex: usando-se um padrão de medida ou material de referência) ao processo de medição e monitorar a resposta assim obtida. Informações mais detalhadas sobre materiais de referência são apresentadas no próximo capítulo.
- 19.2 Um programa geral para calibração no laboratório químico deve ser criado para assegurar que todas as medições que possuam um efeito significativo sobre os resultados do ensaio ou calibração sejam rastreáveis a um padrão de medida, de preferência um padrão de medida nacional ou internacional, tal como um material de referência. Quando apropriado e possível, devem ser usados materiais de referência certificados. Quando padrões de medida formalmente definidos não estiverem disponíveis, um material com propriedades e estabilidade adequadas deve ser selecionado ou preparado pelo laboratório, e usado como um padrão de medida do laboratório. As propriedades requeridas desse material devem ser caracterizadas por ensaios repetidos, preferencialmente por mais de um laboratório e usando-se uma variedade de métodos validados (ver ISO Guia 35: Ref C6).
- 19.3 Ensaio analítico podem ser subdivididos em classes gerais, dependendo do tipo de calibração requerida:
- 19.3.1 Alguns ensaios analíticos dependem criticamente da medição de propriedades físicas, tais como a medição de peso em gravimetria e a medição de volume em titrimetria (volumetria). Visto que essas medições possuem um efeito significativo sobre os resultados do ensaio, é essencial um programa de calibração adequado para estas grandezas. Além disto, a calibração de dispositivos de medição usados para estabelecer a pureza ou concentração de padrões químicos, precisa ser considerada.

18.11 **Solidez:** Algumas vezes também chamada de robustez. Quando diferentes laboratórios usam o mesmo método, eles introduzem inevitavelmente pequenas variações no procedimento, que pode ter ou não uma influência significativa sobre o desempenho do método. A solidez de um método é testada, pela introdução deliberada de pequenas alterações no método e exame das conseqüências. Um grande número de fatores pode precisar ser considerado, mas devido ao fato da maioria destes ter um efeito desprezível, será normalmente possível variar diversos deles de uma só vez. A solidez é normalmente avaliada pelo laboratório de origem, antes que outros laboratórios colaborem.

18.12 A **tendência (algumas vezes chamada de recuperação)** de um sistema de medição (método) é o erro sistemático desse sistema de medição. As questões associadas à estimativa da tendência e recuperação são comentadas na seção 15.4.

Além da avaliação da tendência, é importante estimar a incerteza de medição associada à tendência e incluir este componente na estimativa global da incerteza de medição.

18.13 A **precisão** de um método é a declaração da proximidade da concordância entre resultados de ensaio mutuamente independentes e é normalmente expressa em termos de desvio-padrão. Ela é geralmente dependente da concentração do analito, e esta dependência deve ser determinada e documentada. A precisão pode ser expressa de diferentes maneiras, dependendo das condições em que for calculada. Repetitividade é um tipo de precisão relacionada a medições feitas sob condições que podem ser repetidas, isto é: mesmo método; mesmo material; mesmo operador; mesmo laboratório; curto período de tempo entre as medições. Reprodutibilidade é um conceito de precisão relacionada a medições feitas sob condições que podem ser reproduzidas, isto é: mesmo método; operadores diferentes; laboratórios diferentes; equipamentos diferentes; longo período de tempo entre as medições. Precisão é um componente da Incerteza de Medição (ver seção 16).

18.14 Observe que estas declarações de precisão se aplicam à análise quantitativa. Análises qualitativas podem ser tratadas de uma maneira ligeiramente diferente. A análise qualitativa efetivamente é uma medição de “sim/não” para um determinado valor limite de analito. Para métodos qualitativos a precisão não pode ser expressa como um desvio padrão ou um desvio padrão relativo, mas pode ser expressa como taxas de verdadeiro e falso positivo (e negativo). Essas taxas devem ser determinadas numa variedade de concentrações abaixo do nível limite, no nível limite, e acima deste. Os dados obtidos por um método de comparação confirmatório devem ser usados sempre que um método apropriado para tal fim estiver disponível. Se um método destes não estiver disponível, amostras de brancos, fortificadas ou não, podem ser analisadas.

$\% \text{ de falsos positivos} = \text{falsos positivos} \times 100 / \text{total de negativos conhecidos}$

$\% \text{ de falsos negativos} = \text{falsos negativos} \times 100 / \text{total de positivos conhecidos}$

for baixa. Em análise qualitativa é comum examinar amostras replicadas e padrões de medida ao longo de uma faixa de concentrações, para estabelecer em que concentração um ponto de corte confiável pode ser traçado entre detecção e não-deteção (ver também a seção 18.8).

- 18.7 **Linearidade** para métodos quantitativos é determinada pela medição de amostras com concentrações de analito abrangendo a faixa reivindicada do método. Os resultados são usados para obter uma reta por regressão com relação ao cálculo de analito, usando-se o método dos mínimos quadrados. É conveniente que um método seja linear ao longo de uma faixa específica, mas este não é um requisito absoluto. Quando a linearidade for inatingível para um procedimento específico, deve ser determinado um algoritmo adequado para cálculos.
- 18.8 Para métodos qualitativos existe a possibilidade de haver um limite de concentração abaixo do qual uma identificação positiva se torna não-confiável. A faixa de respostas deve ser examinada pelo ensaio de uma série de amostras e padrões de medida, constituída de brancos e de amostras contendo uma faixa dos níveis do analito. Em cada nível de concentração, será necessário medir aproximadamente 10 replicatas. Uma curva de resposta de resultados de % positiva (ou negativa) *versus* concentração deve ser traçada. A partir dessa curva será possível determinar a concentração limite, na qual o ensaio se torna não-confiável. No exemplo abaixo mostrado, a identificação positiva do analito cessa de ser 100 % confiável abaixo de 100 ig.g⁻¹.

Exemplo:

Concentração (ig.g ⁻¹)	Nº de Replicações	Positiva/Negativa
200	10	10/0
100	10	10/0
75	10	5/5
50	10	1/9
25	10	0/10
0	10	0/10

- 18.9 O **limite de detecção** de um analito é muitas vezes determinado pela análise repetida de uma porção de amostras de brancos, e é a concentração de analito cuja resposta é equivalente à resposta média de brancos + 3 desvios padrão. É possível que seu valor seja diferente para diferentes tipos de amostra.
- 18.10 O **limite de quantificação** é a menor concentração de analito, que pode ser determinada com um nível de incerteza aceitável. Ele deve ser estabelecido usando-se uma amostra ou padrão de medida apropriado, isto é, ele é normalmente o ponto mais baixo na curva de calibração (excluindo o branco). Ele não deve ser determinado por extrapolação. Várias convenções assumem o limite como sendo de 5, 6 ou 10 desvios-padrão da medição do branco.

alguns dos termos acima, nem sobre as convenções usadas na sua determinação. Assim, ao mencionar dados de validação, é recomendável mencionar quaisquer convenções adotadas.

- 18.2 A extensão da validação deve ser claramente indicada no método documentado, de modo que o usuário possa avaliar a adequação do método às suas necessidades específicas.
- 18.3 Métodos padrão deverão ser desenvolvidos e validados colaborativamente por um grupo de especialistas (ref C14-C19). Este desenvolvimento deve incluir a abordagem de todos os aspectos necessários de validação e respectiva incerteza. Contudo, a responsabilidade permanece sendo firmemente do usuário, para garantir que a validação documentada do método esteja suficientemente completa para preencher inteiramente suas necessidades. Mesmo se a validação for concluída, o usuário ainda precisará verificar se as características de desempenho documentadas (p. ex. fidelidade e precisão) podem ser obtidas no seu próprio laboratório.
- 18.4 Conforme acima indicado, existem diferentes opiniões a respeito da terminologia e do processo de validação do método. As explicações a seguir complementam aquelas em outras partes deste guia e tem a intenção de servir como uma diretriz, ao invés de um ponto de vista definitivo.
- 18.5 **Seletividade** de um método se refere à extensão até a qual ele pode determinar analito(s) específico(s) numa mistura complexa, sem interferência dos outros componentes na mistura. Um método, que seja seletivo para um analito ou grupo de analitos, é dito como sendo *específico*. A aplicabilidade do método deve ser estudada usando-se várias amostras, variando desde padrões de medida pura até misturas com matrizes complexas. Em cada caso a recuperação do(s) analito(s) de interesse deve ser determinada e as influências de interferência suspeitas devidamente mencionadas. Quaisquer restrições na aplicabilidade da técnica devem ser documentadas no método. Este trabalho irá permitir que seja feita uma clara descrição do mensurando.
- 18.6 **Faixa:** Para a análise quantitativa, a faixa de trabalho para um método é determinada pelo exame de amostras com diferentes concentrações de analito e determinação da faixa de concentrações para qual a incerteza admissível possa ser alcançada. A faixa operacional é geralmente mais extensa do que a faixa linear, que é determinada pela análise de um número de amostras de concentrações de analito variáveis e cálculo da regressão a partir dos resultados, normalmente usando o método dos mínimos quadrados. A relação entre a resposta do analito e a concentração não precisa ser perfeitamente linear para que o método seja efetivo. Para métodos apresentando boa linearidade, é normalmente suficiente plotar uma curva de calibração, usando-se padrões de medida em 5 níveis distintos de concentração (mais o branco). Um maior número de padrões de medida será necessário quando a linearidade

de desempenho entre métodos revisados e obsoletos deve ser estabelecida, de modo que seja possível comparar dados novos e antigos.

- 17.8 Quando métodos forem revisados, a validação precisa ser também atualizada. A revisão pode ser de menor natureza, envolvendo diferentes tamanhos de amostra, diferentes reagentes etc. De modo alternativo, ela pode envolver mudanças significativas, tais como o uso de tecnologia ou metodologia radicalmente diferente. O nível de revalidação requerido aumenta com a escala das mudanças feitas no método.

18 VALIDAÇÃO DO MÉTODO

- 18.1 Verificações precisam ser realizadas para garantir que as características de desempenho de um método sejam entendidas e para demonstrar que o método seja cientificamente coerente, sob as condições nas quais ele deve ser aplicado. Essas verificações são coletivamente conhecidas como validação. A validação de um método estabelece, através de estudos sistemáticos de laboratório, que o método é adequado à finalidade, isto é, suas características de desempenho são capazes de produzir resultados correspondentes às necessidades do problema analítico. As principais características de desempenho incluem:

- ▶ Seletividade e especificidade (descrição do mensurando);
- ▶ Faixa de medição;
- ▶ Calibração e rastreabilidade;
- ▶ Tendência *;
- ▶ Linearidade;
- ▶ Limite de detecção/ Limite de quantificação;
- ▶ Robustez;
- ▶ Precisão

* Em alguns campos da medição química, o termo recuperação é usado para descrever a tendência total; em outros campos, recuperação é usada em relação a determinados elementos de tendência.

As características acima são inter-relacionadas, muitas delas contribuindo para a incerteza total de medição, e os dados gerados podem ser usados para avaliar a incerteza de medição (ver seção 16 e ref C13) durante a validação.

