



# Séries Temáticas

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

Volume 1 Abril 2004

## Laboratório

[www.anvisa.gov.br](http://www.anvisa.gov.br)

Série

## Acreditação

# 1

## Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência a Acreditação

---

# Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência a Acreditação

---

---

# Laboratório

Série Acreditação  
Volume 1

---

*Diretor-Presidente*  
**Cláudio Maierovitch P. Henriques**

*Diretores*  
**Franklin Rubinstein**  
**Luis Carlos Wanderley Lima**  
**Ricardo Oliva**  
**Victor Hugo Costa Travassos da Rosa**

---

---

Agência Nacional de Vigilância Sanitária

# Guia para Qualidade em Química Analítica

Uma Assistência a Acreditação

*Prefácio*  
Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública

Brasília  
2004

---

---

Editora Agência Nacional de Vigilância Sanitária  
SEPN 515, Edifício Omega, Bloco B, Brasília (DF), CEP 70770-502  
Internet: [www.anvisa.gov.br](http://www.anvisa.gov.br) / e-mail: [infovisa@anvisa.gov.br](mailto:infovisa@anvisa.gov.br)

Traduzido do original Eurachem Guides: "Guide to Quality in Analytical Chemistry :An Aid to Accreditation", 2002.

É permitida a reprodução total ou parcial desta obra, desde que citada a fonte.

1ª edição - 2004

ISBN 85-88233-14-2

### **Agência Nacional de Vigilância Sanitária**

#### *Tradução*

Gerente-Geral de Laboratórios de Saúde Pública

#### *Edição*

Núcleo de Assessoramento em Comunicação Social e Institucional

#### *Design gráfico*

Gerência de Comunicação Multimídia

#### *Impressão*

Gráfica

Impresso no Brasil

Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

Guia para Qualidade em Química Analítica: Uma  
Assistência a Acreditação = Guide to Quality in Analytical  
Chemistry: an Aid to Accreditation / Agência Nacional de  
Vigilância Sanitária ; tradução Gerência-Geral de  
Laboratórios em Saúde Pública— 1.ed. - Brasília:  
ANVISA, 2004.

80 p. ; 20 x 27 cm. - (Série Acreditação ; v. 1)

ISBN 85-88233-14-2

I. Séries Temáticas. II. Laboratório

---

---

## **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 Acreditação 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, colocamo-nos à disposição para o recebimento de comentários e de sugestões para as próximas edições das “Séries Temáticas Anvisa”.

**O Editor**

---

---

## **Prefácio**

---

O primeiro volume da Série Temática - Acreditação de Laboratórios apresenta um guia para qualidade em Química Analítica, e tem como objetivo proporcionar aos Laboratórios Analíticos orientações sobre a melhor prática para o desenvolvimento de ensaios analíticos, qualitativos e quantitativos, sejam análises de rotina ou pesquisa.

Este Guia tem como princípio básico os requisitos técnicos da garantia da qualidade, com ênfase nas áreas onde existe uma interpretação particular requerida para ensaios químicos ou medições correlatas. Pretende orientar a implementação do sistema da qualidade em Laboratórios Analíticos, bem como auxiliar profissionais que trabalham com acreditação, habilitação, certificação, propiciando o entendimento desses requisitos. Serve também de base para os profissionais envolvidos na verificação da conformidade dos ensaios analíticos desenvolvidos por laboratórios com base em requisitos técnicos.

Ao editar esta publicação, a Anvisa ressalta a importância da qualidade analítica dos resultados como um dos instrumentos fundamentais para proteção e promoção da saúde da população.

O “Guia para Qualidade em Química Analítica - Uma Assistência a Acreditação” também está disponível para leitura e impressão no sítio eletrônico da Anvisa - [www.anvisa.gov.br](http://www.anvisa.gov.br).

**Gerência-Geral de Laboratórios de Saúde Pública**

---

---

## 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 colectivo em introduzir novos desenvolvimentos científicos e técnicos no sentido de garantir comparabilidade de resultados de medições, emergentes de cadeias de rastreabilidade bem definidas, através da utilização de metodologias validadas, é particularmente louvável o esforço sistemático de formação e desenvolvimento das instituições Brasileiras, particularmente o que me é dado aperceber da ANVISA.

A EURACHEM é uma rede de organizações nacionais europeias juntamente com a Comissão Europeia que tem por objectivo estabelecer um sistema para a rastreabilidade internacional dos resultados de medições químicas e promover as boas práticas laboratoriais. Constituindo 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 acreditação por organismos nacionais ou internacionais independentes. Acreditados e acreditadores 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, através 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 através dos links às páginas das Eurachem nacionais, é em alguns casos possível ter acesso às respectivas traduções. Igualmente, diversos organismos, têm solicitado autorização para polícopiar e divulgar pelos seus membros os Guias da EURACHEM, o que tem sido apoiado pela EURACHEM, salvaguardadas que sejam as questões de respeito pela propriedade intelectual. Mantendo forte colaboração com organismos internacionais afins e complementares, a EURACHEM prima por uma postura de correcção científica e de harmonização de procedimentos e abordagens, o que cimeta e expande a sua missão.

Por 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 à 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 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**

---



---

## Sumário

---

1	Metas e objetivos	10
2	Introdução	10
3	Definição e Terminologia	12
4	Acreditação	15
5	Escopo	19
6	A tarefa analítica	20
7	Especificação do requisito analítico	20
8	Estratégia analítica	21
9	Análise não rotineira	22
10	Pessoal	23
11	Amostragem, manuseio e preparação das amostras	24
12	Ambiente	30
13	Equipamento	31
14	Reagentes	33
15	Rastreabilidade	34
16	Incerteza de medição	36
17	Métodos/ procedimentos para ensaios e calibração	39
18	Validação de método	41
19	Calibração	45
20	Materiais de referência	48
21	Controle de qualidade e ensaios de proficiência	49
22	Computadores e sistemas controlados por computador	51
23	Auditoria e análise crítica do laboratório	55
	<b>Referências e Bibliografia</b>	57
	<b>Acrônimos</b>	63
	<b>Apêndices</b>	64
A	Auditoria de Qualidade – Áreas de Importância Específica em um Laboratório de Química	64
B	Intervalos de Calibração e Verificações de Desempenho	68
C	Tabela de Comparação - ISO/IEC 17025:1999 x ISO/IEC Guia 25:1990 (ILAC G15:2001)	71

## 1. METAS E OBJETIVOS

- 1.1 A meta deste guia é fornecer aos laboratórios um guia sobre a melhor prática para as operações analíticas por eles realizadas. O guia abrange análise qualitativa e quantitativa em bases rotineiras e não-rotineiras. Um guia em separado abrange trabalho de pesquisa e desenvolvimento (Guia CITAC/ EURACHEM Referência A1 na página 43).
- 1.2 O guia pretende auxiliar aquelas pessoas implementando garantia da qualidade em laboratórios. Para aqueles que trabalham com acreditação, 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 a requisitos de Boas Práticas de Laboratório (GLP) da OECD, ISO/IEC 17025 e ISO 9000 são fornecidas.
- 1.3 Este documento foi desenvolvido, a partir da Guia 1 CITAC anterior (que, por sua vez, se baseou no Guia EURACHEM/WELAC), e atualizado para levar em conta novos materiais e desenvolvimentos, particularmente os novos requisitos da norma ISO/IEC 17025.
- 1.4 Esse guia foi produzido por um grupo de trabalho constituído por David Holcombe, LGC, RU; Bernard King, NARL, Austrália; Alan Squirrel, NATA, Austrália e Maire Walsh, Laboratório Estadual, Irlanda. Além disto, ao longo dos anos que levaram a elaboração deste guia e de suas versões anteriores, tem havido amplas contribuições por parte de um grande número de indivíduos e organizações, incluindo CITAC, EURACHEM, EA, ILAC, AOACI, IUPAC, CCQM, e outros órgãos (consulte a lista de Acrônimos na página 58).
- 1.5 Este guia se concentra nas questões técnicas de garantia da qualidade (GQ), com ênfase naquelas áreas onde existe uma interpretação particular requerida para ensaios químicos ou medições correlatas. Existe um número de aspectos adicionais de GQ, onde nenhuma orientação é dada, já que estes são integralmente focados em outros documentos, tal como o ISO/IEC 17025. Estes incluem registros; relatórios; sistemas da qualidade; subcontratação; reclamações; exigências do fornecedor; revisão de contrato; confidencialidade e manipulação de dados.

## 2. INTRODUÇÃO

- 2.1 O valor das medições químicas depende do nível de confiança que pode ser estabelecido aos resultados. De maneira crescente, os grupos de ensaios

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 focalizar 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 acreditação, certificação etc., ajuda a garantir que os resultados sejam válidos e adequados aos fins. Contudo, é importante que, tanto os laboratórios, como seus clientes, entendam que a GQ não pode garantir que 100% dos resultados individuais sejam confiáveis. Existem dois motivos para isto:
  - 1 Lapsos/ erros grosseiros podem ocorrer, quando, por exemplo, os resultados para duas amostras forem confundidos. Em um laboratório bem operado, a frequência de lapsos será pequena, porém não igual a zero.
  2. Erros aleatórios e sistemáticos também ocorrem, levando à incerteza de um 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, resultados errados irão ocasionalmente ocorrer e, muito ocasionalmente, o erro 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 17025:1999: (Ref B1) Essa 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 acreditação de laboratórios, como um requisito básico para a acreditação de laboratórios;
  - 2.4.2 ISO 9001:2000: (Ref B2) e suas equivalentes nacionais e internacionais. Essa norma se refere principalmente à gestão da qualidade para instalações executando produção ou prestando serviços, incluindo análise química;

- 2.4.3 Princípios OECD de Boas Práticas de Laboratório (GLP): 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 9001:2000 dá mais ênfase neste aspecto). O fundamental neste guia é o enfoque que, em nível técnico, a boa prática na GQ analítica independe do sistema formal de GQ adotado.
- 2.6 Um laboratório pode decidir por criar seus próprios procedimentos de GQ, ou ele pode adotar um dos protocolos estabelecidos. No 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 acreditação, registro ou certificação, dependendo de qual norma esteja sendo usada na avaliação. Em áreas de análise específicas, a acreditação 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 “acreditação”, 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, de acordo com o contexto onde eles forem usados. É importante compreender a diferença 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 9000:2000 - Ref B5 (Nota: ISO 8402:1994 - Qualidade - Vocabulário - foi retirada).

