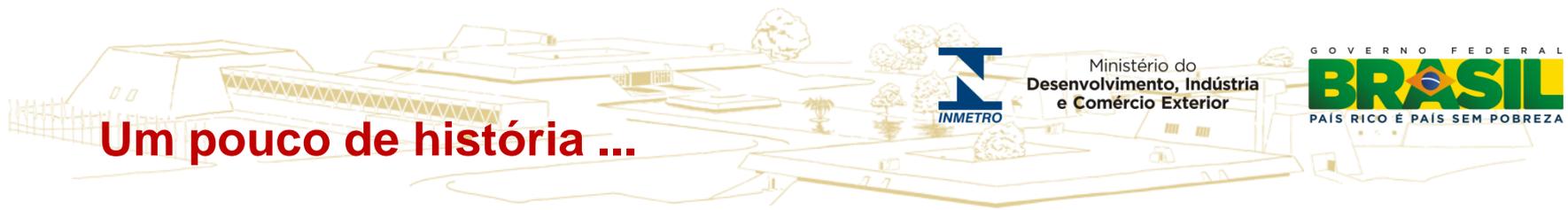


Discussão sobre as mudanças relacionadas à publicação do ISO Guide 34:2009.

Renata Martins Horta Borges
Divisão de Acreditação de Laboratórios
Coordenação Geral de Acreditação



Um pouco de história ...

Segundo Lamberty e Emons (2010), a acreditação de produtores de materiais de referência se tornou uma questão mais visível e importante quando a Austrália iniciou os esforços para consolidar o controle de doping para a preparação dos Jogos Olímpicos de 2000 em Sidney.

Os principais documentos disponíveis:

ISO/IEC 17025: 1999 → Passou por revisão e foi publicada a nova versão em 2005

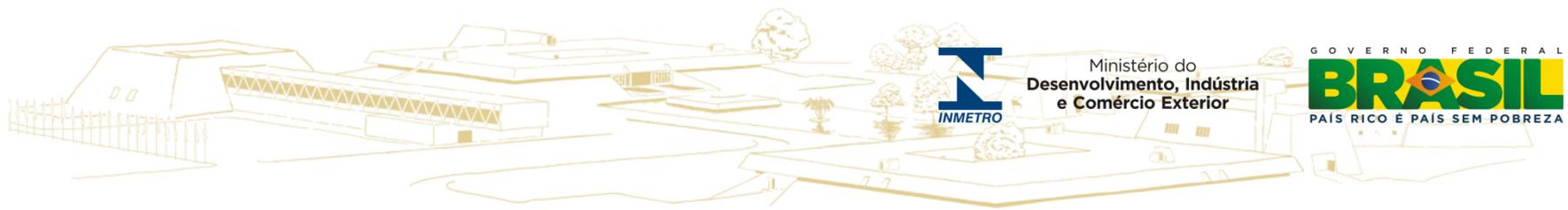
ILAC G12: 2000 (Guidelines for the requirements for the competence of reference materials producers),

ISO Guide 34:2000 → apresentava uma estrutura não alinhada à norma ISO/IEC 17025 nem ao ILAC G12.

Em 2005 foi realizada uma pesquisa no âmbito do ISO REMCO para identificar que Guides deveriam ser revisados e a seguinte resolução foi escrita, fruto da reunião anual de 2006:

“Resolution 5/2006 (29th REMCO Assembly – Praga, República Tcheca)

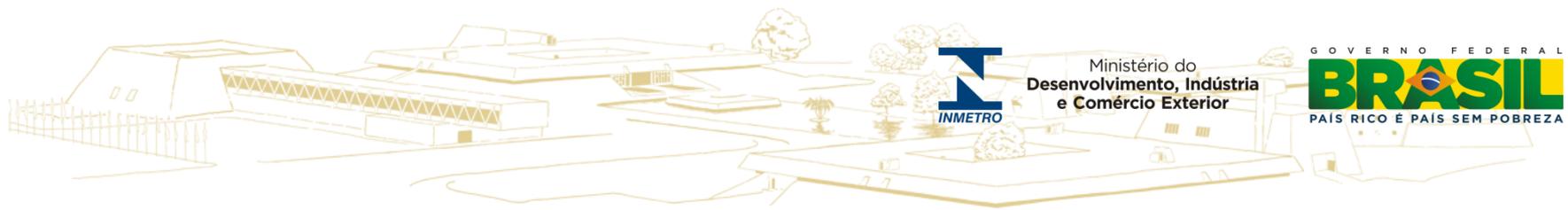
*REMCO confirms that it is important that there **is stability in the technical content**, nevertheless recognizes that there may be benefit in **clarification in certain areas**, agrees that ... an ad-hoc group “AHG Guide 34” (Convener Andrée Lamberty) is established to propose areas needing clarification and / or further explanation **(i.e. no new requirements)**.”*