A boa prática na validação do método é descrita em um Guia EURACHEM (Ref A3). Observe que não existe um acordo unânime sobre a interpretação de

- 17.2 Os padrões de qualidade frequentemente favorecem o uso de padrões ou métodos colaborativamente testados, sempre que possível. Embora isto possa ser desejável em situações onde um método tiver que ser amplamente usado, ou definido em regulamento, algumas vezes um laboratório pode ter um método próprio mais adequado. As considerações mais importantes são de que o método deva ser adequado ao fim pretendido, seja adequadamente validado e documentado, e forneça resultados que sejam rastreáveis com relação às referências mencionadas em um nível de incerteza apropriado.
- 17.3 A validação de um padrão ou método colaborativamente testado não deve ser considerada implícita, a despeito de quão impecável seja a origem do método - o laboratório deve se certificar de que o grau de validação de um método específico é adequado ao fim proposto, e que o próprio laboratório é capaz de verificar quaisquer critérios de desempenho declarados.
- 17.4 Métodos desenvolvidos internamente devem ser adequadamente validados, documentados e autorizados antes do uso. Onde eles estiverem disponíveis, materiais de referência com matrizes combinadas devem ser usados para determinar qualquer tendência, ou quando isto não for possível, os resultados devem ser comparados com outra(s) técnica(s), de preferência baseada(s) em diferentes princípios de medição. A medição da recuperação de analito fortificado, gravimetricamente adicionado, medição dos brancos e o estudo de interferências e efeitos matriciais podem ser também usados para verificação da tendência ou recuperação imperfeita. A estimativa da incerteza deve fazer parte deste processo de validação e, além de cobrir os fatores acima, deve abordar questões, tais como a homogeneidade e estabilidade das amostras. Uma recomendação sobre validação de metodologia é apresentada na seção 18.
- 17.5 A documentação de métodos deve incluir dados de validação, limitações de aplicabilidade, procedimentos para controle da qualidade, calibração e controle de documentos. Um laboratório documentando métodos pode achar conveniente adotar um formato comum, tal como a ISO 78-2: (Ref C10), que fornece um modelo útil. Além disto, recomendações sobre documentação de métodos estão disponíveis por outras fontes, tais como órgãos de Habilitação e órgãos nacionais de normalização.
- 17.6 Desenvolvimentos em metodologias e técnicas irão requerer que os métodos sejam alterados de tempos em tempos e, assim, a documentação do método deve estar sujeita a um controle adequado de documentos. Cada cópia do método deve apresentar o número/data da edição, autoridade da edição e número da cópia. Deve ser possível determinar a partir dos registros, qual é a versão mais atualizada de cada método autorizado para uso.
- 17.7 Métodos obsoletos devem ser descontinuados, mas devem ser guardados para fins de arquivo e identificados claramente como obsoletos. A diferença

- 16.13 Após uma lista de incertezas ser disponibilizada, os componentes individuais podem ser combinados. Quando fontes individuais de incerteza forem independentes, a expressão geral para a incerteza padrão combinada u é:

$$u = \sqrt{\sum (\partial R / \partial X_i)^2 \cdot U(X_i)^2}$$

onde $\partial R / \partial X_i$ é o diferencial parcial do resultado R , com relação a cada valor intermediário (ou outra 'quantidade de influência', tal como uma correção x_i), e $u(x_i)$ é o componente de incerteza associado a x_i .

- 16.14 Essa expressão simplifica consideravelmente os dois casos mais comuns. Quando as quantidades de influência ou resultados intermediários são adicionados ou subtraídos para fornecer o resultado, a incerteza u é igual à raiz quadrada da soma dos contribuintes dos componentes da incerteza ao quadrado, todos expressos como desvio-padrão. Quando os resultados intermediários forem combinados por multiplicação ou divisão, o desvio padrão relativo (DPR) combinado é calculado extraíndo-se a raiz quadrada da soma dos DPRs ao quadrado, para cada resultado intermediário, e a incerteza padrão u combinada é calculada a partir do DPR combinado e do resultado.

- 16.15 A incerteza global deve ser expressa como um múltiplo do desvio-padrão calculado. O multiplicador recomendado é 2, isto é, a incerteza é igual a $2u$. Quando as contribuições forem originadas de erros normalmente distribuídos, este valor irá corresponder aproximadamente a um intervalo de confiança de 95%.

- 16.16 Não é normalmente seguro estender este argumento a maiores níveis de confiança sem o conhecimento das distribuições envolvidas. De modo particular, é normalmente constatado que distribuições de incerteza experimentais são muito mais amplas no nível de confiança de 99%, do que seria previsto por hipóteses de normalidade.

- 16.17 Frequentemente não é necessário avaliar as incertezas para cada tipo de ensaio e amostra. Será normalmente suficiente investigar a incerteza somente uma vez para um método específico, e utilizar as informações para estimar a incerteza de medição para todos os ensaios realizados dentro do escopo daquele método.

17. MÉTODOS / PROCEDIMENTOS PARA ENSAIOS E CALIBRAÇÃO

- 17.1 É responsabilidade do laboratório o uso de métodos apropriados à aplicação requerida. O laboratório pode usar o seu próprio critério ou pode selecionar um método em consulta com o cliente, ou ainda, o método pode ser especificado em regulamento, ou pelo cliente.

métodos para estimativa dos componentes individuais de incerteza podem ser válidos.

- 16.9 Quando as contribuições de incerteza forem estimadas em grupos, é importante, apesar de tudo, registrar as fontes de incerteza que são consideradas como sendo incluídas em cada grupo, e medir e registrar valores dos componentes individuais de incerteza, quando disponíveis, como uma verificação sobre a contribuição do grupo.
- 16.10 Se forem usadas informações provenientes de resultados de comparações interlaboratoriais, é essencial considerar incertezas originadas fora do escopo de tais estudos. Por exemplo, valores nominais para materiais de referência são tipicamente informados como uma faixa, e quando diversos laboratórios usam o mesmo material de referência num experimento colaborativo, a incerteza no valor do material de referência não é incluída na variação interlaboratorial. Da mesma forma, experimentos interlaboratoriais utilizam tipicamente uma faixa restrita de materiais de ensaio, normalmente homogeneizados com cuidado, de modo que a possibilidade de falta de homogeneidade e diferenças na matriz, entre amostras reais e materiais de ensaio nos experimentos colaborativos, devem ser também levadas em consideração.
- 16.11 Tipicamente, as contribuições da incerteza para resultados analíticos podem incidir em quatro grupos principais:
- i) Contribuições da variabilidade aleatória de curta duração, tipicamente estimada a partir de experimentos de repetitividade.
 - ii) Contribuições, tais como: efeitos do operador, incerteza de calibração, erros de escala graduada, efeitos do equipamento e do laboratório, estimativas a partir dos experimentos de reprodutibilidade entre laboratórios, intercomparações internas, resultados de ensaios de proficiência ou por julgamento profissional.
 - iii) Contribuições fora do escopo dos ensaios interlaboratoriais, tais como incerteza dos materiais de referência.
 - iv) Outras fontes de incerteza, tais como: variabilidade da amostragem (falta de homogeneidade), efeitos de matriz e incerteza sobre hipóteses subjacentes (tais como hipóteses sobre integridade da derivatização).
- 16.12 As contribuições de incerteza para cada fonte devem ser todas expressas da mesma forma, idealmente como desvios padrão ou desvios padrão relativos. Em alguns casos, será necessário efetuar conversões. Por exemplo, os limites dos materiais de referência são frequentemente presumidos como tendo limites absolutos. Uma distribuição retangular de largura W tem um desvio padrão $W/(2\sqrt{3})$. Intervalos de confiança podem ser convertidos em desvios padrão, dividindo-se pelo valor “t” de Student apropriado para grandes amostras estatísticas (1,96 para limites de confiança de 95%).

temperatura nos equipamentos volumétricos, reflexão e dispersão da luz em instrumentos espectroscópicos, variações de voltagem na rede elétrica, a interpretação dada por cada analista aos métodos especificados e recuperações de extrações incompletas, todas elas influenciam potencialmente o resultado. No que for razoavelmente possível, tais erros precisam ser minimizados por controles externos ou explicitamente corrigidos, por exemplo: pela aplicação de um fator de correção adequado. O desvio exato de um único resultado de medição do valor verdadeiro (desconhecido) é, contudo, impossível de ser obtido. Isto ocorre porque os diferentes fatores variam de experimento a experimento, e porque o efeito de cada fator sobre o resultado nunca é exatamente conhecido. A possível faixa de desvios precisa ser, portanto, estimada.

- 16.5 A principal tarefa na atribuição de um valor para a incerteza de uma medição é a identificação das fontes relevantes de incerteza e a atribuição de um valor a cada contribuição significativa. As contribuições distintas precisam ser então combinadas (conforme mostrado na seção 16.13), afim de fornecer um valor global. É necessário manter registros das fontes individuais de incerteza identificadas, do valor de cada contribuição e a origem do valor (por exemplo: medições repetidas, referências de literatura, dados de MRCs, etc.).
- 16.6 Na identificação das principais fontes de incerteza, a seqüência completa de eventos necessários para atingir a finalidade da análise deve ser considerada. Tipicamente, essa seqüência inclui amostragem e subamostragem, preparação de amostra, extração, depuração, concentração ou diluição, calibração de instrumento (incluindo preparação do material de referência), análise instrumental, processamento de dados brutos e transcrição do resultado produzido.
- 16.7 Cada um dos estágios terá fontes de incerteza associadas. As incertezas de componentes podem ser avaliadas individualmente ou em grupos apropriados. Por exemplo, a repetitividade de uma medição pode servir como uma estimativa de contribuição total da capacidade de variabilidade aleatória, devido a um número de etapas num processo de medição. Da mesma forma, uma estimativa da tendência global e sua incerteza podem ser derivadas de estudos de materiais de referência certificados com matrizes combinadas e estudos de fortificação.
- 16.8 O tamanho das contribuições de incerteza pode ser estimado de diversas maneiras. O valor de um componente de incerteza, associado a variações aleatórias em fatores de influência, pode ser estimado pela medida da dispersão dos resultados de um número adequado de determinações sob uma faixa de condições representativas. (Em tais investigações, o número de medições não deve ser normalmente inferior a dez). Os componentes de incerteza originados do conhecimento imperfeito, por exemplo, de uma tendência ou tendência em potencial, podem ser estimados com base em um modelo matemático, julgamento profissional fundamentado, comparações interlaboratoriais internacionais, experimentos sobre sistemas modelo, etc. Estes diferentes

dos analitos em matrizes complexas. As opções aqui são definir o mensurando pelo método e estabelecer a rastreabilidade, conforme referências mencionadas, incluindo um método de referência/material de referência. Tais medidas possuem um ‘menor nível’ de rastreabilidade, mas também possuem uma menor Incerteza de Medição, relativa às referências estabelecidas. Alternativamente, a tendência pode ser estimada e corrigida para a incerteza, devido à tendência poder ser também estimada e incluída na avaliação da incerteza global. Isto irá permitir que a rastreabilidade ao SI seja reivindicada.

16 INCERTEZA DE MEDIÇÃO

- 16.1 Incerteza de medição é formalmente definida em 3.11. As boas práticas na avaliação da incerteza de medição são descritas num Guia ISO (Ref B7), e uma interpretação para medição química, incluindo um número de exemplos trabalhados, é fornecida num Guia CITAC/EURACHEN (Ref A2). A incerteza de medição caracteriza a faixa de valores dentro da qual o valor real deve se situar, com um nível de confiança especificado. Cada medida possui uma incerteza a ela associada, resultante de erros originados dos vários estágios de amostragem e análise, e do conhecimento imperfeito de fatores afetando o resultado. Para que as medidas sejam de valor prático, é necessário ter algum conhecimento de sua confiabilidade ou incerteza. Uma declaração da incerteza associada a um resultado transmite ao cliente a ‘qualidade’ do resultado.
- 16.2 A ISO/IEC 17 025:1999 requer que os laboratórios avaliem sua incerteza de medição. Existe também um requisito para divulgar a incerteza de medição em circunstâncias específicas, por exemplo, quando ela for relevante para interpretação do resultado do ensaio (o que é muitas vezes o caso). Assim, a declaração da incerteza de medição em relatórios de ensaios deve se tornar prática comum no futuro (Ref B18).
- 16.3 Uma declaração de incerteza é uma estimativa quantitativa dos limites, dentro dos quais o valor de um mensurando (tal como uma concentração de analito) é previsto se situar. A incerteza pode ser expressa como um desvio-padrão ou um múltiplo calculado do desvio-padrão. Na obtenção ou estimativa da incerteza relativa a um método e analito específico, é essencial assegurar que a estimativa considere explicitamente todas as fontes possíveis de incerteza, e avalie componentes significativos. A repetitividade ou reprodutibilidade, por exemplo, não são normalmente estimativas completas da incerteza, visto que nenhuma delas leva inteiramente em conta quaisquer incertezas associadas a efeitos sistemáticos inerentes a um método.
- 16.4 Uma ampla variedade de fatores torna qualquer resultado de medição analítica possível de se desviar do valor verdadeiro. Por exemplo, os efeitos da

materiais de referência de substâncias puras. As questões importantes aqui são identidade e pureza, a primeira sendo mais problemática em química orgânica, onde níveis muito maiores de detalhamento estrutural são frequentemente requeridos e confusões entre componentes similares podem facilmente ocorrer. A incerteza de uma medição irá, em parte, depender da incerteza da pureza do padrão químico utilizado. Contudo, somente no caso de alguns materiais orgânicos, onde problemas de pureza e estabilidade podem ser acentuados, ou onde uma análise de alta precisão dos componentes principais for requerida, é que a pureza irá constituir um grande problema.