- 3.1 **QUALIDADE:** Grau com que um conjunto de características inerentes satisfaz requisitos (ISO 9000:2000).
- 3.2 **ACREDITAÇÃO:** ‘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, acreditação é um reconhecimento formal de que um laboratório é competente para

executar calibrações ou ensaios específicos, ou tipos específicos de calibrações ou ensaios. O mecanismo pelo qual a acreditação é concedida está descrito abaixo na seção 4, e o documento dos principais requisitos é o ISO/IEC 17025:1999.

3.2.2 Acreditação é também usada no contexto das atividades baseadas na ISO 9000 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 9000 (“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). Certificação (algumas vezes conhecida como registro) difere basicamente de acreditação, em que a competência técnica não é especificamente enfocada.

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
- Ensaios 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 para controle da qualidade se referem à garantia da qualidade de amostras ou lotes de amostras específicos, e incluem:

- Análise dos materiais de referência/ padrões de medida
- Análise das amostras cegas
- Uso de amostras e gráficos para controle de qualidade
- Análise dos brancos
- Análise de amostras contaminadas
- Análise em duplicata
- Ensaios de proficiência

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

- 3.6 **AUDITORIA E ANÁLISE:** Na prática, auditorias de qualidade adotam dois formatos. Uma auditoria realizada por uma entidade externa, independente, fazendo parte do processo de acreditação é mais comumente conhecida como **avaliação**. “Auditorias de qualidade” realizadas dentro do laboratório são, algumas vezes, subdivididas em **auditoria**, muitas vezes chamada de “auditoria interna” (que verifica se os procedimentos de qualidade se fazem presentes e estão sendo inteiramente implementados) e **análise crítica** (que se certifica de 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 em primeiro lugar a normas escritas, isto é, procedimentos, especificações, recomendações técnicas etc. amplamente adotados 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 por escrito**. O termo **padrão de medida** é usado para descrever **padrões químicos ou físicos**, usados para fins de calibração ou de validação, tal como: produtos químicos de pureza estabelecida e suas correspondentes soluções de concentração conhecida; filtros UV; pesos etc. Materiais de referência constituem uma categoria (importante) dos padrões de medida.
- 3.8 **MATERIAL DE REFERÊNCIA (MR):** ‘Material ou substância, que tem um ou mais valores de propriedades que são suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para ser usado 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 por um certificado, com um ou mais valores de propriedades, e certificados 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).
- 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 sendo 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. ACREDITAÇÃO

- 4.1 As referências à acreditação nesta e nas seções sucessivas se referem à ISO/IEC 17025:1999 (Ref B1). Seus requisitos serão implementados por laboratórios e acreditados por organismos de acreditação 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 sintetizado, mas grande parte do novo material se encontrava previamente contido em documentos complementares 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 17025:1999 e de sua predecessora, a ISO/IEC Guia 25:1990, é encontrada no Apêndice C.
- 4.2 Em resumo, a ISO/IEC 17025 inclui requisitos novos ou ampliados referentes ao seguinte:
- ▶ Revisão de Contrato — comunicações pré-contrato para garantir que os requisitos sejam adequadamente especificados e os serviços atendam inteiramente aos requisitos do cliente;
  - ▶ Adquirindo serviços e suprimentos — uma política e procedimentos são necessários para garantir que eles sejam adequados à finalidade;
  - ▶ Amostragem — um plano de amostragem e procedimentos são necessários, quando a amostragem fizer parte do trabalho do laboratório;
  - ▶ Ação preventiva — procura melhorar os processos, minimizando assim a necessidade de ações corretivas;
  - ▶ Validação do método, rastreabilidade e incerteza de medição — ênfase significativamente acentuada nesses requisitos;
  - ▶ Opinião e interpretação — isto é agora permitido em relatórios de ensaio.
- 4.3 Os requisitos das principais normas/protocolos de qualidade possuem muitos elementos comuns ou similares. Por exemplo, a ISO/IEC 17025 incorpora os elementos do sistema da qualidade da ISO 9001 (1994) que são aplicáveis a laboratórios. Uma comparação das principais normas/protocolos é apresentada abaixo:

Título	ISO/IEC 17025:1999	ISO 9001:2000	OECD GLP 1998 Organização para a Cooperação e o Desenvolvimento Econômico
Escopo	1	1	Seção I - 1
Referências normativas	2	2	
Termos e definições	3	3 ' ISO 9000:2000	Seção I - 2
Requisitos administrativos	4	Várias	Seção II - 1.1
Organização	4.1		
Diretor do estudo			Seção II - 1.2
Gerente da Qualidade	4.1.5	5.5.2	Pessoal da GQ 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 administrativo 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 de 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	4.6.2	7.4.3	Seção II - 6.2.3 (somente 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	4.10.3, 4.10.4	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	
Requisitos técnicos gerais	5.1		
Pessoal	5.2	6.2	Seção II - 1.3
Condições de acomodação e 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 método	5.4.5	7.5.2	
Incerteza de medição	5.4.6		
Verificações de cálculo e transcrição	5.4.7.1		Seção II - 8.3
Validação da TI	5.4.7.2	6.3	Seção II - 1.1.2 (q)
Equipamento	5.5	7.5.1	Seção II - 4
Qualificação do equipamento	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 dos 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

<b>Apresentação dos resultados</b>	<b>5.10</b>		<b>Seção II - 9</b>
<b>Opiniões e interpretações</b>	<b>5.10.5</b>		
<b>Transmissão eletrônica</b>	<b>5.10.7</b>		
<b>Emendas aos relatórios</b>	<b>5.10.9</b>	<b>8.3</b>	<b>Seção II 9.1.4</b>

Nota: O alinhamento da ISO/IEC 17025: 1999 está sendo levado em conta, para equiparar os requisitos do sistema de gestão da qualidade da seção 4 (baseado na ISO 9001: 1994) com a ISO 9001: 2000.

- 4.4 A acreditação 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 eles 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 esquema de ensaio de proficiência externo pode ser também examinado. A avaliação pode incluir adicionalmente uma “auditoria de desempenho”, onde é necessário que o laboratório analise amostras fornecidas pela entidade acreditadora e atinja níveis de 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 acreditadora possui procedimentos estabelecidos com os quais ela opera, avalia laboratórios e concede creditações. Por exemplo, as entidades acreditadoras de laboratório operam, segundo requisitos baseados na ISO/IEC Guia 58 (Ref C8). Da mesma forma, 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 avaliadores nomeados para avaliar em nome das entidades acreditadoras 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 acreditação é que ela permite aos clientes em potencial do laboratório terem confiança na qualidade do serviço desempenhado pelo laboratório. Vários desenvolvimentos internacionais significam que a aprovação conferida por acreditação e outras avaliações possuem reconhecimento

mundial. Muitas entidades acreditadoras de laboratório (que foram avaliadas e constatadas como satisfazendo requisitos relevantes - ver 4.6 acima) assinaram um acordo multilateral (o Acordo ILAC) para reconhecer a equivalência dos esquemas de acreditação 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 acreditação relativo à ISO/IEC 17025, certificação relativa à ISO 9001, ou conformidade/registro com os princípios da GLP.

## 5. ESCOPO

- 5.1 Um laboratório pode aplicar GQ a toda ou parte de suas operações. Quando um laboratório reivindica conformidade junto a, certificação ou acreditação para uma norma específica, é importante ficar claro, a que esta conformidade, certificação ou acreditação se aplica. A declaração formal das atividades que foram certificadas com a ISO 9000, ou acreditadas com a ISO 17025, é conhecida como “escopo”. A ISO 9000 e a GLP necessitam apenas de uma breve descrição das atividades envolvidas, mas, no caso da ISO/IEC 17025, uma descrição detalhada do trabalho específico abrangida pela acreditação é normalmente necessária.
- 5.2 A gestão da qualidade é auxiliada por uma clara declaração das atividades, que devem definir de maneira ideal a amplitude do trabalho envolvido, mas sem limitar a operação do laboratório. Diferentes normas da qualidade possuem regras diferentes, mas para a ISO/IEC 17025, o escopo pode ser tipicamente definido em termos de:
- i) faixa de produtos, materiais ou tipos de amostra 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. Porém, o escopo deve ser tão específico como viável e o sistema de GQ mantido pelo laboratório deve assegurar que a qualidade dos resultados esteja 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 acreditadora, que deverá ter uma política específica para tais situações. Tipicamente é possível conceder mudanças simples, por meio de 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 Análise é uma investigação complexa em múltiplos estágios, que pode ser sintetizada pelas seguintes subtarefas. Quando apropriado, a seção correspondente nesse guia é também listada. Nem todas as etapas serão necessárias, a cada vez que uma medição de rotina for realizada. Além disso, na realidade, a medição é muitas vezes um processo iterativo, antes que passe pela série linear de etapas abaixo mostradas:

- ▶ Especificação dos requisitos - ver Seção 7
- ▶ Análise das informações \*
- ▶ Pensamento criativo \*
- ▶ Plano de estudo \* - ver Seção 8
- ▶ 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/recomendação

*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 quando relevante.

## 7. ESPECIFICAÇÃO DO REQUISITO ANALÍTICO

7.1 O laboratório possui o dever de prestar um serviço analítico a seus clientes, que seja apto para resolver seus problemas.