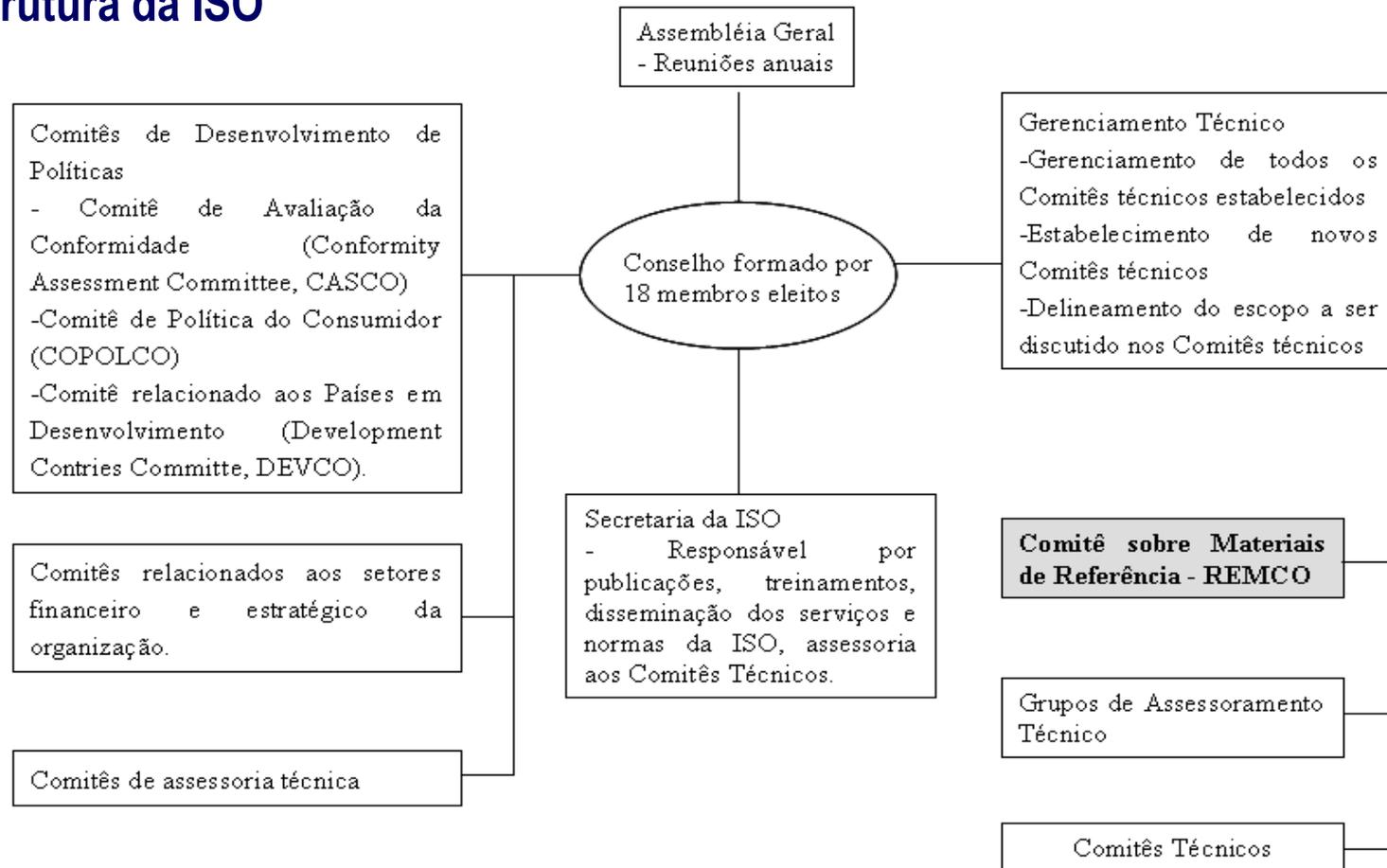
Um pouco sobre o ISO REMCO ...

Comitê responsável pela elaboração e revisão dos ISO Guides relacionados aos materiais de referência, elementos-chave para a garantia da confiabilidade e rastreabilidade metrológica dos resultados das medições efetuadas por laboratórios atuantes nas mais diferentes áreas tecnológicas.

Início das atividades em 1975!



Estrutura da ISO



Ref.: ISO, 2005

A referência para a acreditação...

ISO Guide 34 – cobrindo os requisitos para reconhecimento da competência de PMR

ISO Guide 80 –
Requisitos mínimos
para preparação “in
house” de MR para
controle da qualidade
(em elaboração)

ISO Guide 79 –
Requisitos para
produção de MR para
análises qualitativas
(*testing of nominal
properties*) (em
elaboração)

ISO Guide 35 –
Requisitos para
caracterização e
certificação de MR
(em revisão)

ISO Guide 33 – usos de MR, incluindo calibração, validação e verificação de métodos, gráficos controle, transferência de valores, ensaios de proficiência, etc. (em revisão)

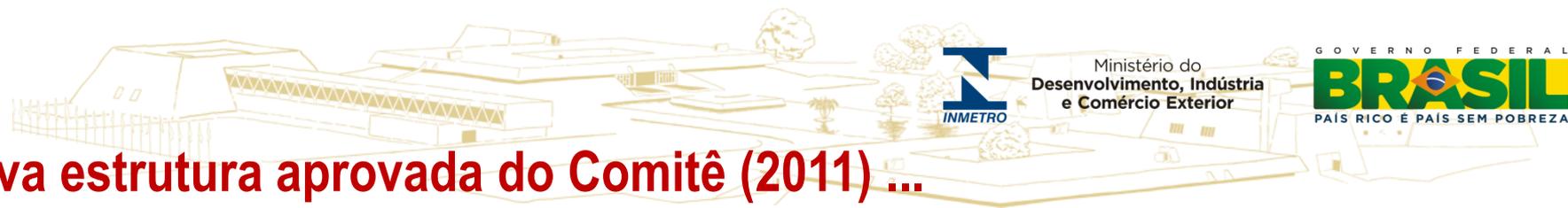
ISO Guide 31 – documentação que acompanha o MR (em revisão)

