

**Relatório das atividades desenvolvidas no
III Workshop de Avaliadores e Especialistas em Calibração e Ensaio na Área de Química**

Local: Hotel São Francisco – Rio de Janeiro - Brasil

Período: 17 e 18 de Outubro de 2011

Primeiro dia: 17/10/11

Abertura : Olga B. Ramos Leal (Inmetro/Cgcre/Dicla/Secme)

Os temas selecionados para o workshop foram identificados pela Dicla como aqueles que, no momento, necessitam de maior reflexão e participação mais efetiva dos avaliadores para esclarecer e chegar a conclusões que propiciem estabelecimento de políticas e harmonização de conceitos nas avaliações.

Palestra 1: Rastreabilidade metrológica em ensaios químicos – Pontos relevantes para avaliação dos avaliadores (Vanderléa de Souza – Inmetro/Dimci)

Foram expostas algumas das principais definições contidas no VIM 03 e, em seguida, foram relacionadas com os aspectos relacionados ao processo de medição. A palestra incluiu parâmetros importantes sobre a incerteza de medição, sobre a rastreabilidade metrológica, garantindo a comparabilidade e a confiabilidade dos resultados de medição. Foi exposto um histórico sobre o sistema de medição aplicado no Brasil e sobre a importância da metrologia no mundo, assim como o papel do BIPM para os Institutos Nacionais de Metrologia.

Foi contextualizada a metrologia química, assim como sua complexidade e impactos em diferentes cadeias produtivas da sociedade brasileira. Foram relacionados diferentes métodos analíticos que podem ser aplicados para a correta estimativa do mensurando em uma dada matriz. Foi exposta a dificuldade de se aplicar a metrologia, demanda tempo e custo elevado para a correta aplicação.

Em seguida, foi exposta a rastreabilidade em química e diferenciando do estabelecimento da cadeia da rastreabilidade metrológica para grandezas físicas. Foi focado que para se estabelecer a rastreabilidade em química, devem-se comparar resultados de medição, obtendo-se assim a cadeia da rastreabilidade metrológica. Foi salientado que, ao se obter resultados rastreáveis, a declaração da rastreabilidade a um organismo (Inmetro, Nist, etc.) não é uma abordagem correta. Para o estabelecimento da cadeia da rastreabilidade metrológica cabe especificar a grandeza de base do SI, a escala definida, um valor representado por um material de referência ou um valor resultado do uso de um método descrito em um padrão nacional ou internacional. Foram expostas informações sobre a base de dados do BIPM que apresenta as capacidades de calibração e medição dos Institutos

Nacionais de Metrologia. Foram apresentadas as diferentes abordagens para se atribuir valor de propriedade aos materiais de referência produzidos e comercializados por produtores nacionais e internacionais. Foi citada a referência ao ISO Guide 34, revisado e publicado em 2009. Foi exposta a seguinte referência durante a palestra: P. De Bièvre and P. D. P. Taylor. Traceability to the SI of amount of substance measurements: from ignoring to realizing, a chemist's view. *Metrologia*, 34, 67-75, 1997.

Em seguida, foi exposta a necessidade de se comparar os resultados de medição ao longo do tempo, sendo possível apenas quando os resultados são rastreáveis. Como consequência, foram expostas as definições de materiais de referência e de materiais de referência certificados, diferenciando-se suas aplicações adequadas. Foi exposto como referência o documento publicado na "Pure and Applied Chemistry", em 15 de junho de 2011, disponível no endereço eletrônico da IUPAC. Foram expostas as várias formas de certificar um material de referência, como apresentado a seguir:

- utilização de método primário (comumente aplicado para matrizes simples como substâncias puras). Em química, existem poucos métodos primários disponíveis.

- utilizando dois ou mais métodos independentes, em um mesmo laboratório.

- medições realizadas envolvendo uma rede de laboratórios competentes utilizando um ou mais métodos de exatidão comprovada que estejam aptos a medir a incerteza de medição do processo. Tal abordagem é diferente de ensaios de proficiência, que servem para avaliar o desempenho do laboratório, nesse caso o objetivo é a certificação do material.

- medições realizadas envolvendo uma rede de laboratórios usando um mesmo método específico (por exemplo, normalizado).

Foi apresentado o ABNT ISO Guia 33 e a sua aplicação para seleção e uso de materiais de referência (MR). Foi realizada uma dinâmica com os avaliadores, buscando respostas sobre a aplicação de MR em um processo de medição, e foram apresentadas as formas de utilização do MR à luz do documento DOQ-Cgcre-008.

