

	REQUISITOS DE ACREDITAÇÃO CONFORME NORMA ABNT NBR ISO/IEC 17025 E CRITÉRIOS DE OPERAÇÃO PARA LABORATÓRIOS DE ENSAIOS VOLTADOS ÀS ANÁLISES DE DOPAGEM EM EQUÍDEOS	NORMA Nº NIT-DICLA-068	REV. Nº 02
		APROVADA EM ABR/2022	PÁGINA 1/11

SUMÁRIO

- 1 Objetivo
- 2 Campo de Aplicação
- 3 Responsabilidade
- 4 Histórico das Revisões
- 5 Documentos Complementares
- 6 Siglas
- 7 Informações Gerais
- 8 Parte A Interpretação da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 voltada aos laboratórios de ensaio que realizam análises em matrizes para identificação de dopagem de equídeos (“horseracing laboratories”)
- 9 Parte B Guia para estabelecer a presença de substância proibida
- 10 Parte C Recomendações adicionais

1 OBJETIVO

Esta Norma tem como objetivo estabelecer diretrizes de aplicação da ABNT NBR ISO/IEC 17025 para acreditação de laboratórios de ensaio em atendimento ao documento ILAC G 07, “*Accreditation requirements and operating criteria for horseracing laboratories*”, publicado em 2021.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta Norma aplica-se aos laboratórios de ensaio acreditados de dopagem em equídeos, aos avaliadores e à Dicla.

3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão e cancelamento desta Norma é da Dicla.

4 HISTÓRICO DAS REVISÕES

Revisão	Data	Itens revisados
1	SET/2019	- A norma foi revisada para alterar os requisitos em relação à nova versão da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. - Excluída a política de transição do capítulo 4. - Excluída referência ao ISO Guide 34, substituído por ABNT NBR ISO 17034
2	ABR/2022	- A norma foi revisada para adequação à nova versão do documento ILAC-G7: 04/2021. - Foram feitas adicionalmente algumas alterações de formatação em relação ao documento anterior.

5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

ABNT NBR ISO 17034	Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência
ABNT NBR ISO/IEC 17025	Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração
ILAC-G7:04/2021	Requisitos de acreditação e critérios operacionais para laboratórios que realizam ensaios em amostras provenientes de cavalos de corrida

(continua)



ILAC P-10	Política da ILAC sobre rastreabilidade metrológica dos resultados de medição
NIT-Dicla-016	Elaboração de escopo de laboratório de ensaios e de provedores de ensaios de proficiência
NIT-Dicla-070	Política e procedimento para implementação e gerenciamento de escopo flexível (áreas: Produtos Químicos – subárea Produtos farmacêuticos e Classe de Ensaio Químicos; Dopagem de equídeos)

6 SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AORC	<i>Association of Official Racing Chemists</i> (Associação de Químicos Turfistas Oficiais)
CIPM	<i>Comité Internacional de Pesos e Medidas</i>
Dicla	Divisão de Acreditação de Laboratórios
IABRW	<i>International Agreement on Breeding, Racing and Wagering</i> (Acordo Internacional sobre Reprodução, Corrida e Apostas)
IEC	<i>International Electrotechnical Committee</i> (Comitê Eletrotécnico Internacional)
IFHA	<i>International Federation of Horseracing Authorities</i> (Federação Internacional de Autoridades de Corridas de Cavalos)
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i> (Cooperação Internacional de Acreditação de Laboratórios)
ISO	<i>International Organization for Standardization</i> (Organização Internacional para Padronização)
MRA	<i>Mutual Recognition Arrangement</i> (Acordo de Reconhecimento Mútuo)
MU	<i>Measurement Uncertainty</i> (Incerteza de Medição)
NBR	Norma Brasileira
NIT	Norma Inmetro Técnica
SRM	<i>Selected Reaction Monitoring</i> (Monitoramento de reação selecionada)
SIM	<i>Selected Ion Monitoring</i> (Monitoramento de íon selecionado)

7 INFORMAÇÕES GERAIS

7.1 Os requisitos gerais para acreditação de laboratório de controle de dopagem de equídeos estão estabelecidos na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Como esses requisitos se aplicam a todos os tipos de laboratórios de ensaios e calibração, existe a necessidade de uma interpretação e aplicação adicional em casos específicos, em razão da elaboração deste documento, voltado para laboratório de controle de dopagem de equídeos.