ISO Guide 30 – termos e definições relacionados aos MR (em revisão)

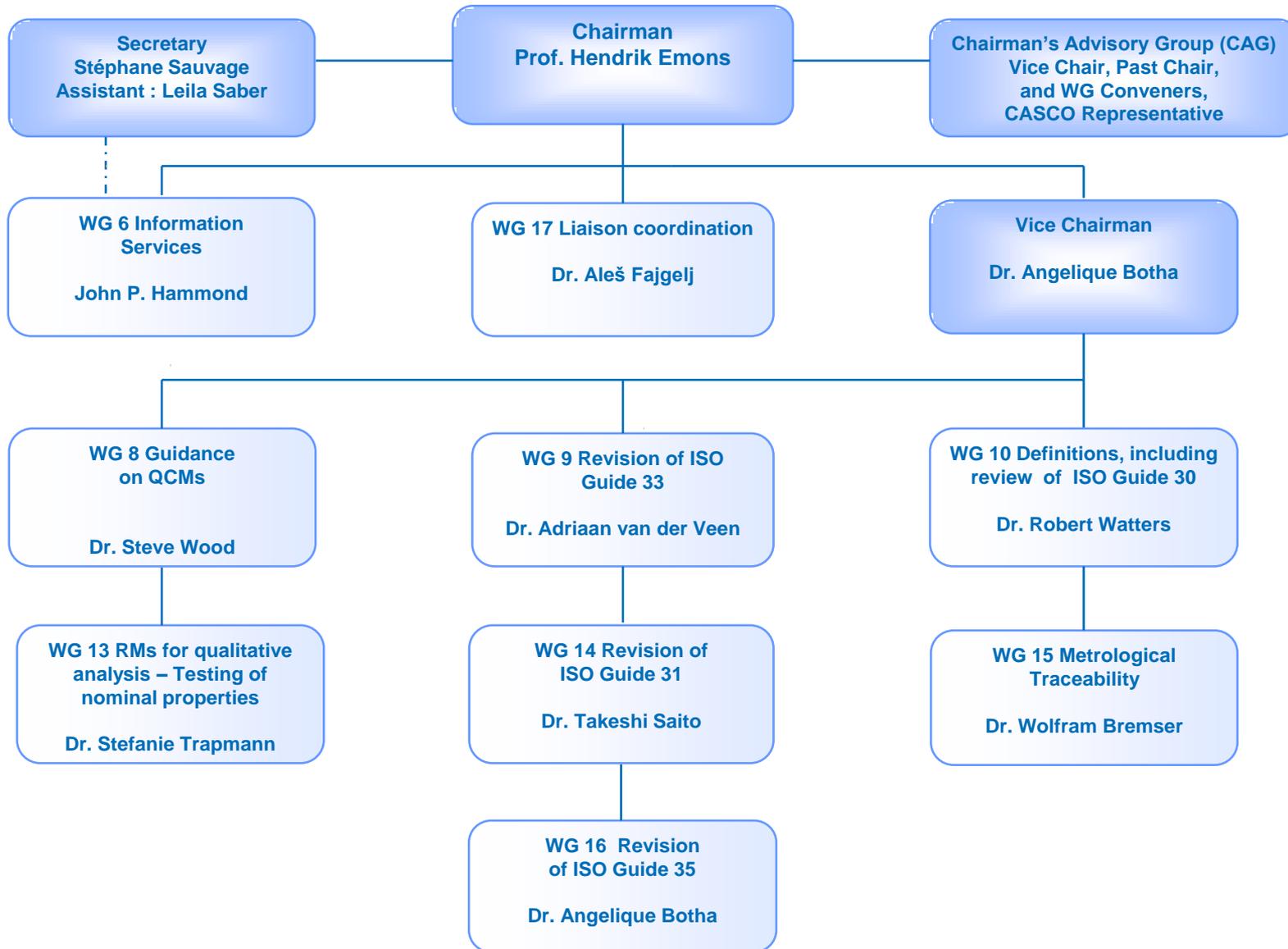


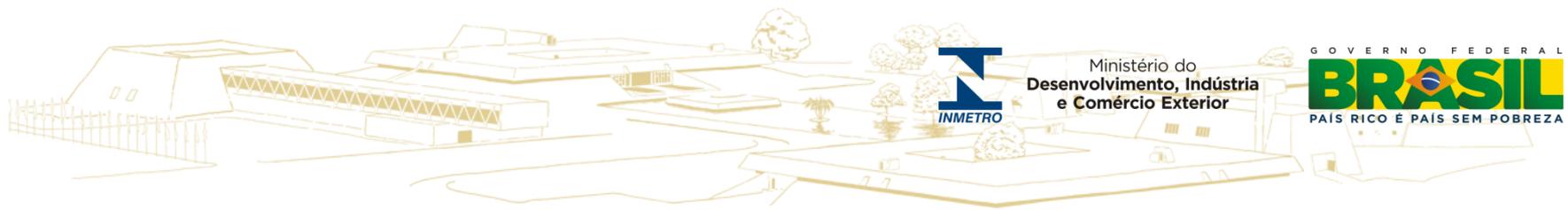
Situação dos Guides em 2011

ISO/REMCO Publicações	Usuário	Produtor
Guide 30 – Terms and Definitions (1992) (em revisão)		
Guide 31 – Contents of Certificates (2000) (em revisão)		
Guide 32 – Calibration Using RMs (1997)		
Guide 33 – Uses of CRMs (2000) (em revisão)		
Guide 34 – Requirements for the Competence of Producers (2009)		
Guide 35 – General and statistical principles for certification (2006) (em revisão)		
Associated informative publications, e.g planned “Guide to the use and interrelationships of REMCO Guides” (não vem sendo discutido no âmbito do Comitê)		



Nova estrutura aprovada do Comitê (2011) ...





Acreditação segundo os requisitos do ISO Guia 34 em combinação com a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005...

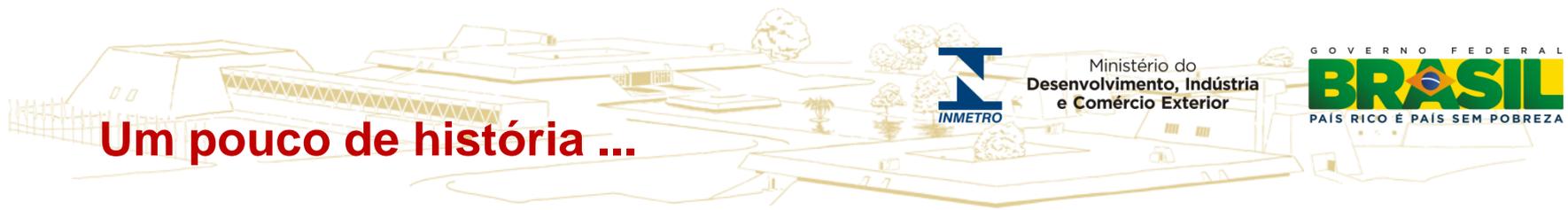