Também foi exposta a publicação do ERM (Application Note 01) para a utilização correta de um MR. Em seguida, foi exposta a política de rastreabilidade publicada pela Cgcre, assim como as informações disponíveis na base de dados Comar (www.comar.bam.de). Foi salientado que nem todos os materiais de referência disponíveis na referida base de dados são MRC, sendo a maioria de materiais de referência. Foi exposta a importância das comparações-chave realizadas no âmbito do CCQM para a equivalência dos Institutos Nacionais de Metrologia e todo o trabalho do Inmetro para produção e certificação de materiais de referência.

Palestra 2: Aplicação da Política de Rastreabilidade da Cgcre (Renata Borges – Inmetro/Cgcre/Dicla)

Foi apresentado que, atualmente, não há uma gama muito grande de materiais de referência certificados no mercado. Foi exposta a política de rastreabilidade metrológica da Cgcre (NIT-Dicla-030), informando que está alinhada a outros organismos de acreditação como, por exemplo, a política publicada pelo NATA (signatário do acordo de reconhecimento da APLAC) e a política do UKAS (mais antiga, de 2005). Foi exposto que há necessidade de ampla reflexão sobre a correta aplicação da NIT-Dicla-030, incluindo a análise do cenário de materiais de referência disponíveis.

Foram realizadas discussões sobre a seleção e uso de materiais de referência de forma adequada. Foi apresentada a abordagem descrita no documento orientativo DOQ-Cgcre-016. Por exemplo, a abordagem para se estimar a incerteza de medição onde, de acordo com o VIM 03, a avaliação do tipo B da incerteza de medição, provém de um valor expresso em um certificado. Desta forma, há a necessidade de se utilizar materiais de referência certificados, quando disponíveis. Com o objetivo de se validar um método de medição, cabe a utilização adequada de um material de referência, por exemplo, há a necessidade de se avaliar a tendência de um método através de um MRC. Entretanto, o estudo intralaboratorial, com a avaliação de desvios de repetitividade e reprodutibilidade pode ser realizada com materiais de referência não certificados. Contudo, cabe uma avaliação detalhada por parte do laboratório, para que tenha um valor indicativo conhecido e que possa avaliar qualquer variação dos resultados intralaboratoriais.

Foram abordados elementos importantes que devem contar da análise da adequação de um material de referência certificado como, por exemplo, verificar a procedência do material de referência certificado / avaliar o conteúdo do certificado / verificar as orientações do DOQ-Cgcre-016.

Para a avaliação de um MRC, deve-se checar, entre outros:

- Identificação do produtor e do material e nº de lote;
- Avaliação da homogeneidade;
- Caracterização;
- Validade do certificado do MRC;
- Declarações: sobre rastreabilidade, aplicação e condições de armazenamento; valor de propriedade e incerteza associada, distinção entre valores certificados e não certificados.

Para a avaliação de um MR, as seguintes informações são obrigatórias: identificação do produtor e do material e nº de lote; quantidade mínima de material a ser analisada, a validade do material de referência, valores indicativos ou informativos e aplicação e condições de armazenamento.

Ação da Dicla: Revisar o DOQ-Cgcre-016 para adequação às novas terminologias.

Foi exposto que, à luz da aplicação em um Instituto Nacional de Metrologia, ao não se obter um MRC há a necessidade de se avaliar a pureza do material obtido por diferentes técnicas analíticas de referência, visando garantir o valor de propriedade de tal material, sem possibilidade de obtenção de resultados equivocados ou com tendência.

Foi alertado que os avaliadores devem se informar antes da avaliação sobre a disponibilidade de MR para determinados ensaios/áreas de atividade.

Foram realizados exercícios em grupo para análise e exposição sobre a aplicação e o conteúdo de certificados de materiais de referência. A seguir, são apresentados os pontos mínimos observados no decorrer da atividade.

Certificado 01:

MRC de PMR acreditado,
Informa a pureza do material,
Informa a data de validade do material,
Informa todas as contribuições utilizadas para a atribuição do valor de propriedade,
Informa as condições de armazenamento,
Utiliza métodos diferentes para caracterizar o MRC.

Certificado 02:

MRC de PMR devidamente identificado,
Informa a quantidade mínima de amostra,
Informa a data de validade do material,
Informa as condições de armazenamento,
Informa as instruções de uso,
Utiliza métodos diferentes para caracterizar o MRC, através de estudo colaborativo,
Disponibiliza relatório completo sobre a produção e certificação.