7.2 Esse documento está subdividido em três partes:

7.2.1 Parte A: fornece a interpretação de determinados requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 para certos aspectos operacionais de laboratórios de controle de dopagem de equídeos. Não cobre todos os requisitos dessa norma, apesar de ser obrigatório o atendimento a todos eles no que tange a Acreditação.

7.2.2 Parte B: contém recomendações, na forma de guia, para o estabelecimento da presença de substâncias proibidas nas amostras testadas. Normalmente, os laboratórios de controle de dopagem de equídeos devem atender a esses requisitos.



7.2.3 Parte C: contém as seguintes recomendações: i) conformidade com uma especificação de desempenho apropriada, como requerida por uma autoridade relevante; e ii) adoção de definições harmonizadas para termos comumente usados por analistas de laboratórios de controle de dopagem de equídeos.

7.3 O escopo de acreditação dos laboratórios de ensaio deve ser elaborado segundo as diretrizes expostas na NIT-Dicla-016 e NIT-Dicla-070.

8 PARTE A: INTERPRETAÇÃO DA NORMA ABNT NBR ISO/IEC 17025 PARA LABORATÓRIOS DE ENSAIO QUE REALIZAM ANÁLISES EM MATRIZES PARA IDENTIFICAÇÃO DE DOPAGEM DE EQUÍDEOS (“HORSE RACING LABORATORIES”)

8.1 Os itens entre parênteses fazem referência ao respectivo requisito da ABNT NBR ISO/IEC 17025.

8.2 O laboratório deve dispor de medidas para garantir que a incidência de resultados "falso negativos" seja mantida mínima. Estas medidas devem incluir:

- a)** um programa de intercâmbio com outros laboratórios de ensaio semelhantes para cruzamento de amostras negativas, ou, na falta deste, reanálise de amostras negativas sem prévio aviso (amostras cegas) para o sistema analítico interno do laboratório;
- b)** submissão de amostras enriquecidas / fortalecidas ou amostras positivas conhecidas sem prévio aviso (amostras cegas) no sistema analítico interno do laboratório. (7.7.1 (j), 7.7.1 (k) e 7.7.2)

8.3 Cada lote analítico deve ser acompanhado de medidas de controle da qualidade que incluem análise de branco(s) apropriada(s), calibração de parâmetros de desempenho do instrumento utilizando materiais de referência químicos devidamente selecionados e, quando apropriado, recuperação de controles fortalecidos em uma matriz representativa. (7.7.1)

8.4 O armazenamento e manuseio de medicamentos controlados devem respeitar a legislação local. (5.4)

8.5 O laboratório deve documentar o cronograma mínimo de ensaios de triagem a serem executados para diferentes tipos de amostras, e também deve documentar quais ensaios realizou em cada amostra. (7.2.1 e 7.5)

8.6 O laboratório deve utilizar métodos apropriados e validados para triagem e confirmação. Deve documentar para cada triagem o critério aplicável para decidir quais amostras terão de ser adicionalmente investigadas. (7.2.1, 7.2.2 e 7.5)

8.7 Os limites de detecção de analitos representativos e substâncias relatadas especificadas e requisitadas pelo cliente devem ser determinados e documentados para todos os métodos de triagem. As compilações dos dados devem ser atualizadas à medida que se acumulam. (7.2.2.3)

8.8 Todos os registros, incluindo aqueles para os resultados negativos, devem ser verificados por um analista qualificado, preferencialmente por mais um analista qualificado. (7.7.5.1 e 7.11.6)



9 PARTE B - GUIA PARA ESTABELECEER A PRESENÇA DE SUBSTÂNCIA PROIBIDA

Preâmbulo

- a) Este guia foi adotado pela “*Association of Official Racing Chemists*” (AORC) e pelos gerentes de laboratório relacionados com a “*International Federation of Horseracing Authorities*” e com a *Association of Racing Commissioners International*.
- b) A presença de uma substância proibida é estabelecida quando há suficientes dados analíticos válidos para apoiar sua presença e nenhum dado significativo para refutar o achado.
- c) O guia fornece um conjunto de recomendações acordadas internacionalmente para estabelecer a presença de uma substância proibida, embora o conceito de padronização rígida seja rejeitado.
- d) O guia não deve ser seguido de forma exclusiva, ou seja, não deve descartar outras considerações científicas, sempre que necessário para estabelecer a presença de uma substância proibida.
- e) Reconhece-se que alguns laboratórios serão capazes de determinar a presença de uma gama mais ampla de substâncias proibidas ou concentrações mais baixas de substâncias proibidas do que outros laboratórios. Tais capacidades individuais devem ser permitidas, já que levarão a melhorias em geral.