8th ILAC General Assembly (2004):

✓ **ILAC Resolution GA 8.11:** assessing the technical competence of bodies producing reference materials with **assigned values** is accreditation of a conformity assessment activity.

✓ **ILAC Resolution GA 8.12:** accreditation of technically competent bodies producing reference materials with assigned values will be conducted against harmonized criteria based on ISO Guide 34 and ISO/IEC 17025 in combination.

9th ILAC General Assembly (2005):

✓ **ILAC Resolution GA 9.28:** Following 2004 ILAC GA resolutions 8.11 and 8.12 relating to accreditation of Reference Materials Producers, the General Assembly resolves that the accreditation to ISO Guide 34 in combination with ISO/IEC 17025 be included under the current ILAC Arrangement when appropriate procedures for this activity are developed and agreed by ILAC.

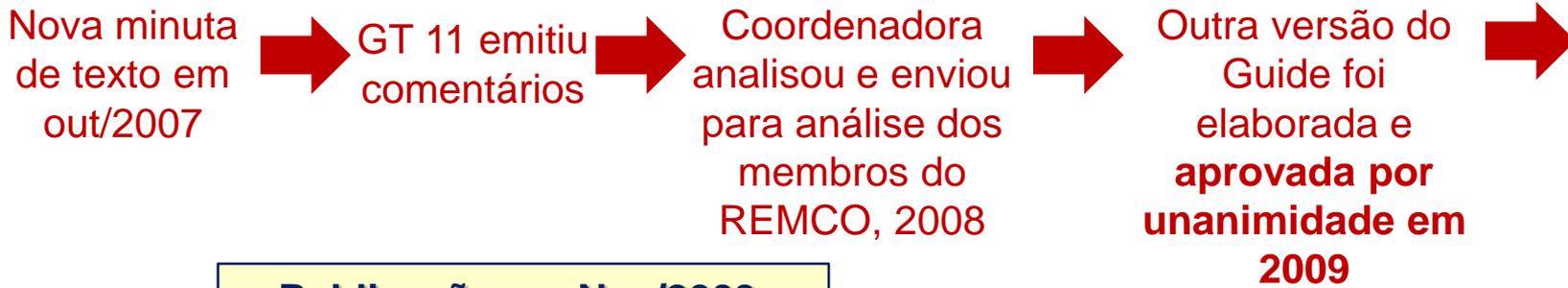


Um pouco de história ...