Certificado 03:

ISO 9001,
Não informa a incerteza dos valores de propriedade,
Não informa a rastreabilidade metrológica,
Informa a estabilidade,
Análise e caracterização do MRC por um único método de referência.

Certificado 04:

MRC de PMR acreditado,
Informa a rastreabilidade ao instituto de metrologia,
Não adota o Guia 35 no processo de certificação,

Informa as instruções de uso,
Utiliza 02 métodos diferentes para caracterizar o MRC,
Não informa de forma clara a data de validade do MRC,
Não informa a quantidade mínima de amostra a ser ensaiada.

Certificado 05:

Calibração feita por laboratório acreditado por OA, cujo valor é o valor atribuído à propriedade certificada,
Laboratório de calibração membro do acordo do CIPM,
Vários valores de incerteza declarados ao longo do certificado.
Informa a rastreabilidade metrológica ao instituto de metrologia,
Não adota o Guide 35 no processo de certificação,
Informa a data de validade,
Informa as condições de uso e armazenamento para calibração.

Certificado 06:

Diferencia valores certificados dos não certificados,
Indica a incerteza associada ao valor de propriedade,
Informa a rastreabilidade metrológica,
Informa sobre a avaliação da homogeneidade,
Informa a data de validade,
Informa as condições de uso e armazenamento.

Certificado 07:

Embora não informe a incerteza expandida de forma tradicional, informa o valor obtido para 2σ ,
Consiste em um material matriz, se assemelhando com a rotina de amostras de laboratórios,
Informa a estabilidade, as condições de uso e manuseio.

Certificado 08:

MRC de PMR devidamente identificado,
Informa a quantidade mínima de amostra,
Informa a data de validade do material,
Informa as condições de armazenamento,
Informa as instruções de uso,
Utiliza método primário para caracterizar o MRC,
Emite informação sobre substituição de certificados obsoletos.

Certificado 09:

MRC de PMR devidamente identificado,
Não informa a quantidade mínima de amostra,
Informa a data de validade do material,
Não informa as condições de armazenamento,
Não informa as instruções de uso,
Utiliza método primário para caracterizar o MRC.
Diferencia valores certificados dos informativos.

Certificado 10:

MRC de PMR acreditado,
Acreditado por OA,
Informa a rastreabilidade ao instituto de metrologia,

Não adota o Guia 35 no processo de certificação,
Informa as instruções de uso,
Utiliza um método para caracterizar o MRC (não declarado no certificado, mas exposto no escopo de acreditação do PMR),
Não informa de forma clara a data de validade do MRC,
Não informa a quantidade mínima de amostra a ser ensaiada, apenas declara que o material é homogêneo.

Certificado 11:

MRC de PMR devidamente identificado,
PMR com uso de subcontratado,
Não informa o uso pretendido para cada valor: certificado, referência e informativo,
Informa a data de validade do material,
Informa as condições de armazenamento,
Informa as instruções de uso,
Informa sobre como o MRC foi preparado,
Utiliza diferentes métodos de referência para caracterizar o MRC.

Certificado 12:

MRC de PMR devidamente identificado,
Informa a data de validade do material,
Informa sobre os estudos e avaliação da homogeneidade,
Informa a quantidade mínima de amostra,
Informa as condições de armazenamento,
Informa as instruções de uso,
Informa sobre como o MRC foi preparado,
Utiliza diferentes métodos de referência para caracterizar o MRC, através de um interlaboratorial (03 INM),
Informa sobre os valores certificados e os valores informativos.

Certificado 13:

MRC de PMR devidamente identificado,
Informa a data de validade do material,
Informa sobre os estudos e avaliação da homogeneidade,
Informa a quantidade mínima de amostra,
Informa as condições de armazenamento,
Informa as instruções de uso,
Informa condições de segurança,
Informa sobre como o MRC foi preparado,
Utiliza diferentes métodos para caracterizar o MRC, através de um interlaboratorial obtendo-se valor de consenso.

Palestra 3: Questão para reflexão: Extensão do prazo de validade de MR (Renata Borges – Inmetro/Cgcre/Dicla)

Foi explicado que várias discussões foram travadas a respeito dessa questão, e que foi solicitado ao INM brasileiro o esclarecimento do assunto sob a forma de um documento.

Foram expostas as atribuições de um produtor de materiais de referência:

- planejamento da produção
- seleção de subcontratados;
- atribuição e decisão sobre os valores de propriedades e incertezas associadas e
- autorização e emissão dos certificados / declarações de materiais de referência produzidos.