7.2 A chave para uma boa análise é uma especificação clara e adequada do requi-

sito. Este precisará ser produzido em cooperação com o cliente, que pode necessitar de ajuda considerável para converter seus requisitos funcionais em uma 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 para o cliente, mas devem ter o acordo do cliente e do laboratório. A especificação do pedido analítico deve abordar as seguintes questões:

- ▶ Contexto analítico
- ▶ Informações necessárias
- ▶ Estado crítico/risco aceitável
- ▶ Restrições de tempo
- ▶ Restrições de custos
- ▶ Amostragem
- ▶ Requisitos de rastreabilidade
- ▶ Incerteza de medição
- ▶ Requisitos de método, incluindo preparação da amostra
- ▶ Identificação/confirmação/impressão digital
- ▶ Critérios de limites
- ▶ Requisitos de GQ/CQ
- ▶ Requisitos/aprovação do plano de pesquisa

7.3 O nível de documentação deve ser proporcional com a escala e estado 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, na sua forma mais básica, simplesmente uma entrada em um caderno de anotações. Planos mais detalhados deverão ser apropriadas para tarefas maiores e mais complicadas. Para trabalho realizado, segundo a GLP, existe um requisito específico para que o trabalho seja executado, segundo **planos de estudo** documentados.

8.2 Os planos deverão indicar tipicamente 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 modificar a estratégia, o plano deve ser alterado de acordo.

## 9. ANÁLISE FORA-DE-ROTINA

- 9.1 Análise fora-de-rotina pode ser considerada, quer como tarefas, mas que sejam realizadas ocasionalmente, onde metodologia confiável já se encontra estabelecida, quer como tarefas onde cada amostra requer uma abordagem diferente e a metodologia precisa ser estabelecida na ocasião. A orientação é dada 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 subseqüentemente analisadas, usando-se esse método. Assim, quando um único método puder ser usado para uma grande produção 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 muitos 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 outras instâncias, a subcontratação de trabalho a um laboratório que se especializasse em um tipo particular de trabalho seria 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. Frequentemente 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 foram apresentados a um ambiente 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 visível por UV.
- 9.5 A documentação de tais métodos genéricos deve ser elaborada, de forma que ela possa acomodar facilmente as pequenas mudanças que se referem à extração, depuração, ou medição de diferentes analitos, por exemplo, pelo uso de tabelas. Os tipos de parâmetros, que podem ser variados são o tamanho da amostra, quantidade e tipo dos solventes de extração, condições de extração, colunas cromatográficas ou condições de separação ou ajustes do comprimento de onda do espectrômetro.

- 9.6 O valor de tais métodos para análise fora-de-rotina é que, quando uma nova combinação de analito/matriz é encontrada, é frequentemente possível incorporá-la a um método genérico existente com validação adicional apropriada, cálculos da incerteza de medição e documentação apropriada. Assim, os custos adicionais incorridos são minimizados, em comparação com o desenvolvimento de um novo método integral. O método deve definir as verificações que precisarão ser realizadas para os diferentes analitos ou tipos de amostra, 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.
- 9.7 É possível acreditar uma análise fora-de-rotina e a maior parte das entidades acreditadoras terá uma política para avaliar tais métodos e descrevê-los no programa ou escopo de acreditação do laboratório. O ônus caberá ao laboratório, para demonstrar aos avaliadores que, ao usar estas técnicas, ele está satisfazendo todos os critérios da norma de qualidade relevante. De modo particular, a experiência, capacitação e treinamento do pessoal envolvido será um importante fator na determinação, se tais análises podem ser ou não acreditados.

## 10. PESSOAL

- 10.1 A administração do laboratório deve definir normalmente os níveis mínimos de qualificação e experiência necessários aos principais cargos dentro do laboratório. A análise química deve ser realizada por um analista qualificado, experiente e competente, ou sob a supervisão deste. Outra equipe gabaritada do laboratório deverá possuir normalmente competência similar. Menores qualificações formais podem ser aceitáveis, quando o pessoal possuir ampla experiência relevante 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 como composta por analistas experientes. O pessoal submetido a treinamento, ou sem nenhuma qualificação relevante, pode realizar análises, desde que tenha comprovadamente recebido um nível adequado de treinamento e seja adequadamente supervisionado.
- 10.2 Em determinadas circunstâncias, os requisitos mínimos para qualificações e experiência para pessoal realizando 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 do equipamento. Quando apropriado isto deverá incluir treinamento nos princípios e teoria baseada nas técnicas específicas. 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 precisa ser monitorada, por exemplo, usando-se técnicas de controle da qualidade. A necessidade de reciclar periodicamente o pessoal precisa ser considerada, quando um método ou técnica não estiver em uso regular. Embora a administração do laboratório seja responsável por assegurar o fornecimento de um treinamento adequado, deve ser enfatizada a ocorrência de um forte elemento de auto-instrução, particularmente entre 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 os membros individuais da equipe foram adequadamente treinados, e sua 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 pertinente (e reciclagem, conforme necessário).

Possivelmente também:

iv) participação em esquemas para ensaios de proficiência e/ou de GQ, com 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 centralizadamente 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 de um valor médio do analito sobre um material, estabelecimento de um perfil de concentração de analito sobre 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 espécie de amostra. Claramente a maneira com que as amostras são obtidas irá depender do objetivo da análise.

- 11.2 A importância do estágio de amostragem não pode deixar de ser excessivamente enfatizada. Se a porção do ensaio 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 e nem o cuidado para realização da análise. Planos de amostragem podem ser aleatórios, sistemáticos ou seqüenciais, e podem ser empregados para obtenção de informações quantitativas ou qualitativas, ou para determinação da conformidade ou não-conformidade com uma especificação.
- 11.3 A amostragem sempre contribui para a incerteza de medição. Conforme a metodologia analítica melhora e os métodos permitam ou requeiram o uso de porções menores de 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 subamostragem 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(s) amostra(s) apropriada(s), a partir de uma maior quantidade de material, é um estágio muito importante na análise química. Raramente ele é direto. De maneira ideal, se os resultados finais produzidos tiverem que ser de algum valor prático, os estágios de amostragem devem ser realizados por um mensurando capacitado, ou sob a direção deste, com um conhecimento do contexto global da análise. É possível que uma pessoa destas seja um analista experiente, ou alguém especificamente treinado em amostragem. Quando não for prático utilizar tal pessoa capacitada para coletar as 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 e delegá-lo a um empregado inexperiente e sem treinamento.
- 11.6 A terminologia usada em amostragem é complicada e pode ser confusa. 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 usados sejam claramente definidos, a fim de que o procedimento fique claro para outros usuários. Da mesma forma, é importante assegurar, ao comparar dois procedimentos distintos, que a

terminologia usada seja consistente. Por exemplo, deve se tomar cuidado no uso da palavra “granel”, visto que esta pode se referir à combinação de amostras individuais, ou a uma massa não-diferenciada.

- 11.7 Um dos melhores tratamentos na 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 o **carregamento** 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**, 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 fins da orientação abaixo fornecida, foram usadas as seguintes definições, conforme propostas pelo IUPAC:

**Amostra:** Uma porção de material selecionada, representando uma maior corpo do material.

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

**Subamostra:** Isto se refere a uma porção da amostra obtida por seleção ou divisão; uma unidade individual retirada do lote, fazendo parte da amostra ou; a unidade final da amostragem em estágios múltiplos.

**Amostra de laboratório:** Matéria-prima fornecida ao laboratório.

**Amostra de teste:** A amostra preparada a partir da amostra de laboratório.

**Preparação da amostra:** Isto descreve os procedimentos seguidos para selecionar a porção de ensaio da amostra (ou subamostra) e inclui: processamento em laboratório; mistura; redução; abaulamento e esquadramento; estriamento; moagem e trituração.

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

- 11.9 Uma vez recebida pelo 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 não ser que de outra forma especificado, 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. Deve se tomar cuidado 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 abaulamento e esquartejamento, estriamento, ou por meio de um divisor rotativo ou de um divisor centrífugo. A etapa de redução do tamanho das partículas pode ser executada manualmente (almofariz e gral) ou mecanicamente, usando-se moinhos ou trituradores. Deve se tomar cuidado 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 de análise padrão 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 para se projetar, adaptar, ou seguir uma estratégia de amostragem:

11.12.1 O problema, demandando a coleta de amostras e subsequente análise, deve ser entendido e o procedimento de amostragem elaborado de acordo. A estratégia de amostragem usada irá depender da natureza do problema, p. ex.:

- a) a concentração média de analito no material é requerida;
- b) o perfil de analito sobre o material é necessário;
- c) o material é suspeito de contaminação por um analito particular;
- d) o contaminante é distribuído de modo heterogêneo (ocorre em pontos nítidos) 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 presumir que o material seja homogêneo, mesmo quando ele pareça ser. Quando o material se encontra claramente em duas fases físicas, ou mais, a distribuição do analito pode variar dentro de cada fase. Pode ser apropriado separar as fases e tratá-las como amostras distintas. Da mesma forma, pode ser apropriado combinar e homogeneizar as fases para formar uma amostra única. Em sólidos, pode haver uma variação considerável na concentração de analito, se a distribuição do tamanho de partícula do material principal variar significativamente e, durante um período de tempo, o material puder decantar. Antes da amostragem, pode ser apropriado, caso praticável, misturar o

material para assegurar uma distribuição do tamanho da partícula representativa. Da mesma forma, a concentração de analito pode variar dentro de um sólido, onde diferentes partes do material estiveram sujeitas a diferentes esforços. Por exemplo, considere a medição do monômero cloreto de vinila (VCM) na estrutura de uma garrafa de PVC. A concentração do VCM varia significativamente, dependendo de se ela é medida no gargalo da garrafa, na sua curvatura, lados ou base.