O primeira minuta foi discutida na reunião de 2007 do REMCO, Japão:

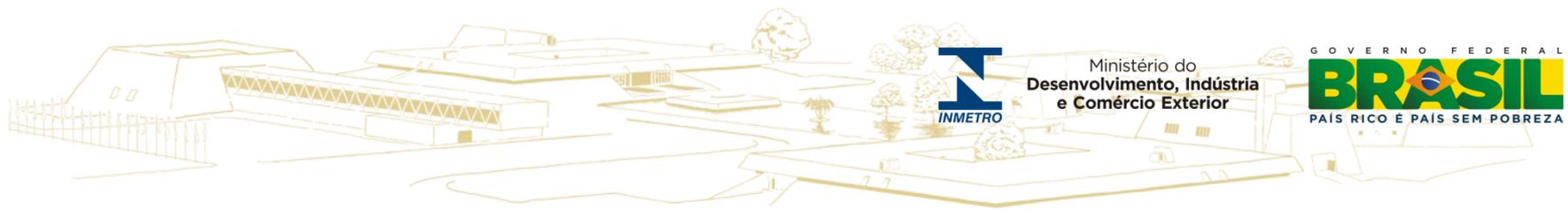
Foram consideradas contribuições do grupo ad hoc (representação da ABNT) e do relatório proveniente do Workshop promovido pela APLAC sobre acreditação de produtores de materiais de referência em 2005;

Como resultado das discussões da reunião do Japão, as mudanças pequenas do Guide 34 provenientes de esclarecimentos sobre a aplicação do Guide em determinadas áreas foram consideradas não suficientes. Um grupo de trabalho no âmbito do REMCO foi formado para revisar todo o Guide (Working Group 11, Revision of Guide 34).

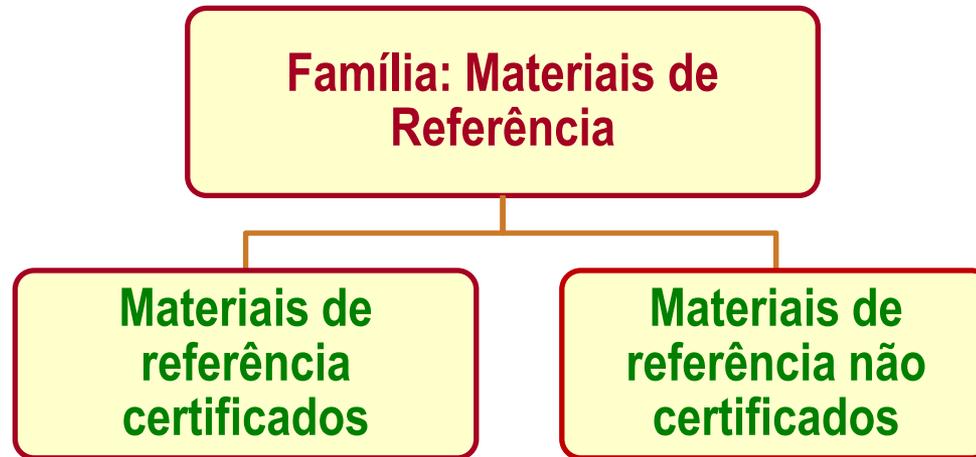


**Publicação em Nov/2009,
somente três anos após a
decisão do REMCO**

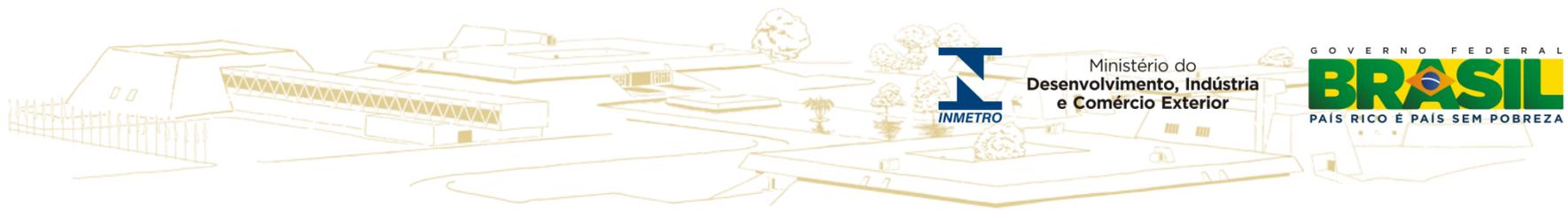
Ref. Lamberty and Emons, 2010



Escopo do ISO Guide 34: 2009

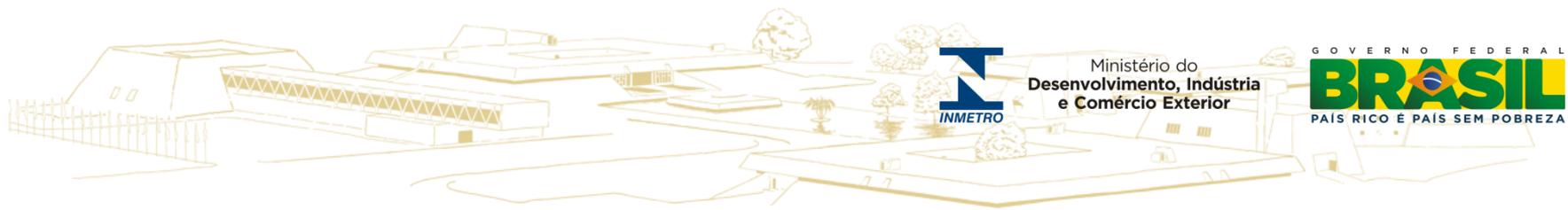


- ❖ Discussões foram feitas sobre o termo “não certificados”, propondo termos como: *in-house materials*, *quality control materials*, *laboratory control materials*. Mas o termo “não certificados” foi mantido;
- ❖ Possibilidade de conflito com o ISO Guide 80 (ainda em fase de elaboração);
- ❖ Dificuldade de se avaliar a competência de um PMR com dois Guides, um para MR não certificado outro para MR certificado.