De acordo com a NIT-Dicla-030, não é cabível qualquer procedimento de recertificação por parte de terceiros para revalidar o valor de propriedade certificado. Foi sugerido que a Dicla elabore uma orientação sobre como os laboratórios devem agir para justificar a utilização de materiais de referência (não certificados) além do prazo de validade concedido pelo produtor. Foi salientada a necessidade de a Dicla buscar mais exemplos sobre como os laboratórios estão agindo no que diz respeito aos materiais de referência, uma vez que a política de rastreabilidade metrológica foi estabelecida recentemente.

Foi exposto que, se o material de referência não é certificado e se mantém estável, muitas vezes pode ser aceito o seu uso desde que comprovada a sua estabilidade e homogeneidade em relação às propriedades relacionadas ao seu uso no processo de medição.

Foi exposto que, mesmo um laboratório tendo condições mais rígidas de armazenamento de MRC que as expostas no certificado emitido pelo produtor, não é possível aceitar a ampliação da validade do material de referência certificado.

Foi esclarecido que o ISO Guide 34: 2009 aborda os requisitos de reconhecimento de competência técnica de produção da grande família de materiais de referência, podendo ser materiais de referência certificados e materiais de referência não certificados.

Foi informado que um Instituto reconhecido vem elaborando uma série histórica que já permite verificar que alguns MR se mantêm estáveis após a data de validade, porém, outros não. Por isso, dependendo do conhecimento técnico do laboratório, muitas vezes o que ele evidencia pode ser aceito como garantia de que um determinado MR poder continuar sendo utilizado.

Foi citado que o Guide 80 (ainda em forma de minuta no âmbito do REMCO e voltado à produção de MR pelos laboratórios e, não, por produtores de materiais de referência) poderia nortear o trabalho futuro de como se avaliar a estabilidade e a homogeneidade de um MR.

Ação da Dicla: Revisar a NIT-Dicla-030, incluindo exemplos de como podem ser avaliadas a homogeneidade e a estabilidade de materiais de referência não certificados.

Palestra 4: Política de acreditação da amostragem para ensaios de água e matrizes ambientais (Alexandre Marinho – avaliador)

Foi enfatizado que se trata de uma política específica para acreditação de amostragem para ensaios de água e matrizes ambientais, sendo também aplicada à água de hemodiálise, produto enquadrado na área de atividade: saúde humana e animal.

Foi exposto que, ao se avaliar a cadeia de custódia de uma amostra, especial atenção deve ser dada pela equipe de avaliação, não apenas pelo avaliador-líder, ao requisito de análise crítica de contrato (item 4.4 da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025), checando todo o processo analítico, que inclui, além da amostragem, o manuseio, a recepção da amostra e a análise propriamente dita.

O palestrante apresentou os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 críticos para a amostragem (4.4, 5.2, 5.7, 5.5, 5.3, 4.13). Os requisitos críticos no manuseio (5.2, 5.8, 5.6). Para os ensaios, 5.2, 5.4, 5.5, 4.13 e 5.6, além da NIT-Dicla-030. Foi enfatizado que os procedimentos devem ser claros para qualquer tipo de amostra a ser retirada em qualquer local, bem como os equipamentos apropriados. O planejamento da amostragem deve ser criterioso para o tipo de amostra, local, momento de retirada da amostra, além de ser robusto o suficiente para atender ao órgão ambiental, quando pertinente (por exemplo, quando se tratar de contratados que envolvam atendimento para monitoramento de águas para a Cetesb, Sanepar, etc.) cabendo ao coletor seguir tal plano e, não definir os pontos no momento da amostragem ou utilizar equipamentos inadequados.

Foi salientado que, ao solicitar a acreditação para análise de solos e sedimentos, cabe à equipe avaliadora checar o método aplicável, não permitindo a aplicação do Standard Methods for Water and Wastewater.

Foi abordada a questão do intervalo de tempo para realização dos ensaios realizados em campo, cabendo uma análise da equipe de avaliação também sobre a metodologia aplicada pelo laboratório, verificando se mesma permite um período de tempo maior para a realização da análise nas instalações permanentes, assim como a localização da instalação permanente do laboratório.

Ação da Dicla: Estabelecer critérios para a avaliação de parâmetros que sofram influências de condições ambientais e período para ensaio, incluindo referências às normas técnicas e

localização das instalações permanentes em relação às instalações de clientes. Revisão da NIT-Dicla-057.