9.1 Integridade forense

9.1.1 A amostra deve ser identificada e ter seu recebimento registrado. Em seguida, deve ser armazenada sob condições apropriadas de acordo com os procedimentos documentados do laboratório.

9.1.2 Convém que nada seja introduzido na amostra original. Caso por alguma razão (tal como um diluente ou uma pipeta lavada) algo deva ser introduzido na amostra, o procedimento deve ser seguido e documentado (tal como a retenção de uma porção do diluente ou pipetas lavadas para futuras referências), para controle de potencial contaminação.

9.1.3 Uma cadeia de custódia deve ser mantida e registrada.

9.1.3.1 A amostra original deve ser mantida segura, acessível somente com autorização.

9.1.3.2 Durante os ensaios utilizados como evidência, é recomendável que a amostra teste parcialmente processada seja mantida segura, com acesso autorizado somente.

9.1.4 Para a análise de amostras primárias ou amostras de prova (amostras "A"), à exceção dos casos em que a amostra "A" seja analisada sozinha (com controles, conforme descritos neste documento), a identificação positiva ou quantificação deve incluir a análise de duas porções da amostra original, não necessariamente com métodos idênticos, porém os ensaios devem prover resultados consistentes.

9.1.5 Todos os dados analíticos (incluindo dados de controle da qualidade), transferências de dados, cálculos, registros de cadeia de custódia e relatórios de ensaio devem ser verificados por pelo menos dois analistas qualificados, exceto nos casos em que um segundo analista qualificado estiver indisponível.

9.1.6 O analista encarregado da análise e o analista que faz a conferência do processo devem ser devidamente qualificados, experientes e capazes de participar como especialistas para o propósito de prover evidências.



9.2 Identificação qualitativa regulatória

9.2.1 Considerações Gerais

9.2.1.1 O uso de dados independentes de diagnóstico é essencial. Convém que a detecção de substância proibida seja confirmada por uma segunda técnica baseada em princípio analítico diferente, a menos que o método primário seja aceito como definitivo. A espectrometria de massas ou uma técnica similarmente definitiva deve ser incluída, se aplicável, ao analito em questão.

9.2.1.2 Um relatório de substância proibida deve resultar da aplicação de métodos de ensaio documentados para a amostra de interesse.

9.2.1.2.1 Os métodos de ensaio documentados devem incluir procedimentos para controle da qualidade, mas não precisam ser específicos ao analito.

9.2.1.2.2. Desvios significativos do procedimento documentado devem ser justificados e registrados.

9.2.1.3 O registro de dados deve incluir evidência de estabilidade e integridade do sistema analítico e ausência de interferência entre amostras analisadas em sequência (efeito residual).

9.2.1.3.1 A análise simultânea de um sistema de branco (água, solução tampão ou amostra biológica livre do analito em questão) é necessária para demonstrar a ausência de contaminação durante a análise. A injeção desse branco no equipamento deve ser efetuada imediatamente antes da amostra de teste.

9.2.1.3.2 A eliminação do efeito “memória do injetor” deve ser demonstrada pela injeção de um controle negativo (amostra biológica ou extrato negativo para o analito em questão) como parte da sequência de confirmação, antes da amostra de teste e depois de qualquer injeção anterior que possa ter contido o analito em questão. Efeito ‘memória do injetor’ que somar menos que 2% do sinal relevante do analito na amostra a ensaiar é considerado aceitável.

9.2.1.3.3 Quando a análise de um sistema branco ou controle negativo for impraticável (por exemplo, para a análise de CO₂ total ou composto endógeno), pode ser utilizado um controle com concentração de analito menor do que a presente na amostra teste.

9.2.1.4 Não é necessário quantificar substâncias que não possuam limites definidos por regulamentação específica (“*Threshold*”). Não é necessária a quantificação de um componente da amostra para um relatório de uma substância que não seja objeto de uma regulamentação técnica específica (“*Threshold*”).