15.4 Para muitas análises, onde extração, digestão, derivatização e saponificação são normalmente requeridas, o principal problema pode ser adquirir um bom conhecimento da quantidade de analito na amostra original, relativamente ao resultado obtido ao final do processo de medição. Esta propensão (algumas vezes chamada de “recuperação”) pode ser devido a perdas no processamento, contaminação ou interferentes. Alguns destes efeitos são manifestados dentro das incertezas de reprodutibilidade, mas outros são efeitos sistemáticos e necessitam de uma consideração separada. As estratégias disponíveis para determinar as tendências do método incluem:

- ▶ Uso de métodos primários ou de referência, de tendência conhecida e pequena;
- ▶ Comparações com matrizes combinadas de MRCs;
- ▶ Medição de brancos e amostras gravimetricamente fortificadas;
- ▶ Estudo de perdas, contaminações, interferentes e efeitos de matrizes.

O estabelecimento da rastreabilidade desta parte do processo de medição requer a correlação da tendência da medição com referências apropriadas, tais como os valores contidos em materiais de referência de matrizes combinadas. Deve ser observado que a medição da recuperação de amostras fortificadas não simula necessariamente a extração do analito nativo das amostras. Na prática, isto não constitui normalmente um problema quando as amostras forem líquidas e/ou totalmente digeridas. Contudo, podem ocorrer problemas com a extração de sólidos. Por exemplo, um analito fortificado pode estar livremente disponível na superfície das partículas da amostra, enquanto que o analito nativo pode estar fortemente adsorvido dentro das partículas e, portanto, mais difícil de ser extraído.

15.5 A maioria das medições químicas pode, em princípio, se fazer rastreável para o mol. Quando, contudo, o analito for definido em termos funcionais, tal como gordura ou proteína baseada numa determinação de nitrogênio, então a especificação da medição em termos de mols não é viável. Nesses casos, a quantidade sendo medida é definida pelo método. Nestes casos, a rastreabilidade é para padrões de quantidades de componentes usados para calcular o resultado, por exemplo, massa e volume, e os valores produzidos por um método padronizado e/ou os valores determinados por um material de referência. Tais métodos são denominados métodos empíricos. Em outros casos, a limitação em alcançar a rastreabilidade segundo o SI, deriva da dificuldade em avaliar a tendência e sua incerteza, tal como a recuperação

obedecer aos regulamentos nacionais sobre saúde e segurança, ou meio ambiente.

- 14.4 Quando a qualidade de um reagente for crítica para um ensaio, a qualidade de um novo lote deve ser verificada em comparação com o lote anteriormente em uso (de saída), antes de seu emprego, desde que o lote de saída seja reconhecido como sendo ainda utilizável.

15 RASTREABILIDADE

- 15.1 A definição formal de rastreabilidade é apresentada em 3.10 e uma declaração de política da CITAC foi preparada (Ref A6). Um guia sobre a rastreabilidade de medições químicas está sendo desenvolvido (Ref A7). A rastreabilidade diz respeito ao requisito de relacionar os resultados das medições aos valores de padrões ou referências rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades, o SI. Isto é alcançado com o emprego de padrões primários (ou outros padrões de alto nível), que são utilizados para estabelecer padrões secundários que, por sua vez, podem ser usados como padrões em calibrações de trabalho e sistemas de medição relacionados. A rastreabilidade é estabelecida em um nível declarado de incerteza de medição, onde cada etapa na cadeia da rastreabilidade acrescenta mais incerteza. A rastreabilidade é importante porque ela assegura que medições feitas em laboratórios diferentes, ou em diferentes ocasiões, sejam comparáveis. Conforme acima indicado, é uma questão de escolha vincular a rastreabilidade a referências locais ou a referências internacionais.
- 15.2 Medições químicas são feitas, invariavelmente, pelo cálculo do valor a partir de uma equação de medição que envolve os valores medidos de outras quantidades, tais como: massa, volume, concentração de padrões químicos etc. Para que a medição em questão seja rastreável, todas as medições associadas aos valores usados na equação de medição, usada para calcular o resultado, precisam ser também rastreáveis. Outras quantidades não presentes na equação de medição, tais como pH, temperatura etc, podem também afetar significativamente o resultado. Quando for este o caso, a rastreabilidade de medições usadas para controle dessas quantidades também precisa ser rastreável a padrões de medição apropriados.
- 15.3 O estabelecimento da rastreabilidade de quantidades físicas, tais como massa, volume etc., é prontamente alcançado pelo uso de padrões de transferência, no nível de incerteza necessário para medições químicas. As áreas problemáticas para químicos são normalmente as validações de métodos (químicos) e as calibrações. A validação estabelece que o método mede, de fato, o que ele foi destinado a medir (p. ex. metil-mercúrio em peixes). A validação estabelece que a equação de medição usada para calcular os resultados é válida. A calibração é normalmente baseada no uso de soluções gravimetricamente preparadas de

espectrais de padrões de medida etc.). Essas verificações devem ser satisfatoriamente concluídas, antes do equipamento ser usado.

13.4 *Padrões de medida física*

13.4.1 Onde quer que os parâmetros físicos sejam decisivos para o correto desempenho de um ensaio em particular, o laboratório deve possuir, ou ter acesso, ao padrão de medida relevante, como um meio de calibração.

13.4.2 Em alguns casos, um ensaio e seu desempenho são na verdade definidos em termos de uma peça específica do equipamento, e verificações serão necessárias para confirmar que o equipamento está de acordo com a especificação relevante. Por exemplo, valores do ponto de fulgor para uma amostra inflamável específica são dependentes das dimensões e geometria dos aparelhos utilizados no ensaio.

13.4.3 Materiais padrões de medição e quaisquer certificados anexos devem ser armazenados e utilizados de maneira consistente para a preservação do estado de calibração. Deve ser dada consideração particular a qualquer recomendação de armazenagem mencionada na documentação fornecida com o padrão de medida.

13.5 ***Computadores e processadores de dados.*** Os requisitos para computadores são apresentados na seção 20.

14 REAGENTES

14.1 A qualidade dos reagentes e de outros materiais consumíveis deve ser apropriada ao uso pretendido. Devem ser feitas considerações a respeito da seleção, compra, recebimento e armazenamento de reagentes.

14.2 A qualidade de qualquer reagente crítico utilizado (incluindo água) deve ser mencionada no método, juntamente com o guia sobre quaisquer precauções específicas a serem observadas na sua preparação, armazenamento e uso. Essas precauções incluem toxicidade, inflamabilidade, estabilidade térmica ao ar e a luz; reatividade com outros produtos químicos; reatividade com recipientes específicos; e outros riscos. Reagentes e materiais de referência preparados no laboratório devem ser rotulados para identificar a substância, concentração, solvente (quando diferente da água), quaisquer precauções ou riscos especiais, restrições de uso, e data de preparação e/ou validade. A pessoa responsável pela preparação deve ser identificável a partir do rótulo ou dos registros.

14.3 O correto descarte de reagentes não afeta diretamente a qualidade da análise da amostra, contudo ele faz parte das boas práticas de laboratório e deve

necessárias onde a regulação puder afetar significativamente o ensaio ou o resultado analítico (p. ex. a temperatura de um forno de mufla, ou banho com temperatura constante). Tais verificações precisam ser documentadas.

13.3 *Equipamento volumétrico e instrumentos de medição*

- 13.3.1 O uso correto destes equipamentos é crítico para as medições analíticas e, assim, ele deve ser corretamente utilizado, conservado e calibrado, levando-se em conta os aspectos ambientais (seção 12). O desempenho de algumas vidrarias volumétricas (e afins) é dependente de fatores específicos, que podem ser afetados pelos métodos de limpeza, etc. Além de requererem procedimentos estritos para manutenção, tais aparelhos podem, conseqüentemente, necessitar mais regularmente de calibração, dependendo do uso. Por exemplo, o desempenho de picnômetros, viscosímetros com tubo em “U”, pipetas e buretas, são dependentes da “molhabilidade” e das características da tensão superficial. Procedimentos de limpeza devem ser escolhidos de modo a não comprometer essas propriedades.
- 13.3.2 Atenção deve ser dada à possibilidade de contaminação originada pela estrutura do equipamento em si, que pode não ser inerte, ou pela contaminação cruzada originada do uso anterior. No caso de vidrarias volumétricas, procedimentos de limpeza, armazenagem e segregação de equipamentos volumétricos podem ser críticos, particularmente para análises residuais, onde a dissolução e a adsorção podem ser significativas.
- 13.3.3 O uso correto combinado com manutenção, limpeza e calibração periódicas não irá necessariamente garantir que um instrumento funcione adequadamente. Quando apropriado, devem ser realizadas verificações periódicas de desempenho (p. ex. verificação da resposta, estabilidade e linearidade das fontes, sensores e detectores, a eficiência da separação em sistemas cromatográficos, a resolução, alinhamento e precisão do comprimento de onda de espectrômetros, etc.), ver Apêndice B.
- 13.3.4 A frequência de tais verificações de desempenho pode ser especificada em manuais ou procedimentos operacionais. Caso contrário, ela deverá ser determinada pela experiência e baseada na necessidade, tipo e desempenho anterior do equipamento. Os intervalos entre as verificações devem ser mais curtos do que o tempo que o equipamento leva, na prática, para ultrapassar os limites aceitáveis.
- 13.3.5 Muitas vezes é possível criar verificações de desempenho — verificações de adequação do sistema — dentro dos métodos de ensaio (p. ex. baseado nos níveis de resposta esperados dos detectores ou sensores para materiais de referência, a resolução das misturas de componentes por sistemas de separação, as características

operação de equipamento específico, incluindo: temperatura, umidade, isenção de vibração, isenção de contaminação microbiológica em suspensão no ar ou em poeira, iluminação especial, proteção contra radiação, e serviços específicos. Condições ambientais críticas devem ser monitoradas e mantidas dentro de limites predeterminados.

- 12.6 Um desvio das condições ambientais críticas pode ser indicado por sistemas de monitoramento ou pelo controle de qualidade analítico em ensaios específicos. O impacto de tais falhas pode ser avaliado como parte integrante dos ensaios de robustez durante a validação do método e, quando apropriado, estabelecidos procedimentos de emergência.
- 12.7 Procedimentos de descontaminação podem ser apropriados quando o ambiente ou o equipamento estiver sujeito à mudanças de uso, ou quando ocorrer contaminação acidental.

13 EQUIPAMENTOS (VER TAMBÉM APÊNDICE B)

13.1 *Categorias de equipamentos*

13.1.1 Todo o equipamento usado nos laboratórios deve ser de uma especificação suficiente para a finalidade pretendida, e mantido num estado de manutenção e calibração consistente com seu uso. Equipamentos normalmente encontrados no laboratório químico podem ser classificados como:

- i) equipamento para serviços gerais, não usado para medições ou com mínima influência sobre medições (p. ex. chapas quentes, agitadores, vidraria não-volumétrica e vidraria usada para medição grosseira de volume, tais como provetas) e sistemas para aquecimento ou ventilação de laboratório;
- ii) equipamento volumétrico (p. ex. frascos, pipetas, picnômetros, buretas, etc.) e instrumentos de medição (p. ex. hidrômetros, viscosímetros de tubo em “U”, termômetros, cronômetros, espectrômetros, cromatógrafos, medidores eletroquímicos, balanças, etc.);
- iii) padrões de medida física (pesos, termômetros de referência);
- iv) computadores e processadores de dados.