Palestra 5: Estimativa da incerteza de medição – Avaliação sobre a contribuição da amostragem (Renata Borges – Inmetro/Cgcre/Dicla)

Foi exposto que existem organismos de acreditação, no âmbito da ILAC, que não exigem a estimativa da incerteza de medição com a inclusão da etapa da amostragem. No entanto, com a nova revisão da NIT-Dicla-057, os laboratórios devem estimar as principais fontes que contribuem para a incerteza final do resultado de medição, considerando a etapa da amostragem. A nova versão do Eurachem, focada na estimativa de incerteza de medição referente à etapa analítica, ainda em fase de revisão, trará mais esclarecimentos sobre o tema. Foi apresentado que de acordo com o VIM 03, o mensurando consiste na grandeza que se pretende medir e, segundo, De Bièvre (2008), ao se estabelecer o mensurando como uma amostra de uma camada geológica, o plano de amostragem deve ser adequado, fazendo com que a amostragem se torne parte de todo o processo de medição.

Foram apresentadas as referências: Eurachem/Citac Guide 2000 – aborda apenas a etapa analítica e o documento Eurachem 2007 que passa a incluir a amostragem, considerando parâmetros para a adequação de um plano de amostragem: heterogeneidade do meio, estratégia de amostragem, etc. Inclui também um modelo estatístico a ser empregado na avaliação da amostragem (princípios do GUM).

Foi exposta uma série de normas técnicas aplicáveis à amostragem: ISO 5667-1:2006, ISO 5667-3:2003, dentre outras, além de se apresentar uma abordagem simplificada para o planejamento de experimentos. Foi apresentado o exemplo do Eurachem voltado à análise de nitrato em amostras de alface. A incerteza da amostragem representou um valor cerca de 4 vezes superior à incerteza da fase analítica, ou seja, representou praticamente toda a incerteza expandida do processo.

Utilizando a abordagem de estatística robusta, a incerteza da amostragem diminuiu, enquanto a incerteza da fase analítica permanece praticamente a mesma. Foi exposta a referência sobre a aplicação da Análise de Variância Robusta (Software RANOVA), a qual está disponível na internet.

Foi discutido que existem dificuldades práticas em estimar a incerteza na amostragem. Foi consenso que os laboratórios não podem deixar para fazer tais cálculos de última hora, pois o laboratório pode chegar a conclusões equivocadas. Cabe a equipe de avaliação ter em mente o que se pretende medir, ou seja, o quanto a amostragem pode impactar na determinação da quantidade a ser medida.

Palestra 6: Questão para reflexão: Aplicação do Requisito 5.7, que não apenas água e matrizes ambientais (Olga Leal – Inmetro/Cgcre/Dicla/Secme)

A Cgcre possui política específica apenas para amostragem em ensaios de águas e matrizes ambientais, além de água para hemodiálise. Foi consenso que esta mesma abordagem pode ser aplicada para demais áreas de atividade da Cgcre.

Questões expostas para discussão e apontamentos de avaliadores:

1. A amostragem deve ser avaliada? Foi consenso que sim.

Aplicação do conceito “retirada de amostra” e “coleta”: Foi exposto que há avaliadores entendem o requisito 5.7 como não aplicável. Muitos laboratórios não se dão conta de que realizam amostragem: entendem que a coleta não é amostragem).

Retirada de amostra = coleta → o requisito 5.7 deve ser avaliado.

Amostragem de alimentos: Foi exposto que a equipe de avaliação deve verificar qual a finalidade da análise de alimentos. Se for para liberação ou para exportação do produto, o Codex alimentarius possui um livreto que determina como deve ser feita a amostragem. Se for amostragem para Análises de Pontos Críticos de Controle (APPC), há metodologia do MAPA para realizar a amostragem. Para análises para verificação de intoxicações, só se dispõe de uma amostra simples para análise.

Houve certa discordância quanto à responsabilidade sobre a amostragem, embora existam metodologias estabelecidas. Houve discussão sobre a responsabilidade do laboratório na medida em que o MAPA ou a Anvisa executam tal atividade (amostragem) e entregam o material para análise.

Foi consenso que, sempre que a amostragem impactar no resultado dos ensaios, ela deve ser avaliada.

Ações da Dicla: Analisar a área de *dopping*, com o exemplo de uma empresa, que realiza a amostragem de sangue e urina nos animais e depois encaminha a um laboratório. Tal empresa não realiza nenhum ensaio in loco. Tal empresa poderia solicitar a acreditação para amostragem apenas?

Incluir, na próxima revisão da NIT-Dicla-057, a amostragem de emissões atmosféricas.