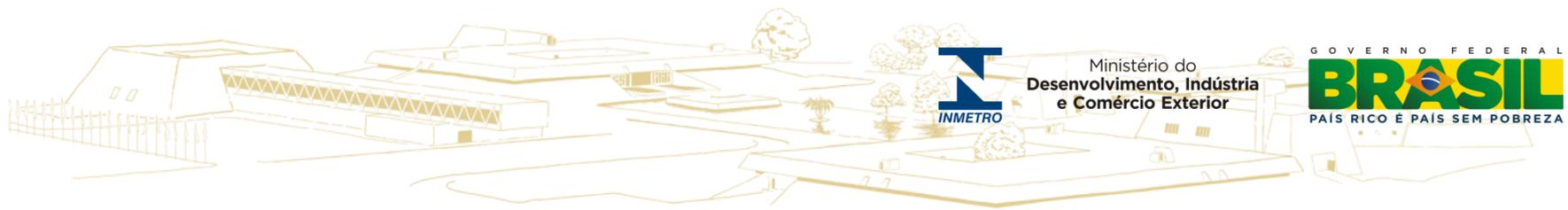
Escopo do ISO Guide 34: 2009

- ❖ Foi inserida uma nota (item 1.2) esclarecendo que o Guide 34 não deve ser utilizado como base para avaliação de conformidade para organismos de certificação.
- ❖ O termo “certificação” é utilizado para certificação de materiais de referência e não deve ser confundido com certificação de produto ou certificação de sistemas de gestão.
- ❖ Foram inseridas novas definições visando alinhar o Guide às referências normativas expostas anteriormente.
- ❖ Foi inserido o item 1.4 enfatizando que o Guide 34 se aplica à produção de materiais de referência certificados e não certificados. Para não certificados, os requisitos mínimos são detalhados ao longo do documento



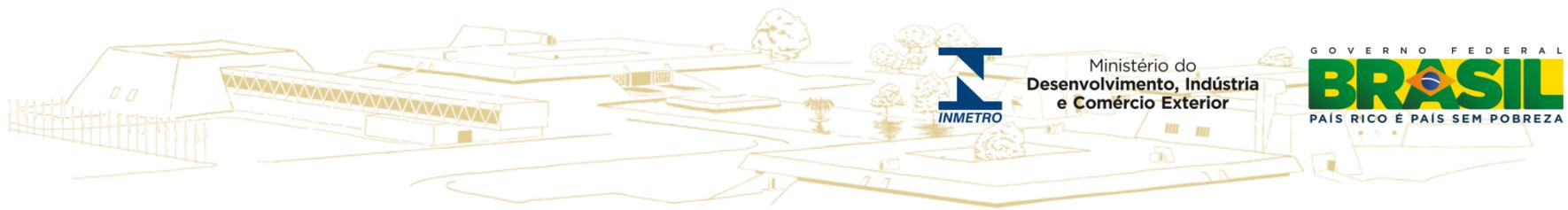
❖ De forma a atender os requisitos para a produção de materiais de referência não certificados, pode não ser necessário (requisito 5.1):

- ✓ Planejar exercícios interlaboratoriais, avaliar a comutatividade, atribuir valores de propriedades e estabelecer planilhas de incertezas associadas ao valor de propriedades [5.4.3 j), k), l), m)];
- ✓ Prover informação detalhada aos usuários sobre o estudo de homogeneidade, entretanto o nível de homogeneidade deve ser informado (5.13.1);
- ✓ Prover informação detalhada aos usuários sobre o estudo de estabilidade, entretanto o nível de estabilidade deve ser informado (5.14.1);
- ✓ Caracterizar do material (5.15);
- ✓ Atribuir os valores de propriedade e suas incertezas associadas (5.16);
- ✓ Estabelecer a rastreabilidade metrológica dos valores atribuídos (5.12.4).



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

- ❖ Guide alinhado com a norma ISO/IEC 17025 → amplo suporte da ILAC
 - ❖ Mudanças foram feitas quando se abordou medição e ensaio, referindo-se no Guide como produção de materiais de referência;
 - ❖ Para alguns requisitos, o Guide 34 pode ser visualizado como a única referência para a acreditação de produtores de materiais de referência:
- ✓ 4.1.2 Política da qualidade
“to conduct all testing and calibration in support of the production of reference materials in compliance with the requirements of ISO/IEC 17025”
- ✓ 4.5 Uso de subcontratados
“For subcontractors executing measurements or testing, the specifications shall include requirements as described in ISO/IEC 17025. Producers shall ensure that they are provided by the subcontractors with the information to ensure compliance with the requirements of ISO/IEC 17025.”



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

✓ 4.13 Registros

The results of each calibration or measurement (or series of either) carried out by the reference material producer shall be reported in accordance with ISO/IEC 17025.