13.2 *Equipamento para serviços gerais*

13.2.1 Equipamento para serviços gerais será conservado, tipicamente, apenas por meio de limpeza e verificações de segurança, conforme necessário. Calibrações ou verificações de desempenho serão

de amostragem e de sua base estatística. Procedimentos de amostragem para inspeção por variáveis presumem que a característica sendo inspecionada é mensurável e segue a distribuição normal. Visto que a amostragem para inspeção por atributos é um método pelo qual a unidade de produto é classificada como conforme ou não-conforme, ou o número de não-conformidades na unidade de produto é contado com relação a um determinado conjunto de requisitos. Na inspeção por atributos, o risco associado com a aceitação/rejeição de não-conformidades é pré-determinado pelo *nível de qualidade aceitável (NQA)* ou a *qualidade limite (QL)*.

12 AMBIENTE

- 12.1 Amostras, reagentes, padrões de medida e materiais de referência devem ser armazenados para garantir sua integridade. Em particular, as amostras devem ser armazenadas de modo que a contaminação cruzada não seja possível. O laboratório deve resguardar as amostras contra a deterioração, contaminação e perda de identidade.
- 12.2 O ambiente do laboratório deve ser suficientemente desobstruído (não abarrotado), limpo e arrumado, de modo a assegurar que a qualidade do trabalho desenvolvido não seja comprometida.
- 12.3 Pode ser necessário restringir o acesso em áreas específicas de um laboratório, devido à natureza do trabalho nelas realizado. As restrições podem ser feitas por motivos de proteção, segurança, ou sensibilidade à contaminação ou interferências. Exemplos típicos pode ser o trabalho envolvendo explosivos, materiais radioativos, carcinogênicos, análise forense, técnicas PCR (Reação de Cadeia de Polimerase) e análise residual. Quando tais restrições estiverem em vigor, o pessoal deve estar ciente:
- i) do uso pretendido de uma área em particular;
 - ii) das restrições impostas ao trabalho dentro dessas áreas;
 - iii) dos motivos para a imposição de tais restrições;
 - iv) dos procedimentos a serem seguidos quando tais restrições forem violadas.
- 12.4 Na seleção de áreas que serão designadas para novos trabalhos, o uso anterior da área deve ser levado em consideração. Antes do uso, devem ser feitas verificações para garantir que a área esteja livre de contaminação.
- 12.5 O laboratório deve proporcionar condições ambientais apropriadas e os controles necessários para a realização de ensaios específicos, ou para a

- 11.14 O fechamento da embalagem deve ser adequado, de forma a garantir que não haja vazamento da amostra, e que a própria amostra não seja contaminada. Em algumas circunstâncias, por exemplo, quando amostras tiverem sido coletadas para fins legais, a amostra deve ser lacrada de forma que o acesso a ela somente seja possível pela ruptura do lacre. A confirmação do estado satisfatório dos lacres irá então, normalmente, fazer parte do relatório analítico.
- 11.15 O rótulo da amostra é um importante aspecto da documentação e deve identificá-la, sem ambigüidade, a planos ou notas relacionadas. A rotulagem é particularmente importante, mais adiante no processo analítico, quando a amostra possa ter sido dividida, subamostrada, ou modificada de alguma forma. Em tais circunstâncias, informações adicionais podem ser apropriadas, tais como referências à amostra principal, e a quaisquer processos usados para extrair ou subamostrar a amostra. A rotulagem deve ser firmemente afixada na embalagem da amostra e, quando apropriado, ser resistente ao desbotamento, autoclavação, derramamento de reagentes ou da própria amostra, e a variações razoáveis de temperatura e umidade.
- 11.16 Algumas amostras, por exemplo, aquelas envolvidas em litígio, podem ter requisitos especiais para rotulagem e documentação. Pode ser necessário que os rótulos identifiquem todos aqueles indivíduos que estiveram envolvidos com a amostra, incluindo a pessoa que coletou a amostra e os analistas envolvidos nos ensaios. Isto pode ser suportado por recibos, para atestar que um signatário (conforme identificado no rótulo) entregou a amostra para o próximo signatário, comprovando assim que a continuidade da amostra foi mantida. Isto é normalmente conhecido como “cadeia de custódia”.
- 11.17 As amostras devem ser guardadas a uma temperatura apropriada e de tal modo que não haja riscos ao pessoal do laboratório, e a integridade das amostras seja preservada. As áreas de armazenagem devem ser mantidas limpas e organizadas, a fim de que não haja risco de contaminação ou de contaminação cruzada, ou de danos à embalagem ou a quaisquer lacres pertinentes. Condições ambientais extremas (p.ex. temperatura, umidade), que possam alterar a composição da amostra devem ser evitadas, já que isto pode levar à perda de analito por degradação ou adsorção, ou a um aumento na concentração do analito (micotoxinas). Se necessário, deve ser empregado monitoramento ambiental. Um nível de segurança apropriado deve ser exercido a fim de restringir o acesso não autorizado às amostras.
- 11.18 Todo o pessoal envolvido na administração do sistema de manuseio da amostra deve ser corretamente treinado. O laboratório deve ter uma política documentada para a retenção e descarte de amostras. O procedimento de descarte deve levar em conta as orientações acima citadas.
- 11.19 Para avaliar integralmente um resultado analítico para avaliação de conformidade, ou para outros fins, é importante ter conhecimento do plano

- 11.12.3 As propriedades do(s) analito(s) de interesse devem ser levadas em conta. Volatilidade, sensibilidade à luz, instabilidade térmica e reatividade química podem ser considerações importantes no planejamento da estratégia de amostragem e escolha do equipamento, embalagem e condições de armazenamento. Equipamentos utilizados para amostragem, subamostragem, manuseio de amostra, preparação e/ou extração de amostra devem ser selecionados de modo a evitar alterações indesejadas na natureza da amostra, que possam influenciar os resultados finais. A significância de erros gravimétricos ou volumétricos que possam ocorrer durante a amostragem deve ser considerada, e todos os equipamentos críticos devem estar calibrados. Pode ser apropriada a adição de produtos químicos à amostra, tais como ácidos ou antioxidantes, para estabilizá-la. Isto é de particular importância na análise residual, onde existe o risco da adsorção do analito na superfície do recipiente de armazenagem.
- 11.12.4 Pode ser necessário considerar o uso e o valor do restante do material original, após uma amostra ter sido retirada para análise. Uma amostragem feita com pouco cuidado, especialmente se destrutiva, pode tornar toda a partida/carregamento do material inoperante ou sem valor.
- 11.12.5 Qualquer que seja a estratégia usada para a amostragem, é de vital importância que o amostrador mantenha um registro claro dos procedimentos seguidos, a fim de que o processo de amostragem possa ser exatamente repetido.
- 11.12.6 Quando mais de uma amostra for retirada do material original pode ser útil incluir um diagrama como parte integrante da documentação, para indicar o padrão da amostragem. Isto deverá tornar mais fácil a repetição da amostragem numa data futura, podendo também auxiliar na obtenção de conclusões a partir dos resultados do ensaio. Uma aplicação típica, onde um esquema deste será útil, é na amostragem de solos sobre uma ampla área para monitorar sedimentos das emissões de chaminés.
- 11.12.7 Quando o laboratório não tiver sido responsável pela fase de amostragem, ele deve declarar no relatório que as amostras foram analisadas como recebidas. Se o laboratório tiver conduzido ou dirigido a fase de amostragem, ele deve informar sobre os procedimentos utilizados e comentar acerca de quaisquer limitações decorrentes impostas aos resultados.
- 11.13 A embalagem da amostra e os instrumentos usados para manipulação da amostra devem ser selecionados de forma que todas as superfícies em contato com a amostra sejam essencialmente inertes. Atenção particular deve ser dedicada à possível contaminação das amostras por metais ou plastificantes lixiviados (migrados) do recipiente, ou de sua tampa, para a amostra. A embalagem deve também garantir que a amostra possa ser manipulada sem ocasionar um risco químico, microbiológico, ou outro qualquer.

centrífugo. A etapa de redução do tamanho das partículas pode ser executada manualmente (almofariz/gral e pistilo) ou mecanicamente usando-se moinhos ou trituradores. Cuidados devem ser tomados para evitar a contaminação cruzada de amostras, assegurando-se de que o equipamento não contamine a amostra (p. ex. metais) e que a composição da amostra não seja alterada (p. ex. perda de umidade) durante a moagem ou trituração. Muitos métodos padronizados de análise contêm uma seção que detalha a preparação da amostra de laboratório, antes da retirada da porção de ensaio para análise. Em outros casos, a legislação lida com este aspecto como uma questão genérica.

11.11 As operações analíticas começam com a medição de uma **porção de ensaio** a partir da amostra de laboratório ou da amostra de ensaio, e prosseguem por meio de várias operações até a medição final.

11.12 Existem regras importantes a serem seguidas ao se planejar, adaptar, ou seguir uma estratégia de amostragem:

11.12.1 O problema que necessita de tomada de amostras e da análise subsequente deve ser compreendido, e o procedimento de amostragem elaborado de acordo. A estratégia de amostragem usada irá depender da natureza do problema, p. ex.:

- a) determinar a concentração média de analito no material;
- b) conhecer o perfil da distribuição do analito no material;
- c) o material é suspeito de contaminação por um analito particular;
- d) o contaminante está distribuído de modo heterogêneo (ocorre em pontos distintos) no material;
- e) podem existir outros fatores não-analíticos a serem considerados, incluindo a natureza da área sob exame.

11.12.2 Deve se tomar cuidado ao se presumir que o material seja homogêneo, mesmo quando ele parece ser. Quando o material se encontra claramente em duas ou mais fases físicas, a distribuição do analito pode variar dentro de cada fase. Neste caso, pode ser apropriado separar as fases e tratá-las como amostras distintas. Da mesma maneira, pode ser apropriado combinar e homogeneizar as fases para formar uma amostra única. Em sólidos, pode haver uma variação considerável na concentração do analito se a distribuição do tamanho de partícula do material principal variar significativamente e, durante um período de tempo, o material puder acomodar-se. Antes da amostragem pode ser apropriado, se praticável, homogeneizar o material para assegurar uma distribuição do tamanho da partícula representativa. Similarmente, a concentração do analito pode variar dentro de um sólido onde diferentes partes do material estiveram sujeitas a diferentes esforços (*stresses*). Por exemplo, considerar a medição do monômero de cloreto de vinila (VCM) na estrutura de um frasco de PVC. A concentração do VCM varia significativamente dependendo de se ela é medida no gargalo do frasco, nas curvaturas (ombro), nos lados ou na base.

se heterogênea, pode ser mais adiante preparada para produzir a **amostra de ensaio**. A **amostra de laboratório**, ou a **amostra de ensaio**, é considerada como sendo o final do procedimento de amostragem. É possível que as operações dentro desse procedimento estejam sujeitas a incertezas de amostragem.

- 11.8 Para o propósito da orientação dada abaixo foram usadas as seguintes definições, conforme propostas pela IUPAC:

Amostra: Uma parcela do material selecionada para representar um corpo maior do material.

Manuseio de amostra: Se refere à manipulação a que as amostras são expostas durante o processo de amostragem, desde sua seleção a partir do material original até o descarte de todas as amostras e porções de ensaio.

Subamostra: Se refere a uma parcela da amostra obtida por seleção ou divisão; uma unidade individual do lote aceita como parte da amostra ou; a unidade final da amostragem multifásica.

Amostra de laboratório: Material primário entregue ao laboratório.

Amostra de ensaio: A amostra preparada a partir da amostra de laboratório.

Preparação da amostra: Isto descreve os procedimentos seguidos para selecionar a porção de ensaio a partir da amostra (ou subamostra) e inclui: processamento no laboratório; mistura (homogeneização); redução; *coning & quartering*¹; *riffling*²; moagem e trituração.

Porção de ensaio: Se refere ao material efetivo, pesado ou medido para a análise.

- 11.9 Uma vez recebida no laboratório, a(s) **amostra(s) de laboratório** pode(m) necessitar de posterior tratamento, tal como subdivisão e/ou moagem e trituração, antes da análise.