9.2.1.4.1 Para os casos de substâncias com valor de “*Threshold*”, devem ser seguidas as seções de análise quantitativa deste documento.

9.2.1.4.2 Um controle (amostra fortificada) pode ser utilizado para estabelecer a capacidade de detecção confirmatória requerida, quando a contraprova fizer parte do processo. Cuidado apropriado deve ser tomado e registrado para demonstrar a ausência de contaminação cruzada entre o controle e a amostra.



9.2.1.4.3 Níveis farmacologicamente irrelevantes ou analiticamente insignificantes de substâncias terapêuticas ou substâncias de ocorrência ambiental, podem estar presentes em muitas amostras. Assim, uma autoridade hípica pode requerer que o laboratório controle a detecção (e reporte) de tais substâncias proibidas *non-threshold* por meio da aplicação de limites internacionalmente harmonizados de triagem (tais como: <http://www.ifhaonline.org/default.asp?section=IABRW&area=1> ou <http://www.ifhaonline.org/default.asp?section=IABRW&area=6>) ou limites de resíduos internacionalmente harmonizados (<http://www.ifhaonline.org/default.asp?section=IABRW&area=18>).

9.2.1.4.4 Onde for possível, as orientações da AORC referentes ao *Guidelines for Controlling the Application of Screening Limits* (Abril 2015 ou versão atual) devem ser seguidas (<http://www.aorc-online.org/documents/guidelines-for-controlling-screening-limits/>).

9.2.1.5 A identificação de uma substância proibida normalmente resulta da comparação direta com um material de referência analisado em paralelo ou em série com a amostra de teste.

9.2.1.5.1 O uso de bibliotecas de espectros ou outra fonte de dados que não os gerados pelo material de referência deve ser justificado.

9.2.1.5.2 Materiais de referência certificados e materiais de referência obtidos de produtores de materiais de referência, preferencialmente institutos de metrologia ou outras organizações acreditadas segundo o ABNT NBR ISO 17034, por um membro signatário do Acordo de Reconhecimento Mútuo da ILAC (MRA) ou autoridades reconhecidas (tais como LGC, WHO, The British Pharmacopoeia, USP, etc), são aceitáveis após uma simples verificação da identidade ou propriedade qualitativa.

9.2.1.5.3 Um material de referência é aceito para uso desde que tenha estrutura química bem estabelecida, tenha sido validado no laboratório por comparação com um material de referência certificado, ou por comparação com dados publicados não controversos, ou ainda tenha sido caracterizado estruturalmente.

9.2.1.5.4 Um material de referência aceitável pode também ser uma substância isolada a partir de (i) uma amostra de sangue ou urina após uma administração autenticada, ou (ii) produto de incubação *in vitro* com células hepáticas ou microssomos, plasma ou soro, desde que os dados analíticos resultantes sejam suficientes para justificar plenamente a sua identidade como um metabólito da substância administrada ou incubada.

9.2.1.5.5 Um material de referência pode também ser o produto de uma transformação química de uma droga mãe ou substância similar por um método químico bem definido e não controverso, desde que os dados resultantes sejam suficientes para justificar totalmente a sua identidade.

9.2.1.6 Deve haver critérios laboratoriais escritos para o que constitui um 'match' entre um material de referência e um componente da amostra.

9.2.2 Validação para métodos de identificação qualitativa

9.2.2.1 Estudos de validação são necessários para os métodos de triagem e confirmação qualitativos usados, e podem ser realizados pela comunidade científica (como no caso de métodos normalizados ou publicados) ou pelo próprio laboratório (como no caso de métodos desenvolvidos pelo laboratório, *in-house* ou métodos modificados).

Nota - Os métodos de triagem não podem ser utilizados isoladamente sem proceder a uma confirmação definitiva para qualquer substância a ser qualitativamente identificada e relatada.



9.2.2.2 Quando um método for validado em outros locais, o laboratório deve assegurar que a validação foi adequada ao propósito pretendido e deve conduzir e documentar uma verificação para demonstrar a sua competência na realização do método.

9.2.2.3 Como o escopo de analitos pode ser muito amplo e os materiais de referência com informação quantitativa conhecida nem sempre estarem disponíveis, o limite de detecção não precisa ser determinado para todos os analitos em um ensaio de triagem multialvo. Do mesmo modo, o limite de confirmação não precisa ser determinado para cada substância a analisar num ensaio de confirmação qualitativa, já que esse requisito é a identificação inequívoca da presença de um analito, independentemente de sua concentração. As incertezas de medição não precisam ser determinadas para os métodos de triagem e de confirmação qualitativos, mas é recomendável que o laboratório conheça as fontes significantes de incerteza associadas aos métodos qualitativos adotados.