✓ 5.3 Subcontratados

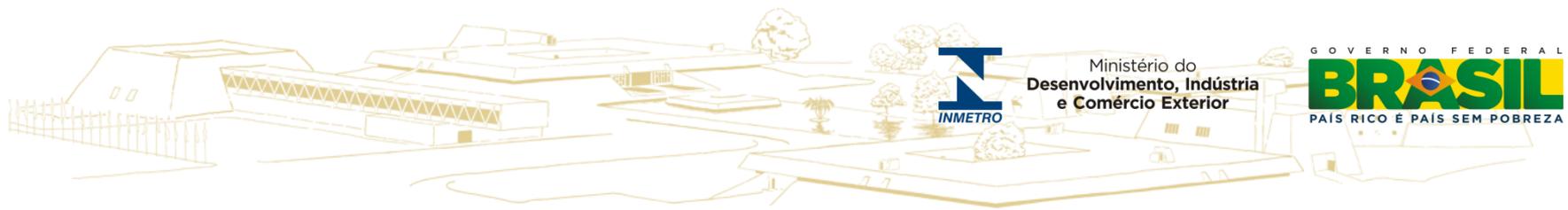
It shall ensure that all work carried out by subcontractors who may contribute to the assignment of the property values of interest is fit for that purpose and in compliance with this Guide and ISO/IEC 17025 for measurement, calibration and testing.

✓ 5.9 Métodos de medição

Records of the method of validation shall be retained. Validation shall meet the requirements of ISO/IEC 17025.

✓ 5.10 Equipamento de medição

Measuring equipment used in reference material production shall be used in compliance with ISO/IEC 17025.



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

✓ 5.13 Avaliação da homogeneidade

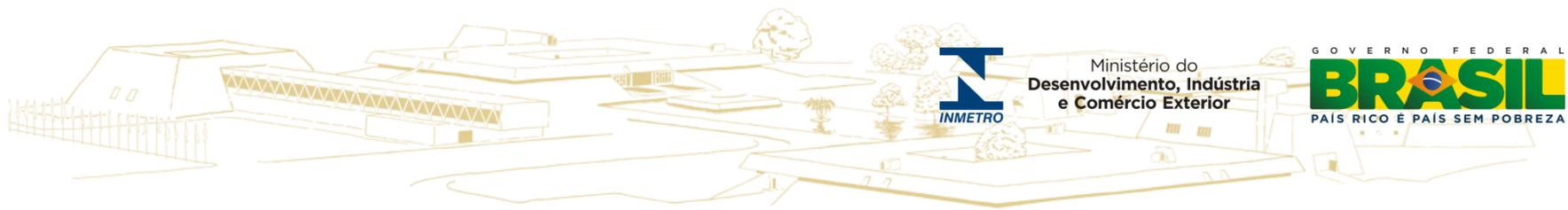
Testing, calibration, measurement, sampling or other activities performed for the assessment of homogeneity shall be carried out in compliance with ISO/IEC 17025.

✓ 5.14 Avaliação da estabilidade

Testing, calibration, measurement, sampling and other activities performed for the assessment of stability shall be carried out in compliance with ISO/IEC 17025.

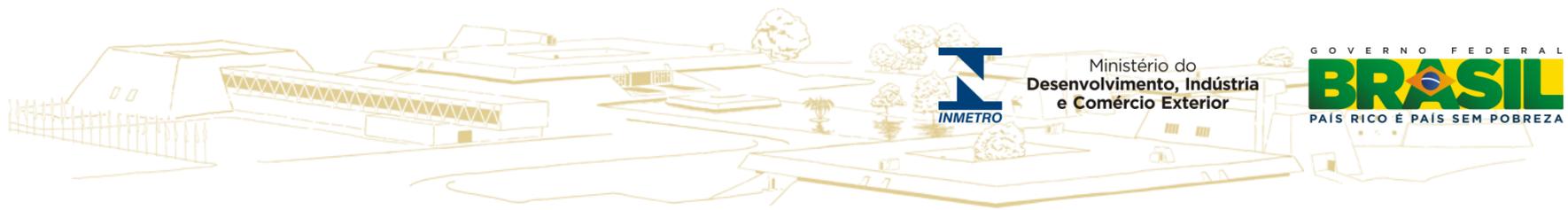
✓ 5.15 Caracterização

The characterization shall comply with the requirements of ISO Guide 35 and ISO/IEC 17025 for testing, calibration and related activities.



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

- ❖ Guide alinhado com as novas definições do ISO/IEC Guide 99: 2007, também conhecido como VIM 03
 - ✓ Incerteza de medição (alinhado com ISO/IEC Guide 98-3);
 - ✓ Rastreabilidade metrológica (alinhado com ISO Guide 30 e VIM 03);
 - ✓ Comutatividade (foi adotada a definição descrita no VIM 03, embora a definição apresentada na norma ISO 17511 seja mais fácil de se compreender).
- ❖ Alguns termos revisados de forma a deixar o Guide 34 aplicável aos organismos de acreditação:
 - ❖ Termos como “convém” e “é recomendável” foram substituídos por “deve”;
 - ❖ O termo subcontratado foi incluído (substituindo o termo colaborador) de forma alinhada com a ISO/IEC 17025 e a ISO/IEC 17043.