Analisar a questão da “coleta” para saúde humana não dirigida a diagnóstico (ou seja, utilizando a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 e não a ISO 15189) e animal (casos para a área forense, por exemplo).

Considerando as discussões expostas, temos:

Caso 01: Casos em que o laboratório realiza a amostragem e os ensaios nas instalações de clientes. Tais laboratórios também realizam outros ensaios nas instalações permanentes que dependem da qualidade da amostragem realizada. Tudo abrangido por um único sistema de gestão. A NIT-Dicla-057 abrange tal situação para matrizes ambientais, cabendo ampliação do estudo para demais áreas de interesse.

Caso 02: Casos em que o laboratório realiza a amostragem e não realiza ensaios nas instalações de clientes, pois não são aplicáveis. Os ensaios são realizados nas instalações permanentes do laboratório. Tudo abrangido por um único sistema de gestão. A NIT-Dicla-057 não abrange tal situação para matrizes ambientais, cabendo um estudo deste caso em outras áreas de interesse.

Caso 03: Casos em que o laboratório realiza apenas ensaios nas instalações permanentes. As amostras são recebidas de outro laboratório responsável pela amostragem e pelos ensaios nas instalações de clientes. Neste caso, existem dois sistemas de gestão. A NIT-Dicla-057 abrange tal situação para matrizes ambientais, cabendo ampliação para demais áreas de interesse.

Caso 04: Casos em que o laboratório realiza apenas ensaios nas instalações permanentes. As amostras são recebidas de outro laboratório responsável pela amostragem que não executa ensaios nas instalações de clientes. Neste caso, existem dois sistemas de gestão. A NIT-Dicla-057 não abrange tal situação para matrizes ambientais. Como a Dicla trataria o laboratório que executa a amostragem em outras áreas de atividade, não realiza uma atividade de avaliação da conformidade e solicita a acreditação?

Ações da Dicla: Estabelecer políticas para tratar os casos expostos acima. Foram citadas algumas áreas de interesse: alimentos, construção civil, amostras fiscais, solos, minérios. Foi solicitada a revisão do DOQ-Cgcre-013 incluindo a amostragem representativa de pontos de amostragem.

Em seguida, a Dicla deve definir como a amostragem deve ser exposta no escopo de acreditação para outras áreas de atividade.

Segundo dia: 18/10/2011

Palestra 7: Elaboração de escopo de acreditação – Aplicação da NIT-Dicla-016 (Renata Borges – Inmetro/Cgcre/Dicla)

Foi exposto que existe um projeto visando à harmonização de escopos, abrangendo inicialmente áreas de maior impacto, ex: meio ambiente, construção civil e brinquedos. Esse trabalho vem contando com apoio de especialistas nas áreas. O trabalho ainda não está concluído, e, assim que estiver, será publicado pela Dicla. Foi apresentada a NIT-Dicla-016 e os possíveis problemas com a forma incorreta de expressão do escopo de acreditação.

A Dicla vem recebendo inúmeras reclamações por parte de Laboratórios, resultantes de questionamentos quanto à diferença de abordagem dos avaliadores, erros nos escopos, etc. Além disso, podem ocorrer enganos a formação da equipe de avaliação, comprometendo a avaliação e o estabelecimento do escopo final.

Foi consenso que, se o Laboratório atende plenamente à Norma de Referência, é essa Norma que deve constar no escopo. Da mesma forma, métodos desenvolvidos e validados pelos próprios laboratórios devem constar do escopo.

Foi esclarecido que é responsabilidade do Laboratório elaborar a proposta de escopo e entregar para a equipe avaliadora validar. A equipe de avaliação e o laboratório devem receber o FOR-Cgcre-003 previamente à visita, otimizando o tempo de composição do escopo final por parte do laboratório.

Ação da Dicla: revisar a NIT-Dicla-016, retirando a necessidade de anexar o RAV no Orquestra e esclarecer melhor a questão da entrega em meio eletrônico do RAV (em que momento, obrigatoriedade de assinaturas, etc.).

Foram apresentados exemplos de escopos de acreditação de acordo com a NIT-Dicla-016, e foi solicitado que as equipes de avaliação sigam a classificação dos produtos, áreas de atividade e classes de ensaio, e não criem novas classificações à revelia.

Foi sugerido que a Dicla avalie a possibilidade de inclusão de limites de detecção para ensaios qualitativos e semi-quantitativos.

Foi sugerido que o Grupo de Serviço Física e Química fosse renomeado para Química.