- 11.10 A menos que especificado de outra forma, a porção de ensaio colhida para análise deve ser representativa da amostra de laboratório. Para garantir que a porção de ensaio seja homogênea, pode ser necessário reduzir o tamanho das partículas por trituração ou moagem. Se a amostra de laboratório for grande, pode ser necessário subdividi-la antes da trituração ou moagem. Cuidados devem ser tomados para garantir que uma segregação não ocorra durante a subdivisão. Em alguns casos será necessário moer ou triturar grosseiramente a amostra antes da subdivisão em amostras de ensaio. A amostra pode ser subdividida por uma variedade de mecanismos, incluindo *coning & quartering*, *riffling*, ou por meio de um divisor rotativo de amostra ou de um divisor

¹Processo utilizado para homogeneização e redução do tamanho (quantidade) da amostra, pela formação de um monte cônico que é então espalhado em forma de bolo circular liso. O bolo é dividido em quartos (quarteamento), e dois quartos opostos são então misturados. Os outros dois quartos são descartados. O processo é repetido até se obter uma quantidade adequada para uso (p.ex., como amostra de laboratório ou amostra de ensaio).

²Separação da amostra, geralmente em partes iguais, por meio de um dispositivo mecânico composto de desviadores em forma de calha.

- 11.3 A amostragem sempre contribui para a incerteza de medição. Conforme a metodologia analítica é aprimorada e os métodos permitam ou requeiram o uso de porções menores de amostra para o ensaio, as incertezas associadas à amostragem se tornam cada vez mais importantes e podem elevar a incerteza total do processo de medição. A incerteza de medição associada à sub-amostragem, etc, deve ser sempre incluída na incerteza de medição do resultado do ensaio, mas a incerteza de medição associada ao processo básico de amostragem é normalmente tratada em separado.
- 11.4 Em muitas áreas de ensaios químicos os problemas associados à amostragem têm sido abordados e métodos têm sido validados e publicados. Os analistas também devem se referir às normas nacionais ou setoriais, conforme apropriado. Quando métodos específicos não estiverem disponíveis, o analista deve depender da experiência ou adaptar métodos a partir de aplicações similares. Quando em dúvida, o material de interesse e quaisquer amostras dele obtidas devem sempre ser tratados como heterogêneos.
- 11.5 A seleção de uma amostra ou amostras apropriadas, a partir de uma grande quantidade de material, é um estágio muito importante na análise química. Raramente ele é direto. Idealmente, se os resultados finais produzidos tiverem que ser de algum valor prático, os estágios da amostragem devem ser realizados por um amostrador capacitado com conhecimento do contexto global da análise, ou sob a direção deste. Possivelmente, tal pessoa poderá ser um analista experiente, ou alguém especificamente treinado em amostragem. Quando não for prático utilizar tal pessoa capacitada na obtenção das amostras, o laboratório é encorajado a interagir com o cliente para fornecer assessoria e possivelmente assistência prática, a fim de assegurar que a amostragem seja a mais apropriada possível. Uma “armadilha” muito comum é subestimar a importância do procedimento de amostragem delegando-o a um empregado inexperiente e sem treinamento.
- 11.6 A terminologia usada em amostragem é complicada e pode ser desconcertante. Também, os termos usados podem não ser consistentes entre uma aplicação e outra. Ao documentar um procedimento de amostragem é importante assegurar que todos os termos utilizados sejam claramente definidos, a fim de que o procedimento fique claro para outros usuários. Da mesma forma, é importante assegurar, ao se comparar dois procedimentos distintos, que a terminologia usada seja consistente. Por exemplo, deve se tomar cuidado no uso da palavra “*bulk*” (granel), visto que esta pode se referir à combinação de amostras individuais, ou a uma massa indiferenciada.
- 11.7 Um dos melhores tratamentos da terminologia de amostragem é apresentado nas recomendações publicadas pela IUPAC (Ref. E7), que descreve os termos usados na amostragem de mercadorias embaladas ou de mercadorias a granel. Neste exemplo, o procedimento de amostragem reduz a *partida* original, através de *lotes* ou *bateladas*, *incrementos*, *amostras primárias* ou *brutas*, *amostras compostas* ou *agregadas*, *subamostras* ou *amostras secundárias*, para uma *amostra de laboratório*. A *amostra de laboratório*,

competência para realizar ensaios específicos foi avaliada. Em alguns casos, pode ser pertinente declarar quaisquer limitações específicas acerca da evidência sobre a competência. Os registros devem incluir, tipicamente:

- i) qualificações acadêmicas;
- ii) cursos internos e externos freqüentados;
- iii) instrução prática relevante (e reciclagem, conforme necessário).

Possivelmente, também:

- iv) participação em esquemas de ensaios de proficiência e/ou de GQ, com os dados associados;
- v) artigos técnicos publicados e apresentações em conferências.

10.5 Em alguns casos, pode ser mais apropriado registrar a competência em termos de técnicas específicas, ao invés de métodos.

10.6 O acesso a esses registros de treinamento será necessário no andamento do trabalho diário. O acesso a outros registros de pessoal, normalmente guardados de modo centralizado pelo laboratório e listando detalhes pessoais, pode ser restrito por legislação nacional sobre a proteção de dados.

11 AMOSTRAGEM, MANUSEIO E PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

11.1 Ensaios analíticos podem ser requeridos por uma variedade de motivos, incluindo o estabelecimento do teor médio do analito em um material, estabelecimento do perfil de concentração do analito em um material, ou determinação da contaminação local em um material. Em alguns casos, por exemplo, na análise forense, pode ser apropriado examinar todo o material. Em outros, é apropriado coletar uma determinada quantidade de amostra. Claramente a maneira com que as amostras são obtidas irá depender do objetivo da análise.

11.2 A importância da fase de amostragem não pode deixar de ser exaustivamente enfatizada. Se a porção ensaiada (amostra) não for representativa do material original, não será possível relacionar o resultado analítico medido àquele no material original, não importando a qualidade do método analítico, nem o cuidado na condução da análise. Planos de amostragem podem ser aleatórios, sistemáticos ou seqüenciais, e podem ser empregados para obtenção de informações quantitativas ou qualitativas, ou para determinar a conformidade ou não-conformidade com uma especificação.

- 9.7 É possível habilitar uma análise fora-de-rotina, e a maior parte das entidades habilitadoras terá uma política para avaliar tais métodos e descrevê-los no programa ou escopo de Habilitação do laboratório. O ônus caberá ao laboratório de demonstrar aos avaliadores que ao usar estas técnicas ele está satisfazendo todos os critérios da norma de qualidade relevante. Particularmente, a experiência, a capacitação e o treinamento do pessoal envolvido, serão importantes fatores na determinação se tais análises podem ou não ser habilitadas.

10 PESSOAL

- 10.1 A gerência do laboratório deve definir, normalmente, os níveis mínimos de qualificação e experiência necessários aos principais cargos dentro do laboratório. As análises químicas devem ser realizadas por um analista qualificado, experiente e competente, ou sob a supervisão deste. Outra equipe de funcionários sênior do laboratório possuirá normalmente competências similares. Menores qualificações formais podem ser aceitáveis quando o pessoal possuir relevante e extensa experiência e/ou o escopo das atividades for limitado. A equipe qualificada em nível de graduação deverá ter, normalmente, pelo menos dois anos de experiência em trabalho pertinente antes de ser considerada composta por analistas experientes. O pessoal em treinamento, ou sem nenhuma qualificação relevante, pode realizar análises, desde que tenham comprovadamente recebido um nível adequado de treinamento e sejam adequadamente supervisionados.
- 10.2 Em determinadas circunstâncias, os requisitos mínimos de qualificações e experiência para o pessoal que realiza tipos particulares de análises podem ser especificados em regulamentos.
- 10.3 O laboratório deve assegurar que todo o pessoal receba treinamento adequado para o desempenho competente dos ensaios e operação dos equipamentos. Quando apropriado, isto deverá incluir treinamento nos princípios e teorias por trás de técnicas particulares. Quando possível, medidas objetivas devem ser tomadas para avaliar o alcance da competência durante o treinamento. Somente analistas que possam demonstrar a competência necessária, ou que sejam adequadamente supervisionados, podem realizar ensaios nas amostras. A competência continuada deve ser monitorada, por exemplo, usando-se técnicas de controle de qualidade. A necessidade de reciclar periodicamente o pessoal precisa ser considerada, quando um método ou técnica não estiver em uso regular. Muito embora a administração do laboratório seja responsável por assegurar o fornecimento de treinamento adequado, deve ser enfatizado que a manutenção de um forte elemento de auto-instrução é desejável, particularmente entre os analistas mais experientes.
- 10.4 O laboratório deve manter um registro atualizado do treinamento que cada membro do pessoal tenha recebido. A finalidade desses registros é fornecer evidências de que cada membro da equipe foi adequadamente treinado, e sua

subseqüentemente analisadas usando-se esse método. Assim, quando um único método puder ser usado para um grande quantidade de amostras, os custos analíticos unitários serão comparativamente baixos. Quando um método tiver que ser especialmente desenvolvido apenas para poucas amostras, os custos analíticos unitários podem ser muito altos. Para tal análise fora-de-rotina, alguns custos podem ser reduzidos pelo uso de métodos genéricos, isto é, métodos que são amplamente aplicáveis. Em alguns casos, a subcontratação de serviços de um laboratório especializado em um tipo particular de trabalho poderia ser a melhor solução custo/benefício. Contudo, quando o trabalho for subcontratado, procedimentos de GQ apropriados devem ser empregados.

- 9.3 Em termos simples, uma medição pode ser convenientemente descrita em termos de uma etapa de isolamento e um estágio de medição. Raramente um analito pode ser medido sem primeiro separá-lo da matriz da amostra. Assim, a finalidade da etapa de isolamento é simplificar a matriz na qual o analito é finalmente medido. Freqüentemente o procedimento de isolamento pode variar muito pouco para uma ampla variedade de analitos numa faixa de matrizes de amostra. Um bom exemplo de um procedimento de isolamento genérico é a técnica de digestão para isolar traços de metais em alimentos.
- 9.4 Da mesma forma, uma vez que os analitos tenham sido isolados da matriz da amostra e estejam presentes em um meio comparativamente limpo, tal como um solvente, pode ser possível ter um único método genérico para cobrir a medição de uma ampla variedade de analitos. Por exemplo, cromatografia gasosa, ou espectrofotometria UV-Visível.
- 9.5 A documentação de tais métodos genéricos deve ser elaborada de forma que possa acomodar facilmente as pequenas mudanças relacionadas com a extração, depuração ou medição de diferentes analitos, por exemplo pelo uso de tabelas. Os parâmetros que podem ser variados são: tamanho da amostra, quantidade e tipo dos solventes de extração, condições de extração, colunas cromatográficas ou condições de separação, ou ajustes de comprimento de onda no espectrômetro.
- 9.6 O valor de tais métodos para análises fora-de-rotina é que, quando uma nova combinação de analito/matriz é encontrada, freqüentemente é possível incorporá-la a um método genérico existente, com validação adicional, cálculos de incerteza da medição e documentação apropriados. Assim, os custos adicionais incorridos são minimizados em comparação com o desenvolvimento integral de um novo método. O método deve definir as verificações que precisarão ser realizadas para os diferentes analitos ou tipos de amostras, a fim de verificar se a análise é válida. Informações suficientes precisarão ser registradas, a fim de que o trabalho possa ser repetido, precisamente da mesma maneira, numa data futura. Quando uma análise específica subseqüentemente se torna rotina, um método específico pode ser validado e documentado.

- ▶ Requisitos de rastreabilidade
- ▶ Incerteza de medição
- ▶ Requisitos do método, incluindo preparação da amostra
- ▶ Identificação/confirmação/caracterização
- ▶ Critérios de limites
- ▶ Requisitos de GQ/CQ
- ▶ Requisitos do plano de pesquisa/aprovação

7.3 O nível da documentação deve ser proporcional à escala e nível crítico da tarefa e inclui a produção de qualquer “análise de informações” e “pensamento criativo”.