- 11.12.3 As propriedades do(s) analito(s) de interesse devem ser levadas em consideração. Volatilidade, sensibilidade à luz, instabilidade térmica e reatividade química podem ser considerações importantes na elaboração da estratégia de amostragem e escolha do equipamento, embalagem e condições de armazenamento. O equipamento usado para amostragem, subamostragem, manuseio de amostra, preparação de amostra e extração de amostra, deve ser selecionado, a fim de evitar alterações indesejadas na natureza da amostra que podem influenciar os resultados finais. A importância dos erros gravimétricos ou volumétricos durante a amostragem deve ser considerada e todos os equipamentos críticos calibrados. Pode ser apropriado acrescentar produtos químicos, como ácidos ou antioxidantes, à amostra para estabilizá-la. Isto é de particular importância na análise residual onde existe um perigo de adsorção do analito sobre o vaso de armazenagem.
- 11.12.4 Pode ser necessário considerar o uso e valor do restante do material original, após uma amostra ter sido removida para análise. Uma amostragem feita com pouca atenção, especialmente se destrutiva, pode tornar todo o carregamento 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 de amostragem. Isto deverá tornar mais fácil a repetição da amostragem numa data futura, podendo também auxiliar na obtenção de conclusões a partir dos resultados de ensaio. Uma aplicação típica, onde um esquema destes será útil, é a amostragem de solos sobre uma ampla área, para monitorar sedimentos das emissões de chaminés.
- 11.12.7 Quando o laboratório não tiver sido responsável pelo estágio de amostragem, ele deve declarar no relatório que as amostras foram analisadas a medida que foram recebidas. Se o laboratório tiver conduzido ou dirigido o estágio de amostragem, ele deve divulgar os procedimentos usados e comentar sobre 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. Uma atenção particular deve ser dedicada à possível contaminação das amostras por metais ou plastificantes sendo dissolvidos do recipiente, ou de sua tampa, para dentro da amostra. A embalagem deve também garantir que a amostra possa ser manipulada sem causar um risco químico, microbiológico, ou outro qualquer.
- 11.14 A cobertura da embalagem deve ser adequada para garantir que não haja vazamento da amostra através do recipiente, e que a amostra em si não possa ser contaminada. Em algumas circunstâncias, por exemplo, quando amostras tiverem sido colhidas para fins legais, a amostra pode ser lacrada, de forma que o acesso à amostra só seja possível pela ruptura do lacre. A confirmação do estado satisfatório dos lacres fará, então, normalmente parte do relatório analítico.
- 11.15 O rótulo da amostra é um aspecto de documentação importante e deve identificar sem ambigüidade a amostra, com relação a planos ou notas pertinentes. A rotulagem é particularmente importante, posteriormente no processo analítico, quando a amostra possa ter sido dividida, subamostrada, ou modificada de alguma maneira. 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, onde apropriado, ser à prova de desbotamento, autoclavagem, derramamento de reagente ou amostra, e 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 confirmado por recibos, para testemunhar 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 precisam ser guardadas a uma temperatura apropriada e de tal modo, para 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 da concentração de analito (micotoxinas). Se necessário, deve ser empregada monitoração ambiental. Um nível de segurança apropriado deve ser exercido para 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 guarda e descarte de amostras. O procedimento de descarte deve levar em consideração as diretrizes acima citadas.

- 11.19 Para avaliar integralmente um resultado analítico para avaliação de conformidade, ou para outros fins, é importante ter conhecimento do plano 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. Considerando que a amostragem para inspeção por atributos é um método, pelo qual a unidade de produto é classificada em conforme ou não-conforme, ou o número de não-conformidades na unidade de produto é contado com relação a um determinado conjunto de requisito. Na inspeção por atributos, o risco associado à aceitação/rejeição de não-conformidades é determinado pelo *nível de qualidade aceitável (AQL)* ou a *qualidade limite (LQ)*.

## 12. AMBIENTE

- 12.1 Amostras, reagentes, padrões de medida e materiais de referência devem ser armazenados para garantir sua integridade. De modo particular, as amostras devem ser armazenadas, de modo que a contaminação cruzada não seja possível. O laboratório deve se proteger contra sua deterioração, contaminação e perda de identidade.
- 12.2 O ambiente de laboratório não deve ter um número excessivo de pessoas, devendo ser limpo e arrumado para garantir que a qualidade do trabalho desenvolvido não seja comprometida.
- 12.3 Pode ser necessário restringir o acesso a áreas específicas de um laboratório, devido à natureza do trabalho realizado. As restrições podem ser feitas por motivos de segurança, seguridade, ou sensibilidade à contaminação ou interferências. Exemplos típicos podem ser trabalho envolvendo explosivos, materiais radioativos, carcinogênicos, exame forense, técnicas PCR e análise residual. Quando tais restrições se encontrarem em vigor, o pessoal deve estar ciente:
- i) do uso pretendido para uma área específica;
  - ii) das restrições impostas ao trabalho dentro dessas áreas;
  - iii) dos motivos para impor tais restrições;
  - iv) dos procedimentos a serem seguidos, quando tais restrições forem violadas.
- 12.4 Apesar da seleção de áreas designadas para novos trabalhos, o uso anterior da área deve ser levado em conta. Antes do uso, devem ser feitas verificações para garantir que a área esteja livre de contaminação.

- 12.5 O laboratório deve fornecer condições ambientais apropriadas e controles necessários para ensaios específicos ou operação de equipamento específico, incluindo temperatura, umidade, isenção de vibração, isenção de contaminação microbiológica em suspensão no ar ou na poeira, iluminação especial, filtragem de radiação, e serviços específicos. Condições ambientais críticas precisam ser monitoradas e mantidas dentro de limites predeterminados.
- 12.6 Um desmembramento das condições ambientais críticas pode ser indicado por sistemas de monitoração, ou pelo controle de qualidade analítica dentro dos 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, procedimentos de emergência estabelecidos.
- 12.7 Procedimentos de descontaminação podem ser apropriados, quando o ambiente ou o equipamento estiver sujeito a mudança de uso, ou quando contaminação acidental tiver ocorrido.

## **13. EQUIPAMENTO (Ver também Apêndice B)**

### **13.1 *Categorias de equipamento***

13.1.1 Todo o equipamento usado em laboratórios deve ser de uma especificação suficiente para o fim pretendido, e mantido num estado de manutenção e calibração compatível com seu uso. O equipamento normalmente encontrado no laboratório químico pode ser classificado como:

i) equipamento para serviços gerais, não usado para tomada de medições ou com influência mínima sobre medições (p. ex. chapas quentes, agitadores, vidraria não-volumétrica e vidraria usada para medição grosseira de volume, tais como cilindros de medição) 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 tipicamente conservado apenas

por meio de limpeza e verificações de segurança, conforme necessário. Calibrações ou verificações de desempenho serão necessárias onde a regulagem puder afetar significativamente o ensaio ou o resultado analítico (p. ex. a temperatura de um forno de mufla, ou banho em temperatura constante). Tais verificações precisam ser documentadas.

### 13.3 *Equipamento volumétrico e instrumentos de medição*

- 13.3.1 O uso correto desse equipamento é crítico para medições analíticas e, assim, ele precisa ser corretamente usado, 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 por métodos de limpeza etc. Além de demandarem procedimentos exatos para manutenção, tais aparelhos podem, assim, necessitar de calibração mais regular, dependendo do uso. Por exemplo, o desempenho de picnômetros, viscosímetros com tubo em “U”, pipetas e buretas são dependentes da “molhabilidade” e das características de tensão superficial. Procedimentos de limpeza devem ser escolhidos, de modo a não comprometer essas propriedades.
- 13.3.2 Deve ser dada atenção à possibilidade de contaminação originada pela estrutura do equipamento em si, que pode não ser inerte, ou pela contaminação cruzada originada pelo uso anterior. No caso de vidrarias volumétricas, procedimentos de limpeza, armazenagem e segregação de equipamentos volumétricos podem ser decisivos, particularmente para análises residuais, onde dissolução e adsorção podem ser significativas.
- 13.3.3 O uso correto combinado com manutenção, limpeza e calibração periódicas não irá garantir necessariamente que um instrumento funcione adequadamente. Quando apropriado, devem ser realizadas verificações periódicas de desempenho (p. ex. verificar a resposta, estabilidade e linearidade de fontes, sensores e detectores, a eficiência de separação de 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 por experiência e baseada na necessidade, tipo e desempenho anterior do equipamento. Os intervalos entre 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 previstos dos detectores ou sensores para materiais de referência, a resolução das misturas de componentes por sistemas de separação, as características espectrais

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

#### 13.4 *Padrões de medida física*

13.4.1 Onde quer que os parâmetros físicos forem decisivos ao correto desempenho de um ensaio específico, o laboratório deve 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 de 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 usados nos ensaios.

13.4.3 Materiais para padrões de medições e quaisquer certificados anexos devem ser armazenados e usados de uma maneira consistente para a preservação do estado de calibração. Uma consideração particular deve ser dada 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 para seu uso pretendido. A seleção, compra, recebimento e armazenagem.

14.2 A qualidade de qualquer reagente crítico usado (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 de análise da amostra, contudo ele faz parte da boa prática de laboratório e deve

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

- 14.4 Quando a qualidade de um reagente for decisiva para um ensaio, a qualidade de um novo lote deve ser verificada em comparação com o lote de saída antes do uso, desde que o lote de saída seja conhecido 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 para relacionar os resultados das medições aos valores de padrões ou referências, os pontos de referência preferidos sendo o sistema de unidades internacionalmente reconhecido, o SI. Isto é alcançado através do uso de padrões primários (ou outros padrões de alto nível) que são usados para estabelecer padrões secundários, que podem ser usados para calibrar padrões em nível de trabalho e sistemas de medição correlatos. 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 este for o caso, a rastreabilidade de medições usadas para controle dessas quantidades precisa ser também 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 a validação e calibração de métodos (químicos). A validação estabelece que o método mede, na verdade, 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 materiais de referência de substâncias puras.