Foi solicitado que a Cgcre disponibilize a acreditação de laboratórios com escopos flexíveis. No entanto, foi informado que atualmente a Cgcre não possui tal política. Mas, é uma demanda que está sendo tratada.

Foram feitas apresentações de vários escopos selecionados, e os avaliadores puderam emitir opinião sobre a sua adequação.

Ação da Dicla: há necessidade de correção de diversos escopos, para harmonizar e evitar reclamações.

Os avaliadores foram orientados a, sempre que se depararem com escopos inadequados, propor a correção desse escopo, relatar no RAV e alertar a Dicla que essa situação pode afetar outros laboratórios.

Foi consenso que os escopos devem ser elaborados descrevendo a área de atividade, a sub-área de atividade e os produtos de acordo com os exemplos da NIT-Dicla-016. Não deve ser descrita cada etapa do processo analítico no escopo de acreditação. Foi questionada a inclusão (ou não) de etapas prévias à análise tais como lixiviação, solubilização, extração, no escopo de acreditação. Foram feitas as seguintes perguntas: Qual é a atividade de avaliação da conformidade envolvida? Se não há mensurando nessa etapa, ela deveria constar do escopo? Não, o que não quer dizer que a atividade não deva ser avaliada. Para esclarecer que não há mensurando em tais etapas prévias, foi questionado como seria o resultado relatado em um relatório de ensaio no caso apenas da lixiviação/solubilização. Seria “Amostra lixiviada/solubilizada com sucesso”? Isso não é aplicável.

Foi exposto que não deve ser descrito o ensaio da seguinte forma: determinação de “nove minerais nutricionais”. Entretanto, para adequação ao termo de cooperação com o MAPA, cabe à Dicla definir como devem ser apresentados os escopos voltados a alimentos e bebidas.

Foi exemplificado um escopo que cita a metodologia “comercial” – PCA e Petrifilm. A equipe de avaliação deve descrever o ensaio de acordo com a NIT-Dicla-016, por exemplo, “determinação de microorganismo xxx por plaqueamento”. Não deve ser declarado o limite de quantificação da seguinte forma: LQ: min 100 UFC/g.

Como limite de quantificação é diferente de detecção, não cabe apresentá-los da mesma forma no escopo de acreditação. Além disso, o limite de quantificação não deve ser expresso em faixa, ou seja, LQ: 0,2 – 10 mg/L. Para a definição correta do ensaio, o avaliador deve verificar qual é o mensurando, ou seja, se a medição é focada em metais solúveis ou totais, por exemplo. Isso deve ficar claro no escopo de acreditação.

Foi consenso que a descrição de um ensaio “Detecção por sistema BAX” não é adequada, cabendo a correção do escopo de acreditação.

Foi consenso que não deve constar do escopo de acreditação o plano de amostragem e a retirada de amostras.

Foi consenso que se deve inserir o ano e não só a revisão da norma de referência exposta no escopo de acreditação.

Para ensaios para determinação de pH, há necessidade de se estabelecer a faixa de trabalho, cabendo uma análise criteriosa da equipe, pois a maioria dos medidores de pH e soluções de MRC não permitem obter valores iguais a 14. O mesmo se aplica para o outro extremo da faixa, ou seja, pH igual a 0.

Ações da Dicla: Revisar o DOQ-Cgcre-013 para incluir a amostra representativa de todos os pontos de amostragem.

Revisar a NIT-Dicla-016 e retirar água mineral de meio ambiente, incluindo-a em alimentos e bebidas.

Estabelecer política para a acreditação de laboratórios que utilizam kits. Foi considerado por uma avaliadora que os mesmos não são métodos normalizados. Outra avaliadora informou que são utilizados em determinada área como métodos para triagem, não sendo confirmatórios. Foi sugerido que conste do escopo o seguinte: “Determinação de xxx por método colorimétrico”, por exemplo. Cabe uma análise mais criteriosa por parte da Dicla.

Palestra 8: Câmaras térmicas / Qualificação de equipamentos térmicos utilizados em ensaios (Marise Hübner – Fiocruz/INCQS e Lúcia Moreira - Inmetro/Cgcre/Dicla/Secme)

Foi apresentado o conceito de qualificação de equipamentos. Tal conceito é distinto de calibração, pois avalia o desempenho do equipamento, e funciona em três fases: Qualificação de instalação / Qualificação de operação / Qualificação de desempenho (validação do equipamento e do processo). Ao final, deve ser emitido um relatório de qualificação.