8. ESTRATÉGIA ANALÍTICA

- 8.1 Todo trabalho analítico deve ser adequadamente planejado. Um plano destes pode ser, em sua forma mais básica, simplesmente uma entrada em um caderno de anotações. Planos mais detalhados deverão ser apropriados para tarefas maiores e mais complicadas. Para trabalho realizado segundo as BPLs, há um requisito específico de que o trabalho seja realizado segundo *planos de estudo* documentados.
- 8.2 Os planos, tipicamente, deverão indicar o ponto de partida e de término pretendido da tarefa específica em conjunto com a estratégia para alcançar as metas desejadas. Quando, durante a evolução do trabalho, for apropriado alterar a estratégia, o plano deve ser corrigido de acordo.

9. ANÁLISES NÃO ROTINEIRAS

- 9.1 Análises fora-de-rotina podem ser consideradas também como tarefas, mas que são realizadas ocasionalmente, onde metodologia confiável já se encontra estabelecida, ou como tarefas onde cada amostra requer uma abordagem diferente e a metodologia precisa ser estabelecida na ocasião. Orientações são dadas na Referência A1.
- 9.2 Os custos da medição química refletem os custos associados aos vários estágios de desenvolvimento do método, validação, instrumentação, consumíveis, manutenção contínua, participação de pessoal, calibração, controle de qualidade, etc. Muitos desses custos são independentes do número de amostras que serão

- ▶ Amostragem — ver Seção 22
- ▶ Preparação da amostra
- ▶ Análise preliminar *
- ▶ Identificação/confirmação da composição
- ▶ Análise quantitativa
- ▶ Coleta e análise de dados
- ▶ Interpretação de dados/solução de problemas
- ▶ Divulgação/recomendações

Os itens marcados com * são de maior significância no contexto da análise fora-de-rotina.

O processo é descrito sob forma de um fluxograma na Figura 1 da Seção 19.

- 6.2 Embora normas distintas enfatizem diferentes aspectos de GQ, e algumas das etapas acima não sejam especificamente cobertas, é importante que a GQ de cada estágio seja considerada, e abordada onde relevante.

7

ESPECIFICAÇÃO DO REQUISITO ANALÍTICO

- 7.1 O laboratório tem o dever de prestar um serviço analítico que seja apropriado para resolver os problemas de seus clientes.
- 7.2 A chave para uma boa análise é uma especificação clara e adequada dos requisitos. Isto precisará ser produzido em cooperação com o cliente, que pode necessitar de ajuda considerável para converter seus requisitos funcionais numa tarefa analítica técnica. O requisito analítico pode ser também desenvolvido durante os trabalhos de uma comissão, mas não deve sofrer desvios. Quaisquer mudanças são possíveis de serem orientadas pelo cliente, mas devem ter o acordo de ambos: cliente e laboratório. A especificação do pedido analítico deve abordar as seguintes questões:

- ▶ Contexto analítico
- ▶ Informações requeridas
- ▶ Relevância (Nível crítico)/risco aceitável
- ▶ Restrições de tempo
- ▶ Restrições de custos
- ▶ Amostragem

atividades envolvidas, mas, no caso da ISO/IEC 17 025, uma descrição detalhada do trabalho específico abrangido pela Habilitação é normalmente requerido.

- 5.2 A gestão da qualidade é auxiliada por uma clara declaração das atividades, que idealmente devem definir a amplitude do trabalho envolvido, mas sem restringir a operação do laboratório. Diferentes normas da qualidade possuem regras diferentes, mas, para a ISO/IEC 17 025, o escopo pode ser, tipicamente, definido em termos de:
- i) gama de produtos, materiais ou tipos de amostras ensaiadas ou analisadas;
 - ii) medições (ou tipos de medições) realizadas;
 - iii) especificação ou método/equipamento/técnica usados;
 - iv) concentração, faixa e incerteza de medição, conforme apropriado.
- 5.3 A definição do escopo em termos específicos é claramente mais facilmente aplicada a laboratórios realizando ensaios de rotina, segundo procedimentos estabelecidos. Quando ensaios fora-de-rotina são realizados, é desejável uma abordagem mais flexível ao escopo. O escopo deve, todavia, ser tão específico quanto viável e o sistema de GQ mantido pelo laboratório deve assegurar que a qualidade dos resultados está sob controle.
- 5.4 Um laboratório que deseje alterar seu escopo, adicionando ensaios complementares ou alterando a metodologia dos ensaios existentes, irá necessitar da aprovação da entidade habilitadora, que deverá ter uma política específica para tais situações. Tipicamente, é possível se conceder mudanças simples por meio do exame da documentação. Para mudanças mais complexas, particularmente onde novas técnicas estejam envolvidas, pode ser requerida uma avaliação adicional.

6 A TAREFA ANALÍTICA

- 6.1 A análise é uma investigação complexa em múltiplos estágios que podem ser sumarizados nas sub-tarefas relacionadas abaixo. Quando apropriado, a seção correspondente deste guia é também listada. Nem todas as etapas serão necessárias a cada vez que uma medição de rotina for realizada. Também, na realidade, a medição é muitas vezes um processo iterativo, que passa pela série linear de etapas mostradas abaixo:
- ▶ Especificação dos requisitos — ver Seção 7
 - ▶ Análise das informações *
 - ▶ Pensamento criativo *
 - ▶ Plano de estudo * — ver Seção 8

precisão aceitáveis. Essa auditoria de desempenho é efetivamente uma forma de ensaio de proficiência (ver a seção 21).

- 4.5 É de responsabilidade do laboratório garantir que todos os procedimentos usados sejam apropriados ao seu fim pretendido. O processo de avaliação examina este aspecto de “adequação ao uso”.
- 4.6 Cada entidade habilitadora possui procedimentos estabelecidos com os quais ela opera, avalia laboratórios e concede a Habilitação. Por exemplo, as entidades habilitadoras de laboratórios operam, segundo requisitos baseados na ISO/IEC Guia 58 (Ref C8). Similarmente, entidades oferecendo esquemas de certificação operam segundo os requisitos da ISO/IEC Guia 62 (Ref 19).
- 4.7 Da mesma forma, avaliadores são escolhidos por critérios especificados. Por exemplo, os critérios de seleção para nomeação de avaliadores para avaliar em nome das entidades habilitadoras de laboratórios são especificados na ISO/IEC Guia 58. Estes incluem o requisito de conhecimento técnico nas áreas específicas de operação sendo avaliadas.
- 4.8 O benefício da Habilitação é permitir aos clientes em potencial do laboratório terem confiança na qualidade do serviço desempenhado. Vários desenvolvimentos internacionais significam que a aprovação conferida por Habilitação e outras avaliações possuem reconhecimento mundial. Muitas entidades habilitadoras de laboratórios (que foram avaliadas e confirmadas como satisfazendo requisitos relevantes — ver 4.6 acima) assinaram um acordo multilateral (o Acordo ILAC) para reconhecer a equivalência dos esquemas de Habilitação de laboratório. Acordos internacionais similares foram desenvolvidos para entidades associadas a esquemas de certificação.
- 4.9 A orientação fornecida abaixo será útil para laboratórios buscando Habilitação relativa à ISO/IEC 17 025, certificação relativa à ISO 9 001, ou conformidade/registro com os princípios das BPL (GLP).

5. ESCOPO

- 5.1 Um laboratório pode aplicar GQ a toda ou parte de suas operações. Quando um laboratório reivindica conformidade, pela certificação ou por Habilitação, a uma norma específica, é importante que seja claro a que esta conformidade, por certificação ou Habilitação, se aplica. A declaração formal das atividades que foram certificadas com a ISO 9 000, ou habilitadas pela ISO 17 025, é conhecida como “escopo”. A ISO 9 000 e as BPL necessitam apenas de uma breve descrição das

Requisitos técnicos gerais	5.1		
Pessoal	5.2	6.2	Seção II - 1.3
Acomodações e condições ambientais	5.3	6.3, 6.4	Seção II – 3
Métodos de ensaio e calibração	5.4	7.5.1	Seção II – 7
Validação de metodologias	5.4.5	7.5.2	
Incerteza de medição	5.4.6		
Verificações de cálculo e de transcrições	5.4.7.1		Seção II – 8.3
Validação da TI	5.4.7.2	6.3	Seção II - 1.1.2 (q)
Equipamentos	5.5	7.5.1	Seção II - 4
Qualificação de equipamentos	5.5.2	7.5.1, 7.5.2	Seção II - 5.1
Rastreabilidade da medição	5.6	7.6	
Calibração	5.6	7.6	Seção II – 4.2
Padrões de referência e materiais de referência	5.6.3	7.6	Seção II – 6
Amostragem	5.7		
Manuseio de itens de ensaio ou calibração (transporte/armazenagem/identificação/descarte)	5.8	7.5.5	
Identificação da amostra	5.8.2	7.5.3	Seção II – 8.3.1
Garantia da qualidade dos resultados de medição	5.9	7.5.1, 7.6, 8.2.3, 8.2.4	Seção II – 2
Apresentação dos resultados	5.10		Seção II – 9
Opiniões e interpretações	5.10.5		
Transmissão eletrônica	5.10.7		
Emendas aos relatórios	5.10.9	8.3	Seção II 9.1.4

Nota: Considerações estão sendo feitas para o alinhamento dos requisitos do sistema de gestão da qualidade da Seção 4 (baseada na ISO 9001: 1994) da ISO/IEC 17025: 1999 com a ISO 9001: 2000.

- 4.4 A Habilitação é concedida a um laboratório para um conjunto específico de atividades (isto é, ensaios ou calibrações) após a avaliação daquele laboratório. Tais avaliações irão incluir tipicamente um exame dos procedimentos analíticos em uso, o sistema da qualidade e a documentação da qualidade. Os procedimentos analíticos serão examinados para garantir que eles sejam tecnicamente apropriados ao fim pretendido e que tenham sido validados. O desempenho dos ensaios pode ser testemunhado para garantir que os procedimentos documentados estejam sendo seguidos e possam ser, de fato, acompanhados. O desempenho do laboratório em esquemas de ensaios de proficiência pode ser também examinado. A avaliação pode, adicionalmente, incluir uma “auditoria de desempenho”, onde é necessário que o laboratório analise amostras fornecidas pela entidade habilitadora e atinja níveis de

4.3 Os requisitos das principais normas/protocolos de qualidade possuem muitos elementos em comum ou similares. Por exemplo, a ISO/IEC 17025 incorpora os elementos do sistema da qualidade da ISO 9001 (1994) que são aplicáveis aos laboratórios. Uma comparação das principais normas/protocolos é apresentada abaixo:

Título	ISO/IEC 17025:1999	ISO 9001:2000	BPL OECD 1998 Organização para a Cooperação Econômica e o Desenvolvimento
Escopo	1	1	Seção I – 1
Referências normativas	2	2	
Termos e definições	3	3 à ISO 9000:2000	Seção I – 2
Requisitos gerenciais	4	Várias	Seção II – 1.1
Organização	4.1		
Diretor de estudo			Seção II - 1.2
Gerente da Qualidade	4.1.5	5.5.2	Pessoal da GQ ¹ GLP
Sistema da Qualidade	4.2	4	Seção II - 2
Política da Qualidade	4.2.2	5.3	
Manual da Qualidade	4.2.2	4.2.2	
Comprometimento da gerência com a qualidade	4.2.2	5.1	
Controle de documentos	4.3	4.2.3	
Aprovação e emissão de documentos	4.3.2	4.2.3	
Alterações em documentos	4.3.3	4.2.3	Seção II – 7.1
Análise crítica dos pedidos, propostas e contratos	4.4	7.2	
Subcontratação	4.5		
Aquisição de serviços e suprimentos	4.6	7.4	
Verificação de suprimentos (somente	4.6.2	7.4.3	Seção II – 6.2.3 item de ensaio)
Foco no cliente		5.2, 8.2.1	
Atendimento ao cliente	4.7	7.2.3	
Reclamações	4.8	7.2.3	
Controle de trabalho não-conforme	4.9	8.3	
Melhoria		8.5	
Análise de causas	4.10.2	8.5.2	
Ação corretiva	4.10.34.10.4	8.5.2	
Ação preventiva	4.11	8.5.3	
Controle de registros	4.12	4.2.4	Seção II – 10
Auditorias internas	4.13, 4.10.5	8.2.2	Seção II – 2.2
Análises críticas pela gerência	4.14	5.6	

- 3.10 **RASTREABILIDADE:** 'Propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas com incertezas estabelecidas.' (VIM 1993 – Ref B6).
- 3.11 **INCERTEZA DE MEDIÇÃO:** Parâmetro associado ao resultado de uma medida que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos ao medidor. (VIM 1993 – Ref B6).