As questões importantes aqui são identidade e pureza, o primeiro sendo mais um problema de química orgânica, onde níveis muitos maiores de detalhe estrutural são muitas vezes requeridos, podendo ocorrer confusão com componentes similares. A incerteza de uma medição irá, em parte depender da incerteza da pureza do padrão químico usado. Contudo, somente no caso de alguns materiais orgânicos, onde problemas de pureza e estabilidade possam ser acentuados, ou quando for necessário um exame de alta precisão dos principais componentes, 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, com relação àquela na amostra fornecida ao processo de medição final. Esta tendência (algumas vezes chamada de “recuperação”) pode ser devido a perdas de processamento, contaminação ou interferências. 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 abordar a tendência do método incluem:

- ▶ Uso de métodos primários ou de referência, de tendência conhecida e pequena;
- ▶ Comparações com MRCs matriciais estreitamente combinados;
- ▶ Medição de brancos e amostras gravimetricamente contaminada;
- ▶ Estudo de perdas, contaminação, interferências e efeitos de matrizes.

O estabelecimento da rastreabilidade desta parte do processo de medição requer a correlação da tendência de medição com referências estabelecidas, tais como os valores contidos por materiais de referência com matrizes combinadas. Deve ser observado que a medição da recuperação de amostras contaminadas 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 contaminado pode estar livremente disponível na superfície das partículas da amostra, enquanto que o analito nativo pode ser fortemente adsorvido dentro das partículas e, portanto, extraído de forma muito menos rápida.

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 do mol 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 padrão 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

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. De modo alternativo 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 seja reivindicada de acordo com o SI.

## 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 17025:1999 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 de 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 temperatura nos equipamentos volumétricos, reflexão e dispersão da luz em

instrumentos espectroscópicos, variações da voltagem de rede elétrica, interpretação de métodos especificados por parte de analistas individuais 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), a fim de fornecer um valor global. Um registro precisa ser mantido das fontes individuais de incerteza identificadas, o valor de cada contribuição e a origem do valor (por exemplo, medições repetidas, referência de literatura, dados de CRM 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 contaminação.
- 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 medição da dispersão em resultados ao longo de um número adequado de determinações sob uma faixa de condições representativas. (Numa investigação destas, 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 informado, comparações entre laboratórios internacionais, experimentos sobre sistemas de modelo etc. Estes diferentes 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 experimentos 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 cooperativo, a incerteza no valor do material de referência não é incluída na variação interlaboratorial. Da mesma forma, experimentos entre laboratórios utilizam tipicamente uma faixa restrita de materiais de ensaio, normalmente homogeneizados com cuidado, de modo que a possibilidade da falta de homogeneização e diferenças na matriz entre amostras reais e materiais de ensaio nos experimentos cooperativos devem ser também levadas em consideração.
- 16.11 Tipicamente, as contribuições de incerteza para resultados analíticos podem incidir em quatro grupos principais:
- i) Contribuições a partir da variabilidade aleatória de curta duração, tipicamente estimada a partir dos experimentos de repetitividade.
  - ii) Contribuições tais como efeitos do operador, incerteza de calibração, erros de gradação de escala, efeitos de equipamento e laboratório, estimativas a partir dos experimentos de reprodutibilidade entre os laboratórios, intercomparações internas, resultados dos ensaios de proficiência ou por julgamento profissional.
  - iii) Contribuições fora do escopo dos experimentos entre laboratórios, 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 derivação).
- 16.12 As contribuições de incerteza para cada fonte precisam ser todas expressas da mesma maneira, de forma ideal como desvios padrão, ou desvios padrão relativos. Em alguns casos, isto irá demandar uma certa conversão. Por exemplo, os limites dos materiais de referência são muitas vezes 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%).
- 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 a 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, extraindo-se a raiz quadrada da soma dos DPRs ao quadrado para cada resultado intermediário, e a incerteza padrão  $u$  combinada, calculada a partir do RSD 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 de responsabilidade do laboratório usar métodos que sejam apropriados para a aplicação demandada. O laboratório pode usar o seu próprio critério, ou pode selecionar um método em consulta com o cliente, ou o método pode ser especificado em regulamento, ou pelo cliente.
- 17.2 Os padrões de qualidade frequentemente favorecem o uso de padrões ou métodos cooperativamente 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 adequado.

- 17.3 A validação de um padrão ou método cooperativamente testado, não deve ser considerado como concedida, a despeito de quão impecável for a origem do método, devendo o laboratório se convencer a si próprio de que o grau de validação de um método específico é adequado para o fim demandado, e que o próprio laboratório é capaz de verificar quaisquer critérios de desempenho declarados.
- 17.4 Métodos internamente desenvolvidos devem ser adequadamente validados, documentados e autorizados antes de uso. Quando 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 contaminado, 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 a validação do método é apresentada na seção 18.
- 17.5 A documentação dos 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 da ISO 78-2: (Ref C10) que fornece um modelo útil. Além disto, uma recomendação sobre documentação de métodos é disponível por outras fontes, tais como órgãos de acreditação 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 no 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, tal 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 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 cooperativamente 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 de 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 reação de analito e a concentração não precisa ser perfeitamente linear para que o método seja eficaz. Para métodos apresentando boa linearidade, é normalmente suficiente construir o gráfico de uma curva de calibração, usando-se padrões de medida em 5 níveis distintos de concentração (+ branco). Um maior número de padrões de medida será necessário, quando a linearidade 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 de amostra, e amostras contendo uma faixa de níveis de 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 desta 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  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

Concentração ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	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 ensaios 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.
- 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 cooperem.

- 18.12 A **tendência** (*algumas vezes chamada de recuperação*) de um sistema (método) de medição 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 medida 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 em função da concentração de analito, e esta dependência deve ser determinada e documentada. Ela pode ser expressa de diferentes maneiras dependendo das condições em que ela for calculada. Repetitividade é um tipo de precisão referente a medições feitas sob condições de repetitividade, isto é: mesmo método; mesmo material; mesmo operador; mesmo laboratório; curto período de tempo. Reprodutibilidade é um conceito de precisão referente a medições feitas sob condições de reprodutibilidade, isto é: mesmo método; operadores diferentes; laboratórios diferentes; equipamentos diferentes; longo período de tempo. Precisão é um componente da Incerteza de Medição (ver seção 16).

- 18.14 Observe que estas declarações de precisão se referem à análise quantitativa. Análise qualitativa pode ser tratada de uma maneira ligeiramente diferente. Análise qualitativa efetivamente é uma medição de sim/não num 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 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 de uma comparação de método confirmatório devem ser usados, se um método apropriado destes estiver disponível. Se um método destes não estiver disponível, amostras de brancos, contaminadas ou não, podem ser analisadas.

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

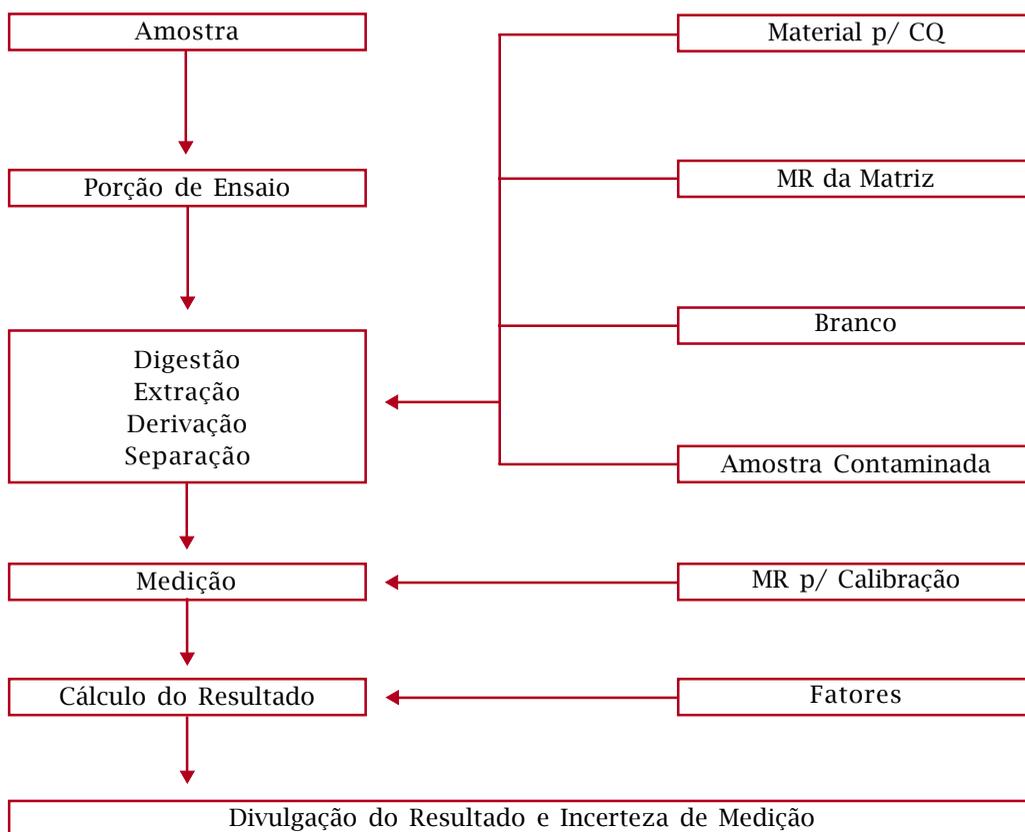
$\% \text{ de falsos negativos} = \text{falsos negativos} \times 100 / \text{total de positivos conhecidos}$