9.2.3 Critérios gerais para técnicas comuns

9.2.3.1 Espectrometria de massas

9.2.3.1.1 O desempenho do espectrômetro de massas, incluindo a exatidão do ajuste de massas, resolução do íon, e abundância isotópica (exceto para espectrometria de massa em série), deve ser determinado e registrado dentro do prazo de análise da amostra, utilizando padrões apropriados de calibração do espectrômetro de massas.

9.2.3.1.2 O laboratório deve documentar as características espectrais de massa que o componente de interesse na amostra de ensaio deve ter, de acordo com o material de referência. Para técnicas de varredura total (*full scan*), o pico base e o íon molecular ou quasimolecular, se presentes, devem ser incluídos.

9.2.3.1.3 Espectros “single” ou “average”, ou “reconstructed ions chromatograms”, são aceitáveis para medir a razão de intensidade de íons intensidade.

9.2.3.1.4 Dados obtidos em “full-scan” são preferíveis ao monitoramento de íon selecionado (SIM), uma vez que a coeluição de substâncias interferentes pode ser mais facilmente reconhecida e tratada.

9.2.3.1.5 Monitoramento de íon selecionado (SIM), ou monitoramento de reação selecionada (SRM), é utilizado onde o full-scan não é aplicável ou onde a quantificação é necessária.

9.2.3.1.6 O uso de SIM ou SRM no lugar de full-scan é defensável, especialmente dada a utilização generalizada de SRM na identificação qualitativa de substâncias em matrizes complexas. Ao utilizar SIM ou SRM, significantes íons e transições específicos devem ser controlados para assegurar a adequada identificação forense, quando os dados são considerados em conjunto com os dados fornecidos por outras técnicas analíticas. A razão sinal/ruído deve ser maior do que um limite especificado.

9.2.3.1.7 Quando relevante, as orientações da AORC referentes aos critérios mínimos para Identificação por Cromatografia e Espectrometria de Massas [AORC *Guidelines for the Minimum Criteria for Identification by Chromatography and Mass Spectrometry*] devem ser seguidas (<http://www.aorc-online.org/AORC MS Criteria.pdf> .)

9.2.3.2 Cromatografia gasosa ou líquida

9.2.3.2.1 O tempo de retenção (ou tempo de retenção relativo) do componente de interesse na amostra deve estar dentro de uma janela especificada de tempo de retenção igual a do material de referência. A janela de tempo de retenção deve ser compatível com o poder de resolução do sistema cromatográfico.



9.2.3.2.2 Quando relevante, as orientações da AORC referentes aos critérios mínimos para Identificação por Cromatografia e Espectrometria de Massas [AORC *Guidelines for the Minimum Criteria for Identification by Chromatography and Mass Spectrometry*] devem ser seguidas, uma cópia do qual pode ser encontrada no site da AORC (<http://www.aorc-online.org/AORC MS Criteria.pdf>).

9.2.3.3 Cromatografia em camada delgada

9.2.3.3.1 O Rf do componente de interesse na amostra teste deve concordar, dentro de um limite especificado, com o Rf do material de referência analisado na mesma placa. O material de referência deve ser colocado em ambos os lados da amostra teste.

9.2.3.3.2 O componente de interesse na amostra teste deve responder de forma consistente com o material de referência frente aos métodos utilizados para sua localização.

9.2.3.3.3 Essa técnica isolada só pode ser utilizada na triagem, mas não na confirmação (identificação qualitativa).

9.2.3.4 Imunoensaios

9.2.3.4.1 Imunoensaios devem ser caracterizados por limites de detecção, reprodutibilidade e especificidade.

9.2.3.4.2 Um controle fortificado (ou controle administrado) e um controle negativo devem ser incluídos em cada conjunto de amostras para garantir o desempenho adequado do ensaio.

9.2.3.4.3 Leituras instrumentais para testes de imunoensaio são necessárias para medições quantitativas ou semiquantitativas.

9.2.3.4.4 Os métodos de ensaio documentados devem definir níveis que resultem em proporções aceitáveis de resultados não confirmados, porém não devem ser interpretados como limiares oficiais.