Em seguida, foi apresentado o conceito de validação, diferenciando-o de qualificação de equipamento. Por exemplo, qualifica-se uma autoclave, porém, valida-se um processo de esterilização.

Considerando a norma ABNT NBR SO/IEC 17025, existem duas atuações da Cgcre: ensaio e calibração. Com isso, ao avaliar câmaras térmicas foram feitas várias discussões no âmbito da CT-11, culminando com a conclusão de que o serviço seria uma calibração com ensaios funcionais, já que a determinação dos erros de indicação dos sensores é calibração, os ensaios funcionais determinam a estabilidade e a homogeneidade das câmaras. Isso se encaixa na qualificação operacional citada pela anteriormente, embora as terminologias sejam diferentes. Consistem em câmaras térmicas os seguintes equipamentos: estufas (de cultura, de secagem, incubadora), autoclave, câmaras de refrigeração, caminhão frigorífico, forno despirogenizador, mufla, sala para produção de vacinas, câmaras climáticas, fornos industriais, forno de tratamento térmico. Todos esses equipamentos têm em comum a necessidade de controlar a temperatura.

Discussões foram realizadas para se avaliar a competência do laboratório ao adquirir câmaras térmicas como, por exemplo, conhecimento das necessidades do método, escolha do melhor equipamento para a sua aplicação, existência de critérios claros de aceitação, comprovação da conformidade a esses critérios. Tal comprovação se dá por meio da calibração e dos ensaios funcionais, seguida da comparação com os critérios de aceitação.

Foi apresentado o DOQ-Cgcre-028 – Orientação para a calibração de câmaras térmicas sem carga, elaborado pela CT-11, seguido da discussão sobre como avaliar a homogeneidade, a estabilidade e a uniformidade das câmaras térmicas, assim como o detalhamento das fontes que contribuem para a expressão da incerteza do resultado de medição.

Foi exposto que os avaliadores devem analisar a ABNT NBR 10012, que apresenta um critério simples para a avaliação da adequação da incerteza de um instrumento de medição. A incerteza da calibração do sistema de controle deve ser 1/3 do valor admitido para a variação do processo de medição.

Ação da Dicla: Definir se os laboratórios de ensaios acreditados que utilizam câmaras térmicas podem realizar tais estudos (calibração e ensaios funcionais) com sensores calibrados por laboratórios acreditados ou se esse serviço deve ser contratado de laboratórios de calibração acreditados. Para tal atividade, a Dicla deve ter em mente que atualmente os avaliadores de ensaios químicos e biológicos já vêm cobrando o estudo de homogeneidade e estabilidade para os laboratórios, e aceitando os estudos feitos internamente. Como deveria ser composta a equipe de avaliação de um laboratório que tenha câmara térmica e que realize tal calibração com ensaios funcionais, para garantir a validade de tal avaliação? Cabe uma análise das solicitações de acreditação para avaliar se realmente existe uma atividade de avaliação da conformidade e, não apenas, uma necessidade de ganhos de mercado.

Palestra 9: Apresentação da minuta de nota técnica sobre verificação intermediária de balanças analíticas – Ana Cristina (Inmetro/Cgcre/Dicla)

A Nota Técnica elaborada no âmbito da Dicla está embasada em documentos técnicos, como o NATA/2010, que é o mais criterioso. É recomendável que os avaliadores consultem este documento.

O foco da nota técnica é a balança eletrônica já que a grande maioria dos laboratórios a utilizam. A questão da periodicidade da calibração desse tipo de balança deve ser analisada posteriormente para uma nova orientação aos laboratórios e avaliadores. No momento, adota-se a periodicidade anual, como recomendado pela literatura.

Quanto às verificações intermediárias, devem ser feitas com periodicidade e procedimentos definidos, com avaliação da tendência da balança.

Preferencialmente, deve ser utilizado peso padrão calibrado em laboratório de calibração competente. Entretanto, há a possibilidade do uso de pesos não calibrados, cujo valor é designado pelo usuário. O erro de excentricidade pode ser uma das maiores fontes de incerteza de uma balança, por isso, a necessidade de um peso que tenha uniformidade e formato que permita uma distribuição adequada no prato da balança. Múltiplas faixas devem ser verificadas distintamente, considerando que a balança pode não apresentar um comportamento linear. Foi dado um exemplo de checagem.

A minuta da nota técnica será revisada para a inclusão da verificação periódica da repetitividade da balança, de acordo com o documento publicado pelo NATA. Em seguida, a nota técnica será publicada para conhecimento de todos.