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

- 19.1 Calibração é um conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre valores indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes estabelecidos por padrões (ver VIM-B6). A maneira usual para realizar 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 da medição. Informações mais detalhadas sobre materiais de referência são apresentadas no próximo capítulo.
- 19.2 O programa global para calibração no laboratório químico deve ser criado para assegurar que todas as medições que possuam um efeito significativo sobre os resultados de 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, de preferência por mais de um laboratório e usando-se uma variedade de métodos validados (ver ISO Guia 35: Ref C6).
- 19.3 Ensaios analíticos podem ser subdivididos em classes gerais, dependendo do tipo de calibração demandada:
- 19.3.1 Alguns ensaios analíticos dependem criticamente da medição de propriedades físicas, tal como pesagem em gravimetria e medição de volume em titulometria. Visto que essas medições possuem um efeito significativo sobre os resultados do ensaio, é essencial um programa de calibração adequado para estas quantidades. Além disto, a calibração de dispositivos de medição usada para estabelecer a pureza ou a concentração dos padrões químicos precisa ser considerada.
- 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 nacional ou internacional padrão, e materiais de referência rastreáveis devem ser usados para fins de calibração quando disponíveis. Equipamentos novos ou recentemente adquiridos devem ser examinados pelo laboratório antes do uso para garantir a conformidade com os requisitos especificados de projeto, desempenho e dimensões.
- 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 um material de referência adquirido com matriz certificada. Contudo, em tais casos, uma estreita combinação entre a amostra de ensaio e o material de referência da matriz, em termos da natureza da matriz, e a concentração do analito precisa ser assegurada.
- 19.4 Porém, 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, usando-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, pela coleta de amostras contaminadas ou de materiais de referência da matriz, ao longo de todo o processo de medição, e definir o procedimento de calibração diário e as respectivas verificações do 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, quer deliberada, quer de outra forma, e após um serviço ou outra manutenção substancial. O nível e frequência de calibração devem estar baseados na experiência anterior e deve ser, pelo menos, aquele recomendado pelo fabricante. A diretriz sobre calibração é apresentada no Apêndice B e inclui intervalos típicos de calibração para vários tipos de instrumentos simples e indica os parâmetros que podem requerer de calibração em instrumentos analíticos mais complexos. A frequência de calibração requerida irá depender da estabilidade do sistema de medição, do nível de incerteza de requerida e do quão crítico é o trabalho.
- 19.6 Procedimentos para 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 frequência de calibração, e a ação a ser tomada no caso da falha de calibração. Intervalos de frequência para recalibração dos padrões de medida física devem ser também indicados.



**FIGURA 1**

- 19.7 A calibração de vidrarias volumétricas normalmente se refere a um solvente específico em uma temperatura específica. A calibração raramente é válida quando as vidrarias forem usadas com outros solventes, devido às diferentes densidades, características de molhabilidade, tensão superficial etc. Isto é particularmente pertinente para vidrarias volumétricas calibradas para fornecer um certo volume. Outros equipamentos volumétricos podem ser afetados, ao se usar solventes com altas taxas de expansão térmica. Nessas situações, as vidrarias devem ser recalibradas, usando-se o solvente pertinente na temperatura correta. De modo alternativo para a maior precisão possível, 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.

## 20. MATERIAIS DE REFERÊNCIA (MR)

- 20.1 Uma série de Guias ISO relativa aos materiais de referência é 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 do método, verificação da medição, avaliação da Incerteza de Medição e para fins de treinamento.
- 20.3 Materiais de referência podem assumir uma variedade de formatos, incluindo MRs de substâncias puras, MRs de matrizes e soluções ou misturas. Os itens abaixo são todos 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 pesos;
  - ▶ um sólido cristalino derretendo na faixa de 150-151° C;
  - ▶ um leite em pó contendo uma porção conhecida de vitamina C.
- 20.4 Para muitos tipos de análise a calibração pode ser realizada usando-se materiais de referência preparados dentro do laboratório, a partir de produtos químicos de pureza e composição conhecidas. Alguns produtos químicos podem ser adquiridos com um certificado de fabricante declarando a pureza. De modo alternativo, os produtos químicos de uma pureza mencionada, mas não certificada, podem ser adquiridos de fornecedores renomados. Qualquer que seja a fonte, é de responsabilidade dos usuários 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 produtores com sistemas comprovados de GQ. Contudo, um sistema de GQ não garante automaticamente a qualidade dos produtos do produtor 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 residual onde elas podem causar interferências. Uma atenção especial deve ser dada às recomendações dos fabricantes sobre armazenagem e prazo de validade. Além disto, é necessário ter cautela, já que os fornecedores nem sempre fornecem 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, calibrem equipamentos e métodos, monitorem o desempenho do laboratório e validem métodos, e permitam comparação de métodos, através de 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, com 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 com mais de um-terço da incerteza de medição global.
- 20.7 A composição do material de referência certificado deve ser a mais próxima possível daquela das amostras. Quando existirem interferências de matrizes, um método deve ser idealmente validado, usando-se um material de referência com matriz combinada, certificado de uma maneira confiável. Se um material destes não estiver disponível, pode ser aceitável usar-se uma amostra contaminada com um 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 grau de rigor. Detalhes de experimentos de homogeneidade, experimentos de estabilidade, os métodos usados na certificação e as incertezas e variações nos valores de analitos declarados são normalmente fornecidos pelo produtor, e devem ser usados para julgar a origem. O material deve vir acompanhado por um certificado, que inclui uma estimativa da incerteza do valor certificado (ver seção 16). A Guia 34 ISO (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 dos provedores de materiais de referência.
- 20.9 Materiais de referência e materiais de referência certificados devem ser claramente rotulados, de forma que eles sejam identificados sem ambigüidade e relacionados com certificados ou outra documentação anexa. Informações devem ser disponibilizadas, indicando 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 medida devem ser manipulados, de modo a protegê-los contra contaminação ou degradação. Procedimentos de treinamento do pessoal devem refletir estes requisitos.

## 21. CONTROLE DE QUALIDADE E ENSAIOS DE PROFICIÊNCIA

- 21.1 O significado dos termos ‘controle de qualidade’ e ‘Garantia da Qualidade (GQ)’ varia, muitas vezes, de acordo com o texto. 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 Fazendo 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, em esquemas apropriados de ensaios de proficiência (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 dificuldade, e confiabilidade dos ensaios.

21.3 **CQ Interno:** Este pode assumir uma variedade de formatos, incluindo o uso de: brancos; padrões de medida; amostras contaminadas; amostras cegas; análise de replicatas e amostras de CQ. O uso de gráficos de controle é recomendado, particularmente para monitoração das amostras de controle do CQ (Ref C20-22).

21.3.1 O nível de CQ adotado deve ser demonstradamente suficiente para assegurar a validade dos resultados. Diferentes tipos de controle de qualidade podem ser usados para monitorar diferentes tipos de variação dentro do 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 ao instrumento, além daquelas do analito; análises duplicadas fornecem uma verificação de repetitividade, conforme ocorre com as amostras cegas.

21.3.2 As amostras de CQ são amostras típicas, que são 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, monitorando o valor analisado da amostra de CQ, normalmente através de sua inclusão num gráfico de controle. Contanto que o valor da amostra de CQ seja aceitável, é provável que os resultados das amostras, no mesmo lote que a amostra de CQ, possam ser considerados confiáveis. A aceitação do valor obtido com a amostra de CQ deve ser verificada, assim que possível, no processo analítico, a fim de que, no caso de falha do sistema, o menor esforço possível tenha sido gasto em análise de amostras não confiáveis.

21.3.3 É de responsabilidade do analista definir e justificar um nível apropriado de controle de qualidade, baseado numa avaliação de riscos, levando em conta a confiabilidade do método, e o estado crítico do trabalho. É amplamente aceito que para análise de rotina, um nível de CQ interno de 5% seja identificado como razoável, isto é, 1 em cada 20 amostras analisadas deve ser uma amostra de CQ. Contudo, para métodos robustos de rotina com alto emprego 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% podem ser

requeridos. 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 contaminada (uma amostra à qual uma porção conhecida de analito foi deliberadamente adicionada). Aquelas 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 à norma de outros laboratórios, é participar regularmente dos esquemas para ensaios de proficiência (Ref C7). Ensaio de proficiência ajudam a destacar não só o desempenho da repetitividade e reprodutibilidade entre laboratórios, mas também erros sistemáticos, isto é, tendência. Ensaio de proficiência e outros tipos de intercomparações são aceitos como um meio importante de monitoração da qualidade em níveis nacional e internacional.
- 21.5 Os órgãos de acreditação também reconhecem o benefício desses esquemas como evidência objetiva de competência do laboratório e da eficiência do processo de avaliação em si. Quando possível, os laboratórios devem selecionar esquemas para ensaios de proficiência, que operem de acordo com a boa prática internacional (Ref C7) e tenham evidência de qualidade transparente, p. ex. por acreditação ou outra inspeção de parceiros (Ref B16). Laboratórios acreditados são normalmente solicitados a participar dos ensaios de proficiência, (quando existirem esquemas apropriados), como parte integrante de seus protocolos de GQ. É importante monitorar os resultados dos ensaios de proficiência, como um meio para verificar o desempenho e tomar ações corretivas, conforme necessário.

## 22. COMPUTADORES E SISTEMAS CONTROLADOS POR COMPUTADOR

- 22.1 Em laboratórios de ensaios químicos, computadores possuem uma ampla variedade de uso, incluindo:
- ▶ controle das condições ambientais críticas;
  - ▶ monitoração e controle de estoques;
  - ▶ programas de calibração e manutenção;
  - ▶ controle de estoque dos reagentes e padrões de medida;
  - ▶ projeto e execução de experimentos estatísticos;
  - ▶ programação de amostras e monitoração da produção de trabalho;

- ▶ geração dos gráficos de controle;
- ▶ monitoração dos procedimentos de ensaio;
- ▶ controle da instrumentação automatizada;
- ▶ captura, armazenagem, recuperação, processamento de dados, de modo manual ou automático;
- ▶ correspondência dos dados das amostras e da biblioteca;
- ▶ geração dos 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 interfaces e cabos sejam escolhidos para se adequarem à aplicação específica, visto que eles podem afetar seriamente a velocidade e a qualidade da transferência de dados.