9.2.3.4.5 Os imunoensaios isolados somente podem ser utilizados na triagem, mas não na confirmação (identificação qualitativa).

9.3 Quantificação Regulatória

9.3.1 Equipamento

9.3.1.1 O equipamento deve ser apropriado para o objetivo desejado e a finalidade da medição.

9.3.1.2 Aparelhos para medição de parâmetros físicos simples, tais como massa, volume e temperatura devem ser calibrados / verificados num nível concernente à necessária exatidão do resultado final.

9.3.1.3 Tais calibrações / verificações devem ser realizadas, ou serem rastreáveis a padrões calibrados, por (i) um instituto nacional de metrologia signatário do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) MRA; (ii) um laboratório de calibração acreditado segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, um signatário do Acordo de Reconhecimento Mútuo da ILAC (MRA) e cujo escopo de acreditação identifica especificamente a calibração adequada, (iii) outras opções, conforme previsto no ILAC-10.

9.3.1.4 Todo o equipamento analítico deve ter documentadas programações de calibração e manutenção e nenhum equipamento deverá ser utilizado para a medição além de seu intervalo de tempo de calibração.



9.3.2 Método

9.3.2.1 Convém que o método seja robusto às variações na matriz e nas condições experimentais. Tolerâncias, quando críticas, devem ser especificadas.

9.3.2.2 O método deve ser claramente documentado. Desvios significativos do procedimento documentado devem ser registrados.

9.3.2.3 Uma gama de padrões de calibração preparados em uma matriz apropriada deve ser analisada simultaneamente com as amostras em análise, e os dados devem ser registrados.

9.3.2.4 Convém que o intervalo de calibração seja adequado para a análise. Uma amostra de nível zero deve ser incluída como branco, se possível.

9.3.2.5 Mensurandos como dióxido de carbono total, com limiares estabelecidos empiricamente por um método específico, devem ser determinados pelo mesmo método ou por um método que teve validação cruzada apropriada por um *threshold*. Uma segunda técnica analítica pode não ser necessária para identificar a sua presença numa amostra.

9.3.3 Padrões Internos

9.3.3.1 Técnicas de padrão interno são preferíveis para métodos baseados em extração seguida de cromatografia, embora outras técnicas quantitativas sejam aceitáveis.

9.3.3.2 Convém que o padrão interno seja adicionado o mais próximo possível do início do procedimento.

9.3.3.3 O padrão interno deve ser de pureza adequada.

9.3.3.4 Convém que o padrão interno tenha propriedades físicas e químicas semelhantes às do analito de interesse. Analitos marcados isotopicamente são os padrões internos de preferência para quantificação por espectrometria de massas.

9.3.3.5 Convém que o padrão interno seja essencialmente estável ao procedimento analítico.

9.3.4 Materiais de Referência

9.3.4.1 A pureza do material de referência certificado declarada pelo produtor do material pode ser aceita, se for dada a devida atenção a todas as recomendações de manipulação.

9.3.4.2 A pureza de outros materiais de referência deve estar completamente definida por:

- a) comparação com um material de referência certificado de pureza conhecida, ou
- b) checagem dos dados do fornecedor por meio de análise, ou
- c) análise por mais de uma técnica.

9.3.4.3 O estoque dos fornecedores e a informação sobre validade devem ser alvo de atenção, e os materiais verificados submetidos a teste de estabilidade após armazenamento prolongado.

9.3.5 Validação

9.3.5.1 A adequação do método deve ser demonstrada por dados de validação registrados, aceitáveis e defensáveis.



9.3.5.2 O laboratório deve ser capaz de comprovar que o dado é específico para a substância com valor limite (Threshold substance).

9.3.5.3 Deve ser evidenciado que o efeito residual é insignificante.

9.3.5.4 Convém que a validação contemple a veracidade e a precisão.

9.3.5.5 O laboratório deve determinar e documentar seus procedimentos para a estimativa da incerteza de medição (MU) e o nível de confiança associado com a MU.

9.3.5.6 Convém que a incerteza de medição (MU) seja determinada preferencialmente por métodos reconhecidos ou próximos no valor limite (threshold). Considera-se, então, que o valor limite (threshold value) é excedido, com o nível declarado de confiança, quando o valor determinado na amostra ultrapassa a soma do threshold com a incerteza. Alternativamente, a MU pode ser estimada em torno de um valor particular determinado na amostra. Um threshold é considerado excedido com um nível declarado de confiança quando o valor determinado menos a incerteza ultrapassa a definição do threshold.