4 HABILITAÇÃO

- 4.1 As referências à Habilitação nesta e nas seções sucessivas se referem à ISO/IEC 17 025:1999 (Ref B1). Seus requisitos serão implementados por laboratórios e habilitados por organismos de Habilitação durante um período de transição de três anos, findando em dezembro de 2002. A norma é consideravelmente maior do que a sua predecessora e contém alguns requisitos novos ou ampliados, como abaixo sumarizado, mas grande parte do novo material estava previamente contido em documentos suplementares de orientação. Assim, a escala dos novos requisitos não é tão grande como possa parecer em princípio. Uma tabela comparando as cláusulas da ISO/IEC 17 025:1999 e de sua predecessora, a ISO/IEC Guia 25: 1990, é encontrada no Apêndice C.
- 4.2 Em resumo, a norma ISO/IEC 17 025 inclui requisitos novos ou ampliados referentes ao seguinte:
- ▶ Revisão de Contratos — comunicações de pré-contrato para garantir que os requisitos sejam adequadamente especificados e os serviços atendam inteiramente aos requisitos do cliente;
 - ▶ Aquisição de serviços e suprimentos — uma política e procedimentos são requeridos para assegurar-se de que sejam adequados à finalidade;
 - ▶ Amostragem — um plano e procedimentos de amostragem são necessários quando a amostragem fizer parte do trabalho do laboratório;
 - ▶ Ação preventiva — ação pró-ativa que procura melhorar os processos, minimizando assim a necessidade de ações corretivas;
 - ▶ Validação de metodologia, rastreabilidade e incerteza de medição — ênfase significativamente acentuada nesses requisitos;
 - ▶ Opiniões e interpretações — isto é agora permitido em relatórios de ensaio.

Uso de amostras de controle da qualidade e gráficos de controle

Análise de brancos

Análise de amostras fortificadas

Análises em duplicata

Ensaio de proficiência

Mais detalhes sobre controle da qualidade e ensaios de proficiência são apresentados na seção 21.

- 3.6 **AUDITORIA E ANÁLISE CRÍTICA:** Na prática, auditorias da qualidade adotam dois formatos. A auditoria realizada por uma entidade externa independente, como parte do processo de Habilitação, é mais comumente conhecida como **avaliação**. “Auditorias da qualidade” realizadas dentro do laboratório são algumas vezes subdivididas em: **auditoria**, frequentemente chamada de “auditoria interna” (que verifica se os procedimentos da qualidade se fazem presentes e estão sendo inteiramente implementados) e **análise crítica** (verificação para assegurar que o sistema da qualidade é eficaz e atinge os objetivos). A **análise crítica** é realizada pela gerência executiva com responsabilidade pela política de qualidade e trabalho do laboratório.

Neste guia, o termo **auditoria** se refere à auditoria interna; **avaliação** se refere à auditoria externa.

- 3.7 **NORMA (STANDARD):** Esta palavra possui uma variedade de significados distintos na língua inglesa. No passado, ela foi usada rotineiramente para se referir primeiramente a normas escritas amplamente adotadas, isto é, procedimentos, especificações, recomendações técnicas, etc., e em segundo lugar, a padrões químicos ou físicos usados para fins de calibração. Neste guia, para minimizar a confusão, **norma** é usada somente no sentido de **normas escritas**. O termo **padrão de medida** é usado para descrever **padrões químicos ou físicos**, usados para fins de calibração ou validação, tais como: produtos químicos de pureza estabelecida e suas correspondentes soluções de concentração conhecida; filtros UV; pesos, etc. Materiais de referência são uma (importante) categoria de padrões de medida.
- 3.8 **MATERIAL DE REFERÊNCIA (MR):** ‘Material ou substância, com um ou mais valores de suas propriedades que são suficientemente homogêneos e bem estabelecidos, para ser usada na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou na atribuição de valores a materiais.’ (ISO Guia 30 – Ref C1).
- 3.9 **MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO (MRC):** ‘Material de referência, acompanhado de um certificado, com um ou mais valores de suas propriedades certificadas por um procedimento que estabelece sua rastreabilidade à obtenção exata da unidade na qual os valores da propriedade são expressos, e cada valor certificado é acompanhado por uma incerteza para um nível de confiança estabelecido.’ (ISO Guia 30:1992 – Ref C1).

executar calibrações ou ensaios específicos, ou tipos específicos de calibrações ou ensaios. O mecanismo pelo qual a Habilitação é concedida está descrito abaixo na seção 4, e o documento dos principais requisitos é a norma ISO/IEC 17 025:1999.

3.2.2 Habilitação é também usada no contexto das atividades baseadas na norma ISO 9 000, para descrever o processo pelo qual uma organização nacional reconhece formalmente os organismos de certificação como competentes para avaliar e certificar organizações, como estando em conformidade com a série de normas ISO 9 000 (“sistemas de gestão da qualidade”).

3.3 **CERTIFICAÇÃO:** ‘Procedimento pelo qual um organismo de terceira parte fornece garantia por escrito de que um produto, processo ou serviço está em conformidade com requisitos especificados’ (ISO Guia 2:1996). A Certificação (algumas vezes conhecida como registro) difere basicamente da Habilitação na medida em que a competência técnica não é especificamente focada.

3.4 **GARANTIA DA QUALIDADE (GQ):** GQ descreve as medidas globais que um laboratório utiliza para assegurar a qualidade de suas operações. Tipicamente estas podem incluir:

Um sistema da qualidade

Ambiente de laboratório adequado

Pessoal instruído, treinado e habilitado

Procedimentos e registros de treinamento

Equipamento adequadamente conservado e calibrado

Procedimentos para controle da qualidade

Métodos documentados e validados

Rastreabilidade e incerteza de medição

Procedimentos de verificação e divulgação

Ações preventivas e corretivas

Ensaio de proficiência

Auditorias internas e procedimentos de análise crítica

Procedimentos para reclamações

Requisitos para reagentes, calibradores, padrões de medida e materiais de referência.

3.5 **CONTROLE DA QUALIDADE (CQ):** ‘As técnicas operacionais e atividades que são usadas para preencher os requisitos para qualidade.

Procedimentos de controle da qualidade se aplicam para assegurar a qualidade de amostras específicas ou lotes de amostras, e incluem:

Análise de materiais de referência/padrões de medida

Análise de amostras cegas

- 2.4.3 Princípios de Boas Práticas de Laboratório (GLP) da OECD: 1998 (Ref B3) e suas equivalentes nacionais e setoriais. Estas diretrizes dizem respeito aos processos e condições organizacionais sob os quais estudos de laboratório, relativos a determinado trabalho regulamentar, são realizados.
- 2.5 Além disto, existem abordagens sobre Gestão da Qualidade Total (GQT) para GQ, que dão ênfase à melhoria contínua (a nova ISO 9 001:2000 dá mais ênfase neste aspecto). O fundamental neste guia é o enfoque que, em nível técnico, a boa prática em GQ analítica independe do sistema formal de GQ adotado.
- 2.6 Um laboratório pode decidir criar seus próprios procedimentos de GQ, ou pode adotar um dos protocolos estabelecidos. Neste último caso, ele pode reivindicar conformidade informal com o protocolo ou, em condições ideais, pode ser submetido a uma avaliação independente por parte de uma entidade especializada oficial, com o objetivo de obter aprovação independente de seu sistema da qualidade. Tal avaliação/aprovação independente é variavelmente conhecida como Habilitação, registro ou certificação, dependendo de qual norma esteja sendo usada na avaliação. Em áreas específicas de análise, a Habilitação é algumas vezes obrigatória, porém, na maioria dos casos, o laboratório é livre para decidir que espécies de medidas de GQ ele deseja adotar. O caminho pela avaliação independente tem reconhecidas vantagens, particularmente onde os clientes do laboratório necessitem de evidência objetiva da competência técnica do laboratório. Para obter esclarecimentos sobre o termo “Habilitação”, conforme usado neste guia, veja as seções 3.2 e 4 abaixo.

3. DEFINIÇÕES E TERMINOLOGIA

Existe uma pluralidade de termos importantes usados em gestão da qualidade e avaliação de conformidade, cujo significado pode variar conforme o contexto em que eles forem usados. É importante compreender a distinção entre os diferentes termos. Alguns deles são aqui apresentados. A referência básica é a ISO Guia 2:1996 - Ref B4. Outros termos podem ser encontrados na ISO 9 000:2000 - Ref B5 (Nota: ISO 8 402:1994 - Qualidade - Vocabulário - foi retirada).

- 3.1 **QUALIDADE:** Grau em que um conjunto de características inerentes satisfaz requisitos (ISO 9 000:2000).
- 3.2 **HABILITAÇÃO:** ‘Procedimento pelo qual uma entidade autorizada concede reconhecimento formal de que uma organização ou pessoa é competente para realizar tarefas específicas’ (ISO Guia 2-1996).
- 3.2.1 No contexto de um laboratório realizando medições, Habilitação é o reconhecimento formal de que o laboratório é competente para

químicos está adotando princípios de GQ que, embora não garantindo realmente a qualidade dos dados produzidos, eleva a possibilidade deles serem bem fundamentados e se adequarem ao fim pretendido.

- 2.2 Uma GQ apropriada pode permitir que um laboratório mostre que possui instalações e equipamentos adequados para execução de análises químicas e que o trabalho foi realizado por pessoal competente de uma maneira controlada, seguindo um método validado documentado. A GQ deve focar questões centrais que determinem resultados de qualidade, custos e oportunidades, e evitem desvio de energias para questões menos importantes.
- 2.3 Uma boa prática de GQ, incluindo seu reconhecimento formal por Habilitação, certificação etc., ajuda a garantir que os resultados sejam válidos e adequados aos fins propostos. Contudo, é importante que tanto os laboratórios quanto seus clientes entendam que a GQ não pode garantir que 100% dos resultados individuais sejam confiáveis. Existem duas razões para isto:

1. Lapsos/erros grosseiros podem ocorrer, quando, por exemplo, os resultados de duas amostras forem confundidos. Em um laboratório bem operado, a frequência de lapsos será pequena, porém não igual à zero.
2. Erros aleatórios e sistemáticos também ocorrem, levando à incerteza no resultado medido. A probabilidade de um resultado se situar dentro da faixa de incerteza declarada depende do nível de confiança empregado, mas, novamente, mesmo em um laboratório bem organizado desvios nos resultados irão ocasionalmente ocorrer e, muito ocasionalmente, o desvio será grande.

A tarefa da GQ é administrar a frequência das falhas de qualidade. Quanto maior for o esforço empregado, menor será o número de falhas de qualidade que podem ser esperadas. É necessário equilibrar o custo da GQ com o benefício na redução das falhas de qualidade a um nível aceitável (diferente de zero).