22.3 O ambiente dos ensaios químicos cria riscos específicos para a operação de computadores e armazenagem das mídias de computador. Recomendações podem ser normalmente encontradas nos manuais de operação, porém um cuidado especial deve ser tomado para evitar danos provocados por contaminação química, microbiológica ou por poeira, calor, 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 a manutenção, ou revisão do software. Quando um computador for usado para coletar e processar dados associados a ensaios químicos para validação daquela função, é geralmente suficiente assumir a operação correta, se o computador produzir respostas previstas, quando a entrada for com parâmetros conhecidos. Programas de computador executando cálculos podem ser validados por comparação com resultados gerados manualmente. Deve ser observado que algumas falhas somente irão ocorrer, quando um grupo específico de parâmetros for inserido. Em ensaios químicos, verificações adequadas sobre as funções de coleta e manipulação de dados podem ser feitas, usando-se um Material de Referência Certificado para a validação inicial com um padrão de medida secundário, tal como um material de controle de qualidade usado para verificações repetitivas regulares. Quaisquer recomendações feitas pelo fabricante devem ser levadas em consideração. O procedimento de validação usado para um sistema específico e quaisquer dados registrados durante a validação devem ser documentados. Pode ser difícil validar esses sistemas isoladamente do instrumento analítico produzindo o sinal original. Normalmente, todo o sistema é validado de uma só vez, através do uso de materiais de referência ou padrões de medida química. 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 sejam controlados o suficiente para evitar a produção de relatórios ou outros documentos não-autorizados. Nos 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 deverão necessitar 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 todo o equipamento periférico. Muitas vezes o software não é acessível. Na maioria das circunstâncias a validação pode ser realizada pelo teste dos vários aspectos de funcionamento do instrumento, usando-se parâmetros conhecidos, p. ex. por ensaios dos 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 eles poderem ser processados, a saída do instrumento analítico precisará ser normalmente convertida em um sinal digital, usando-se um conversor analógico/digital. Os dados digitalizados são então traduzidos para um sinal identificável (números, picos, espectros, de acordo com o sistema), pelo algoritmo do software. O algoritmo toma várias decisões (tal como a decisão sobre onde os picos começam e terminam, ou se um número deve ser arredondado para cima ou para baixo), de acordo com as instruções programadas. O algoritmo é uma fonte comum de desempenho imprevisível, e a validação deve testar a lógica por detrás das decisões tomadas pelo algoritmo.
- 22.4.4 **Sistema automatizado controlado por computador.** Este pode envolver um ou mais dos exemplos anteriores, operado de forma simultânea ou em seqüência controlada pelo tempo. Esses sistemas serão normalmente validados, através de verificação da operação satisfatória (incluindo desempenho em circunstâncias extremas) e estabelecimento da confiabilidade do sistema, antes que seja permitido que ele funcione sem assistência. 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 funcionamento do sistema. Uma consideração importante é que o computador, interfaces e fiação de ligação tenham suficiente capacidade para as tarefas requeridas. Se qualquer parte do sistema for sobrecarregada, sua operação será retardada, havendo uma possível perda de dados. Isto pode ter graves conseqüências, quando

as operações incluam rotinas sincronizadas. Quando possível, o software de controle deve ser ajustado para identificar e destacar qualquer mau funcionamento e dados associados a marcações. O uso de amostras de controle de qualidade e padrões operados em intervalos nos lotes de amostra deve ser então suficiente para monitorar o correto desempenho em bases diárias. Rotinas de cálculo podem ser verificadas, através de testes com valores de parâmetros conhecidos. A transmissão eletrônica de dados deve ser verificada, para garantir que nenhuma degradação tenha ocorrido durante a transmissão. Isto pode ser realizado no computador, pelo uso de 'arquivos de verificação', mas, sempre que prático, a transmissão deve ser assegurada por uma cópia impressa dos dados.

22.4.5 **Sistemas de Gestão das Informações do Laboratório (LIMS).** Sistemas LIMS são cada vez mais populares como um meio de gestão das atividades dos laboratórios. Um LIMS é um sistema baseado em computador com software que permite o confronto eletrônico, cálculo e disseminação de dados, muitas vezes recebidos diretamente dos instrumentos analíticos. Ele incorpora capacitações para processamento de texto, banco de dados, planilhas e processamento de dados, e pode executar uma variedade de funções, incluindo: registro e rastreamento de amostras; atribuição e alocação de ensaios; geração de pastas de trabalho com planilhas; processamento dos dados capturados; controle da qualidade; controle financeiro; e geração de relatórios. A operação do LIMS pode ser limitada ao laboratório propriamente dito, ou ela pode fazer parte de um amplo sistema de computação da empresa. As informações podem ser inseridas manualmente ou descarregadas diretamente da instrumentação analítica, ou de outros dispositivos eletrônicos, tais como leitoras de código de barras. As informações podem ser fornecidas eletronicamente, ou por meio de cópias impressas. As saídas eletrônicas podem ser constituídas de dados brutos ou processados, gravados em outros computadores dentro da mesma empresa, ou remotos, talvez transmitidos através de um modem ou correio eletrônico. Da mesma forma, as informações podem ser descarregadas para um disco. Quando os dados são transmitidos de um sistema para outro, pode haver o risco da corrupção de dados através de incompatibilidade do sistema 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 gestão de acesso a várias funções e evidências de auditoria para alterações de catálogo e gestão de arquivos. Quando os dados forem transmitidos eletronicamente, será necessário incorporar verificações de segurança para proteção contra corrupção de dados e acesso não-autorizado.

## 23. AUDITORIA E ANÁLISE CRÍTICA DE LABORATÓRIO

- 23.1 Ver a seção 3.6 sobre a terminologia.
- 23.2 Um aspecto importante da gestão da qualidade é o reexame periódico do sistema da qualidade pela própria administração 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 seguindo realmente o sistema descrito. Este exame é normalmente conhecido como auditoria (em oposição à avaliação ou auditoria externa conduzida por órgãos de acreditação ou certificação). Em segundo lugar, o sistema deve ser examinado, a fim de verificar se ele atende os requisitos do laboratório, de seus clientes e, se apropriado, do padrão de gestão da qualidade. Ao longo de um período de tempo, as necessidades do laboratório e de seus clientes irão se modificar e o sistema da qualidade deve evoluir para continuar a preencher seu objetivo. Este segundo tipo de exame é normalmente conhecido como análise crítica, e deve ser realizado pelo menos anualmente. Ele é realizado pela administração do laboratório e utiliza informações de uma pluralidade de fontes, incluindo resultados de auditorias internas, avaliações externas, participação em esquemas para ensaios de proficiência, estudos para 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 correto treinamento, orientação e autoridade necessária para seu serviço. As auditorias são normalmente realizadas pelo pessoal do laboratório que trabalha fora da área de exame. É claro que isto nem sempre é possível, quando o número de pessoas é pequeno.
- 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, desde o recebimento até a eliminação, examinando todos os aspectos do sistema da qualidade relativos a seus ensaios.
- 23.5 Uma lista de verificação, detalhando os aspectos de um laboratório químico, que deve ser examinada durante uma auditoria da qualidade, se encontra listada no Apêndice A deste Guia.
- 23.6 A inspeção de gestão deve ser realizada em intervalos regulares. Uma vez por ano é normalmente suficiente, muito embora, para laboratórios com um amplo escopo para acreditação, pode ser necessário desmembrar a análise crítica em módulos distintos, que podem ser examinados ao longo do ano. As

questões que devem ser abordadas na análise crítica anual incluem o sistema da qualidade e questões que afetam a qualidade analítica, auditorias internas, ações corretivas e preventivas, *feedback* e reclamações de clientes.

## REFERÊNCIAS E BIBLIOGRAFIA

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

### A. GUIAS CITAC e EURACHEM

(disponíveis em CITAC [www.citac.ws](http://www.citac.ws) e EURACHEM [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org))

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 17025:1999 Requisitos gerais sobre a competência dos laboratórios de ensaio e calibração
2. ISO 9000:2000 Sistemas de Gestão da Qualidade - Fundamentos e Vocabulário
3. Princípios OECD da Boas Práticas de Laboratório: 1998  
(Código: ENV/MC/CHEM(98)17 baixar: <http://www1.oecd.org/ehs/ehsmono/01E88455.pdf>)
4. ISO/IEC Guia 2:1996 Normalização e atividades relacionadas - Vocabulário geral (atualmente sendo revisado como ISO17000)
5. ISO 9001:2000 Sistemas de Gestão da Qualidade - Requisitos
6. Vocabulário internacional de termos básicos e gerais em metrologia (VIM) - 2ª edição 1993 (ISO/BIPM/IEC/IFCC/IUPAC/IUPAP/OIML)

7. Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM), ISO, Genebra, Suíça, 1995.
8. Meeting the Measurement Uncertainty and Traceability Requirements of ISO/IEC 17025 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
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 17025
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 17025

*Nota: Outras Diretrizes produzidas por Órgãos Regionais de Acreditação são também aqui relevantes (ver endereços de sites na Seção D, nº 7, 8 e 9 abaixo). Além disto, a maioria dos órgãos nacionais de acreditação pública uma diretriz fundamentando seus requisitos (normalmente baseados em normas ISO).*

## **C. OUTRAS REFERÊNCIAS (Guias e Normas ISO)**

1. Guia 30:1992 ISO Termos e definições usados relacionados com materiais de referência
2. Guia 31:2000 ISO Termos e Definições relacionados com materiais de referência
3. Guia 32:1997 ISO Calibração em química analítica e uso dos materiais de referência certificados
4. Guia 33:2000 ISO Usos de materiais de referência certificados
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. Guia 43: 1997 ISO/IEC Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais - Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaio de proficiência e Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaio de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios.
8. Guia 58:1993 ISO/IEC Sistemas de credenciamento de laboratórios de ensaio e calibração - Requisitos gerais para operação e reconhecimento. (A ser substituída pela ISO/IEC 17011 Requisitos gerais para órgãos fornecedores de avaliação e credenciamento).
9. Guia 62:1996 ISO/IEC Requisitos gerais para organismos que operam avaliação e certificação/registo dos sistemas da qualidade.
10. ISO 78-2:1999 Chemistry — Layouts for standards — Part 2: Methods of chemical analysis
11. ISO/DIS 10576-1:2001 Statistical Methods - Guidelines for the evaluation with specified requirements Pt 1. General principles
12. ISO 3534 Statistics — Vocabulary and symbols — Parts 1, 2 and 3 (1999)
13. ISO/DTS 21748-2002 (under preparation) Guide to the use of repeatability and reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation.
14. ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions ISO 5725-1:1994/Cor 1:1998
15. ISO 5725-2:1994 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 5725-3:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
17. ISO 5725-4:1994 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 5725-5:1998 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 5725-6:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 6: Use in practice of accuracy values
20. ISO 7870:1993 Control charts - General guide and introduction
21. ISO 7966:1993 Acceptance control charts
22. ISO 8258:1991 Shewhart control charts.