9.3.6 Controle da Qualidade

9.3.6.1 As amostras devem ser analisadas em, pelo menos, duplicata.

9.3.6.2 A estabilidade das soluções estoque de materiais de referência deve ser conhecida.

9.3.6.3 Os controles de qualidade em concentrações adequadas devem ser analisados concomitantemente com as amostras.

9.3.6.4 Critérios de aceitação dos resultados de controles de qualidade devem ser determinados e documentados.

9.3.7 Limites Transitórios

9.3.7.1 Alguns limites podem não caracterizar quantidades absolutas ou razões, mas uma especificação acordada com a autoridade de turfe, mesmo não abrangendo todas as cláusulas desta seção "Quantificação Regulatória", pode ser aplicada.

9.4 Análise de Contraprova

9.4.1 O objetivo da contraprova (também conhecida como análise da amostra B ou Split sample) é para garantir que os resultados da primeira análise estejam corretos, através da realização de uma análise de confirmação da presença da substância reportada sobre a divisão ou porção restante da amostra e, sempre que possível, por um laboratório independente acreditado conforme os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025.

9.4.2 Análise de contraprova não se destina a ser uma nova análise completa, com ensaios de triagem e confirmação.

9.4.3 Sempre que possível, a orientação da AORC *Guidelines for Referee Analysis* deve ser seguida ([http://www.aorc-online.org/AORC Diretrizes árbitro.pdf](http://www.aorc-online.org/AORC_Diretrizes_árbitro.pdf)).



10 PARTE C – RECOMENDAÇÕES ADICIONAIS

10.1 Especificação de Desempenho

10.1.1 Autoridades signatárias dos artigos relevantes do International Agreement on Breeding, Racing and Wagering - IABRW da International Federation of Horseracing Authorities - IFHA deveriam esperar que seus laboratórios de corridas de cavalos busquem a Acreditação, de modo a poderem cumprir suas atividades de forma confiável na especificação adotada pela IFHA. Esta especificação está listada como Performance Specification of the Laboratories for Doping Control Required by the International Federation of Horseracing Authorities, do IABRW (março de 2015 ou versão posterior; Cláusula 18 do Artigo 6A) e pode ser encontrado no site da IFHA no seguinte link: <http://www.horseracingintfed.com/default.asp?section=IABRW&area=7> .

10.1.2 Outras especificações de desempenho que os laboratórios de corrida de cavalos podem procurar acreditação incluem:

10.1.2.1 The “AORC Proficiency Testing Drug List” of the Proficiency Testing Program Protocol of the Association of Official Racing Chemists (AORC). A versão atual pode ser encontrada no seguinte website: <http://www.aorc-online.org/documents/aorc-proficiency-testing-drug-lists/>, e

10.1.2.2 The “Prohibited Substances List for IFHA Reference Laboratories” como listado no Anexo C do IFHA Reference Laboratory White Manual with Annexes. A versão atual pode ser encontrada no seguinte website: <https://www.ifhaonline.org/Default.asp?section=IABRW&area=13>.

10.1.3 Quando uma autoridade utiliza uma especificação de desempenho diferente das citadas acima, o laboratório deve satisfazer, de forma confiável, a essa especificação de desempenho.

10.2 Pacote de Documentação do Laboratório

Se solicitado pela autoridade de corridas de cavalos, um Pacote de Documentação de Laboratório deve ser fornecido pelo laboratório que conduziu a análise para respaldar seus resultados positivos ou atípicos. Recomenda-se seguir a Diretriz IFHA para o Pacote de Documentação de Laboratório: <http://www.ifhaonline.org/Default.asp?section=IABRW&area=14>

10.3 Harmonização de Termos Comumente usados por Analistas de Controle da Dopagem de Cavalos

A fim de evitar mal entendidos e confusões, recomenda-se que as definições harmonizadas sejam adotadas para termos comumente usados por analistas, específicos para esta disciplina. O documento AORC *A Glossary of Terms Commonly Used in Racing Chemistry* pode ser encontrado no site da AORC no seguinte endereço: http://www.aorc-online.org/AORC_Glossary.pdf .