- 2.4 Os princípios da GQ foram formalizados em uma variedade de normas ou protocolos publicados. Aqueles mais amplamente reconhecidos e usados em ensaios químicos incidem em três grupos e são aplicados de acordo com as necessidades individuais de um laboratório. Os três grupos são:
- 2.4.1 ISO/IEC 17 025:1999: (Ref B1) Esta norma aborda a competência técnica de laboratórios para a realização de ensaios e calibrações específicos, e é usada em todo o mundo por organismos de Habilitação de laboratórios, como um requisito básico para a Habilitação;
- 2.4.2 ISO 9001:2 000: (Ref B2) e suas equivalentes nacionais e internacionais. Esta norma se refere principalmente à gestão da qualidade para instalações que realizam a produção ou prestam serviços, incluindo análises químicas;

1. METAS E OBJETIVOS

- 1.1 A meta deste guia é fornecer aos laboratórios diretrizes sobre a melhor prática para as operações analíticas por eles realizadas. O guia abrange análises qualitativa e quantitativa realizadas em bases rotineiras e não-rotineiras. Um guia em separado abrange trabalhos de pesquisa e desenvolvimento (Guia CITAC/EURACHEM Referência A1 na página 43).
- 1.2 O guia objetiva auxiliar aquelas pessoas implementando a garantia da qualidade em laboratórios. Para aqueles que trabalham com Habilitação, certificação ou outra conformidade com requisitos particulares da qualidade, ele irá ajudar a explicar o que esses requisitos significam. O guia também será útil para aqueles envolvidos na avaliação da qualidade de laboratórios analíticos, por comparação com esses requisitos de qualidade. Referências cruzadas às normas ISO/IEC 17 025, ISO 9 000 e aos requisitos das Boas Práticas de Laboratório (GLP) da OECD, são fornecidas.
- 1.3 Este documento foi desenvolvido a partir da anterior Guia 1 CITAC (que, por sua vez, foi baseada no Guia EURACHEM/WELAC), e atualizado para levar em conta novos materiais e desenvolvimentos, particularmente os novos requisitos da norma ISO/IEC 17 025.
- 1.4 Esse guia foi produzido por um grupo de trabalho constituído por David Holcombe, LGC, RU; Bernard King, NARL, Austrália; Alan Squirrell, NATA, Austrália e Maire Walsh, Laboratório Estadual, Irlanda. Além disto, ao longo dos anos de elaboração deste guia e de suas versões anteriores, tem havido extensa contribuição por parte de um grande número de indivíduos e organizações, incluindo: CITAC, EURACHEM, EA, ILAC, AOACI, IUPAC, CCQM, entre outros (consulte a lista de Acrônimos na página 58).
- 1.5 Este guia se concentra nas questões técnicas da garantia da qualidade (GQ), com ênfase naquelas áreas onde há a necessidade de uma interpretação particular para ensaios químicos ou medições relacionadas. Existe um número de aspectos adicionais de GQ, onde nenhuma orientação é dada, já que estes são integralmente focados em outros documentos, tal como a norma ISO/IEC 17 025. Estes incluem: registros; relatórios; sistemas da qualidade; subcontratação; reclamações; requisitos do fornecedor; revisão de contratos; confidencialidade e manipulação de dados.

2. INTRODUÇÃO

- 2.1 O valor das medições químicas depende do nível de confiança que pode ser estabelecido nos resultados. De maneira crescente, a comunidade de analistas

Sumário

1.	Metas e objetivos	11
2.	Introdução	11
3.	Definições e terminologia	13
4.	Habilitação	16
5.	Escopo	19
6.	A tarefa analítica	20
7.	Especificação do requisito analítico	21
8.	Estratégia analítica	22
9.	Análises não rotineiras	22
10.	Pessoal	24
11.	Amostragem, manuseio e preparação das amostras	25
12.	Ambiente	31
13.	Equipamentos	32
14.	Reagentes	34
15.	Rastreabilidade	35
16.	Incerteza de medição	37
17.	Métodos/ procedimentos para ensaios e calibração	40
18.	Validação do método	42
19.	Calibração	46
20.	Materiais de referência	49
21.	Controle de qualidade e ensaios de proficiência	51
22.	Computadores e sistemas controlados por computador	52
23.	Auditoria do laboratório e análise crítica	56
	Referências e Bibliografia	58
	Acrônimos	63
	Apêndices	64
A	Auditoria de Qualidade - Áreas de Particular Importância em um Laboratório Químico	64
B	Intervalos de Calibração e Verificações de Desempenho	68
C	Tabela de Comparação - ISO/IEC 17 025:1999 x ISO/IEC Guia 25:1990 (ILAC G15:2001)	70

Mensagem da Presidente da EURACHEM

É com grato prazer que me dirijo à rede de laboratórios brasileiros, cuja missão é contribuir com as suas boas práticas e resultados analíticos de qualidade para a garantia e desenvolvimento do bem-estar público. Neste período de grande alerta e empenhamento coletivo em introduzir novos desenvolvimentos científicos e técnicos no sentido de garantir comparabilidade de resultados de medições, emergentes de cadeias de rastreabilidade bem definidas, por meio da utilização de metodologias validadas, é particularmente louvável o esforço sistemático de formação e desenvolvimento das instituições brasileiras, particularmente o que me é dado a perceber da Anvisa.

A EURACHEM é uma rede de organizações nacionais europeias, juntamente com a Comissão Europeia, que tem por objetivo estabelecer um sistema para a rastreabilidade internacional dos resultados de medições químicas e promover as boas práticas laboratoriais. Constituinte um foco para a química analítica e para as questões pertinentes de qualidade, a EURACHEM é um fórum propício à discussão de problemas comuns e ao desenvolvimento de abordagens informadas das questões técnicas e de política laboratorial. Laboratórios primários, de calibração e de serviços, sentem a necessidade de ver reconhecida a sua competência e a qualidade dos resultados que produzem e, para isso, procuram a habilitação por organismos nacionais ou internacionais independentes. Habilitados e habilitadores movem-se pela mesma exigência de qualidade e, assim sendo, os princípios orientadores serão os mesmos.

A EURACHEM, sensível e atenta às necessidades e prioridades dos laboratórios, tem, por intermédio dos seus grupos de trabalho, produzido guias temáticos, que, pela sua oportunidade, se têm revelado de mais elevada e vasta aceitação. Para mais fácil assimilação, são cada vez mais os países a reconhecer a necessidade e a levar à prática a preparação de traduções de alguns desses guias nas várias línguas, sendo já vários os países europeus cujas delegações nacionais da EURACHEM realizaram tal tarefa com sucesso gratificante. De todos, talvez o mais divulgado seja o Guia para a Quantificação da Incerteza em Medições Analíticas. De qualquer modo, todos eles estão completamente acessíveis na língua inglesa, livres de qualquer limitação de acesso ou impressão, na página da EURACHEM. Também por meio dos *links* às páginas das EURACHEM nacionais, é possível, em alguns casos, ter acesso às respectivas traduções. Igualmente, diversos organismos têm solicitado autorização para polícopiar e divulgar pelos seus membros tais Guias, o que tem sido apoiado pela EURACHEM, salvaguardadas as questões de respeito pela propriedade intelectual. Mantendo forte colaboração com organismos internacionais afins e complementares, a EURACHEM prima por uma postura de correção científica e de harmonização de procedimentos e abordagens, o que cimenta e expande a sua missão.

Por uma feliz coincidência, a manifestação de interesse da Anvisa em traduzir os Guias da EURACHEM e torná-los acessíveis aos seus associados ocorre num período em que um químico analista português preside a EURACHEM. Em nome da instituição que represento e em meu nome pessoal, é com enorme orgulho e satisfação que aponho o meu nome a esta iniciativa da Anvisa e de seus dirigentes, que será, para além do que de positivo representa para a nação brasileira, um valioso contributo para o fortalecimento da aproximação entre os nossos dois países de língua portuguesa e destes com o mundo.

Lisboa, março de 2004.

Dra. Maria Filomena Gomes Ferreira Crujo Camões
Presidente da EURACHEM

Mensagem do Diretor-Geral do SENAI

A publicação da Série Temática da EURACHEM traz consigo a expectativa do SENAI de difundir conhecimento para a rede de laboratórios brasileiros, tornando acessíveis informações que contribuam para o seu desenvolvimento técnico-científico, com ganhos na produtividade, na qualidade dos produtos e serviços e na eliminação de desperdícios.

Sua elaboração e conseqüente disseminação fazem parte de uma sucessão de ações entre a Anvisa e o SENAI voltadas para laboratórios analíticos, explicitando a relação de cooperação entre as instituições para a promoção de ações que venham beneficiar a saúde pública.

Esperamos que essa iniciativa traga ganhos definitivos para toda a sociedade brasileira, seja contribuindo para a implementação das boas práticas laboratoriais - resultando em maior confiabilidade dos resultados analíticos -, como, também, promovendo a segurança dos produtos e serviços oferecidos à população.

José Manuel de Aguiar Martins
Diretor-Geral do SENAI

Apresentação

É com enorme satisfação que colocamos à disposição dos profissionais de saúde do setor regulado, da comunidade acadêmica e dos demais interessados as “Séries Temáticas Anvisa”. Trata-se de uma nova linha editorial que vem suprir uma carência de publicações oficiais destinadas à orientação técnico-científica de diversos setores ligados à Vigilância Sanitária, somando-se a outras iniciativas editoriais no âmbito do Ministério da Saúde que visam a democratizar o acesso às informações em Saúde Pública, como direito de cidadania.

Sem periodicidade definida ou limitação de títulos, as “Séries Temáticas” fornecem às diversas áreas técnicas da Anvisa um canal apropriado de consolidação e disseminação de conteúdos específicos orientados para públicos de interesse, sempre levando em consideração os elementos de conveniência, oportunidade e prioridade dos temas propostos.

O assunto que inaugura as “Séries Temáticas” é Habilitação de Laboratórios. Nessa primeira série de publicações, o tema será abordado em dez volumes, resultantes de um acordo de cooperação entre a área de Laboratórios da Anvisa e a Rede EURACHEM, detentora original dos títulos traduzidos para o português. A Rede EURACHEM é formada por organizações nacionais européias que têm como objetivo o estabelecimento de um sistema de rastreabilidade internacional dos resultados de medição química, além de promover as boas práticas laboratoriais.

Esperando que esta publicação seja de significativa importância para os profissionais e usuários do Sistema Nacional de Vigilância Sanitária, colocamos à disposição para o recebimento de comentários e de sugestões para as próximas edições das “Séries Temáticas Anvisa”.

ANVISA

© 2000. Eurachem Netherlands.

Direitos reservados desta edição, em língua portuguesa, para a ANVISA

ANVISA

Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública - GGLAS

SENAI/DN

Unidade de Tecnologia Industrial - UNITEC

Nota sobre a publicação

Este documento foi preparado em conjunto pela CITAC (Cooperação sobre Rastreabilidade Internacional em Química Analítica) e Eurachem (Enfoque para Química Analítica na Europa)

FICHA CATALOGRÁFICA

Brasil. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

Guia para qualidade em química analítica : uma assistência à habilitação / Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. - Brasília : Ministério da Saúde, 2006.

74 p. (Série A. Normas e Manuais Técnicos) (Séries Temáticas da Anvisa. Série Habilitação; v. 1)

ISBN 85-334-1212-6 obra completa;

ISBN 85-334-1226-6 volume 1.

1. Química analítica. 2. Laboratórios. 3. Garantia de qualidade. I. Título. II. Série.

NLM QY 90

Catálogo na fonte - Coordenação-Geral de Documentação e Informação - Editora MS - OS 2006/0836

ANVISA

Agência Nacional de
Vigilância Sanitária

Sede

SEPN 515, Bloco B
Edifício Omega
70770-502 - Brasília - DF
Tel.(0xx61) 3448-6300
Fax:(0xx61) 3448-6295
E-mail: ouvidoria@anvisa.gov.br
reblas@anvisa.gov.br
<http://www.anvisa.gov.br>

SENAI

Serviço Nacional de
Aprendizagem Industrial
Departamento Nacional

Sede

Setor Bancário Norte
Quadra 1 - Bloco C
Edifício Roberto Simonsen
70040-903 - Brasília - DF
Tel.: (0xx61) 3317-9544
Fax: (0xx61) 3317-9550
<http://www.senai.br>



Confederação Nacional da Indústria
Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
Departamento Nacional



Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência à Habilitação

Séries
Temáticas

Laboratório

Série

Habilitação

1

Brasília
2006

CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA - CNI

Presidente: Armando de Queiroz Monteiro Neto

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - SENAI

Conselho Nacional

Presidente: Armando de Queiroz Monteiro Neto

SENAI - Departamento Nacional

Diretor-Geral: José Manuel de Aguiar Martins

Diretora de Operações: Regina Maria de Fátima Torres

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA

Diretor-Presidente: Dirceu Raposo de Mello

Diretores

Cláudio Maierovitch P. Henriques

Franklin Rubinstein

Maria Cecília Martins Brito

Vitor Hugo Costa Travassos da Rosa

Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência à Habilitação