## ENDEREÇOS DE WEBSITES ÚTEIS

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

## BIBLIOGRAFIA

1. AOAC International - ISO 17025 and the Laboratory - An Introduction to Laboratory Accreditation: 2000  
(AOAC Internacional - ISO 17025 e o Laboratório - Uma Introdução a Acreditação de Laboratórios: 2000)
2. AOAC International - Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories - 3<sup>rd</sup> 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<sup>a</sup> 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<sup>a</sup> 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)

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)

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

### *Auditoria da Qualidade - Áreas de importância específica para um laboratório químico.*

#### **1. Pessoal**

- i) O pessoal possui a combinação adequada de instrução, qualificações acadêmicas ou vocacionais, experiência e instrução prática para o serviço desempenhado.
- ii) O treinamento prático é realizado com critérios estabelecidos, os quais são objetivos, sempre que possíveis. Registros atualizados do treinamento são guardados.
- 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 serviço realizado.
- ii) Os serviços e instalações do laboratório são adequados para o trabalho realizado.
- iii) Existe separação adequada para trabalhos potencialmente conflitantes.
- iv) As áreas de laboratório são suficientemente limpas e arrumadas, para garantir que a qualidade do serviço realizado não seja comprometida.
- v) Existe separação adequada para recepção, preparação, depuração, e áreas de medição das amostras, para garantir que a qualidade do serviço realizado não seja comprometida.
- vi) O cumprimento dos regulamentos de segurança é compatível com os requisitos da norma para gerenciamento da qualidade.

#### **3. Equipamento**

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

rastreabilidade adequada), sendo disponibilizados os certificados ou outros registros correspondentes demonstrando a rastreabilidade, segundo normas nacionais de medição.

- v) O equipamento calibrado é adequadamente rotulado, ou de outra forma identificado, para garantir que ele não seja confundido com equipamentos não-calibrados, e para garantir que seu estado de calibração fique claro para o usuário.
- vi) Verificações de desempenho e procedimentos de calibração dos instrumentos são documentados e disponibilizados aos usuários.
- vii) Procedimentos de calibração e verificações do 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 internos são inteiramente 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 ver se estão seguindo os métodos especificados.
- vi) Os métodos têm um nível de assessoria apropriado para controle da qualidade e calibração.
- vii) A incerteza foi estimada.

#### **5. Padrões de Medidas Química e Física, Reagentes e Materiais de Referência Certificados**

- i) Os padrões de medida necessários para os ensaios são prontamente disponibilizados.
- ii) Os padrões de medida são certificados, ou são os “melhores” disponíveis.
- iii) A preparação dos padrões de medida e dos reagentes de trabalho é documentada.
- iv) Padrões de medida, materiais de referência e reagentes são corretamente rotulados e armazenados. Quando apropriado são usadas datas de “abertura” e “usar até”.
- v) Novos lotes dos padrões de medida e reagentes críticos ao desempenho do método são confrontados com lotes antigos antes do uso.

- vi) O grau correto dos materiais está sendo usado nos ensaios.
- vii) Quando padrões de medida ou materiais de referência, forem certificados, cópias do certificado são disponibilizadas para inspeção.

## **6. Controle da Qualidade**

- i) Existe um nível adequado de controle da qualidade para cada ensaio.
- ii) Quando gráficos de controle forem usados, o desempenho é mantido dentro de critérios aceitáveis.
- iii) Amostras verificadoras do CQ estão sendo ensaiadas pelos procedimentos definidos, na frequência requerida, e existe um registro atualizado dos resultados e medidas tomadas, quando os resultados excederam os limites de ação.
- iv) Os resultados da reanálise aleatória de amostras apresentam uma medida de concordância aceitável com as análises originais.
- v) Quando apropriado, o desempenho em esquemas para 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 dos ensaios de proficiência com o controle da qualidade diário.

## **7. Controle das Amostras**

- i) Existe um sistema documentado eficaz para recebimento das amostras, identificação das amostras, com relação aos pedidos para análise, mostrando o andamento da análise, emissão de relatório, e eliminação da amostra.
- ii) Amostras são corretamente rotuladas e guardadas.

## **8. Registros**

- i) Caderno de anotações/planilhas ou outros registros apresentam a data de ensaio, analista, analito(s), detalhes da amostra, observações do ensaio, controle da qualidade, todos os cálculos grosseiros, quaisquer descrições de instrumentos relevantes, dados brutos, e dados de calibração relevantes.
- ii) Caderno de anotações/planilhas são indestrutíveis, 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 pela pessoa fazendo a correção.
- iv) O laboratório possui procedimentos para verificação dos cálculos e transmissões de dados e está usando-os.

## **9. Relatórios de Ensaio**

- i) As informações apresentadas em relatórios são compatíveis com os requisitos da norma, com o cliente, e refletem quaisquer provisões feitas no método documentado.

## **10. Diversos**

- i) Procedimentos documentados estão em operação para resolver reclamações e dúvidas, e falhas do sistema.
- ii) Existe evidência adequada de ação corretiva (no caso de falhas no sistema) e ação preventiva. A eficiência 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 trabalho de subcontratação, incluindo verificação de adequação.
- v) Auditorias verticais em amostras aleatórias (isto é, verificações feitas numa amostra, examinando todos os procedimentos associados a seus ensaios, desde o recebimento até a emissão de um relatório) não assinalaram quaisquer problemas.

**Intervalos de Calibração e Verificações de Desempenho.**

B1. Na Tabela Ap B-1 é dada orientação sobre a calibração do equipamento em uso normal em laboratórios analíticos, e da qual pode depender a calibração de outros instrumentos. Uma recomendação mais completa está disponível na literatura (ver bibliografia nº 32) e também em manuais de equipamento.

**Tabela Ap B-1**

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

Nota: Aqueles instrumentos assinalados com \* deverão ser normalmente calibrados em um laboratório de calibração acreditado, mas devem pelo menos apresentar rastreabilidade a padrões de medida nacionais.

Sinais da hora nacional via rádio, ou sinais da hora nacional via telefonia, proporcionam uma fonte apropriada de calibração rastreável da hora absoluta e da diferença horária. Cronômetros com movimentos eletrônicos/ de quartzo são geralmente mais exatos e estáveis, do que cronômetros mecânicos convencionais, e precisarão ser calibrados com menor frequência.

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 das injeções de amostras repetidas, transporte.
- ii) Desempenho da coluna (capacidade, resolução, retenção).
- iii) Desempenho do detector (saída, resposta, ruído, dispersão, seletividade, linearidade).
- iv) Aquecimento/ termostato (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 alimentador da fase móvel (precisão, exatidão, isenção de oscilações).

B2.3 *Sistemas de medição por Eletrodo incluindo condutímetro, pHmetro e íon-seletivo:*

- i) Tendência do eletrodo ou resposta reduzida.
- ii) Verificações de ponto fixo e inclinação usando padrões de medida química.

B2.4 *Aparelho de Aquecimento/Resfriamento, incluindo congelador a vácuo, refrigerador, fornos, esterilizador a ar quente, incubadoras, aparelhos para ponto de fusão e ebulição, banhos de óleo, estufas, autoclave e banhos de água:*

- i) Calibração periódica do sistema detector de temperatura usando-se o termômetro ou pirômetro calibrado, apropriado.
- 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 indutivamente acoplado - emissão ótica, infravermelho, luminescência, massa, ressonância magnética nuclear, fluorescência visível por ultravioleta e de raio x:*

- i) Exatidão, precisão, estabilidade do comprimento de onda selecionado.
- 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) Grátícula de calibração (para medição de comprimento).

B2.7 *Amostradores automáticos:*

- i) Exatidão e precisão dos sistemas síncronos.
- ii) Confiabilidade dos programas de sincronização.
- iii) Exatidão e precisão dos sistemas alimentadores de amostra.

## APÊNDICE C

Comparação entre ISO/IEC 17025:1999 e ISO/IEC Guia: 1990 (Esta tabela é reproduzida da ILAC G15:2001, Diretrizes para Credenciamento, conforme ISO/IEC 17025)

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
<b>Escopo</b>	1.1	1.1
	1.2	-
	1.3	-
	1.4	1.3
	1.5	7.6 Nota
	1.6	Intro
<b>Referências normativas</b>	2	2
<b>Termos e definições</b>	3	3
<b>Requisitos Administrativos</b>		
<b>Organização</b>	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)
<b>Sistema da qualidade</b>	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

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
	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)
	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, oncorrências 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)

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
	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)
	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

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
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 dos métodos	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)
Equipamento	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)
	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)

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
	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	-
<b>Rastreabilidade das medidas</b>	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
<b>Rastreabilidade das medidas (cont.)</b>	5.6.3.1	9.4, 9.5
	5.6.3.2	9.7
	5.6.3.3	9.6
	5.6.3.4	-
<b>Amostragem</b>	5.7.1	10.5
	5.7.2	-
	5.7.3	-
<b>Manuseio dos itens ensaio e calibração</b>	5.8.1	11.4
	5.8.2	11.1
	5.8.3	11.2
	5.8.4	11.3
<b>Garantia da qualidade de resultados ensaio e calibração</b>	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)
<b>Apresentação dos resultados</b>	5.10.1	13.1
	5.10.2 (a)	13.2 a)

Item da lista de conteúdo da ISO/IEC 17025	ISO/IEC 17025 Cláusula	ISO/IEC Guia 25
	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)
	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)	Ñ
	5.10.3.2 (c)	Ñ
	5.10.3.2 (d)	-
	5.10.3.2 (e)	Ñ
	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