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

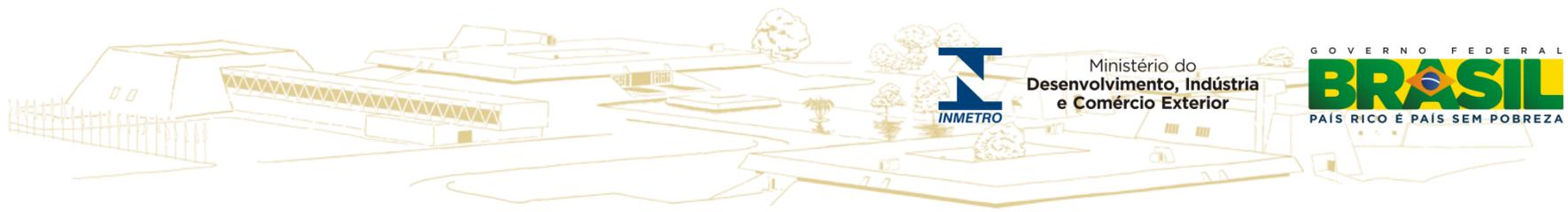
Focando a questão de subcontratados, pode-se observar o seguinte:

Não devem ser realizadas por subcontratados (Guide 34: 2009, definição sobre subcontratados):

- ❖ planejamento da produção;
- ❖ seleção de subcontratados;
- ❖ atribuição e decisão sobre os valores de propriedades e incertezas associadas;
- ❖ autorização dos valores de propriedade;
- ❖ emissão de certificados ou outras declarações para os materiais de referência

Obs.: Foi especificado que consultores (“advisors”) não são subcontratados.

Ref. Lamberty and Emons, 2010



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

Considerando o requisito sobre ensaios e calibrações realizadas para dar suporte ao processo de produção de materiais de referência...

- ❖ todos os ensaios e calibrações devem ser realizados em conformidade com a norma **ISO/IEC 17025 ou ISO 15189** para ensaios voltados à área clínica.
- ❖ a acreditação de subcontratados segundo os requisitos da norma ISO/IEC 17025 não é obrigatória, entretanto cabe ao PMR assegurar que as atividades de produção atendam aos requisitos da norma.

Pontos relevantes para avaliação dos subcontratados: competência do pessoal, condições ambientais, condições de medição, equipamentos (ver requisito 5.3.1).

Além disso, os subcontratados não acreditados podem ser avaliados por participações satisfatórias em atividades de ensaios de proficiência, produção de resultados aceitáveis, o produtor pode fazer avaliação no local do subcontratado ou optar por avaliação / supervisão dos trabalhos do subcontrato, análise de materiais similares (matriz, concentração), antes ou em paralelo com o candidato ao material de referência.

Exemplos de atividades relacionadas à produção de materiais de referência executadas por produtores e subcontratados.



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



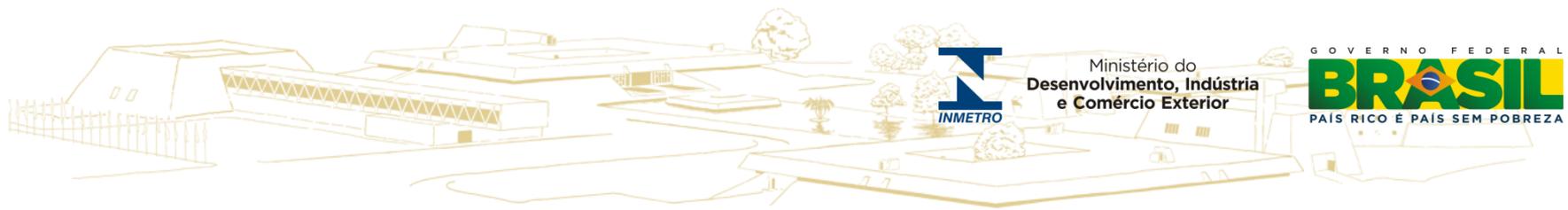
Atividades na produção de MR(C)	Documentos relevantes	Organizações responsáveis							
		Tipo 1	Tipo 2	Tipo 3	Tipo 4	Tipo 5	Tipo 6	Tipo 7	Tipo 8
Planejamento da produção	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	P	P	P	P	P
Preparo do material	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	S	S	S	S	P	S	P
Ensaio de homogeneidade / estabilidade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	S*	S*	S*	S*	P
Caracterização dos valores de propriedade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	S*	S*	S*	P	S*
Designação e decisão dos valores de propriedade	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	P	P	P	P	P	P
Autorização dos valores de propriedade e emissão de certificado	ISO Guide 34	P	P	P	P	P	P	P	P
Manuseio e estocagem (incluindo ensaios pós-certificação)	ISO Guide 34 + ABNT NBR ISO/IEC 17025	P	P	S	P	S	S	S	P
Distribuição e serviço pós-distribuição	ISO Guide 34	P	P	S	P	S	P	S	P

Ref.: Adaptação do documento APLAC TC 008 (APLAC, 2010, revisão 03).

P = atividades realizadas pelo produtor de materiais de referência;

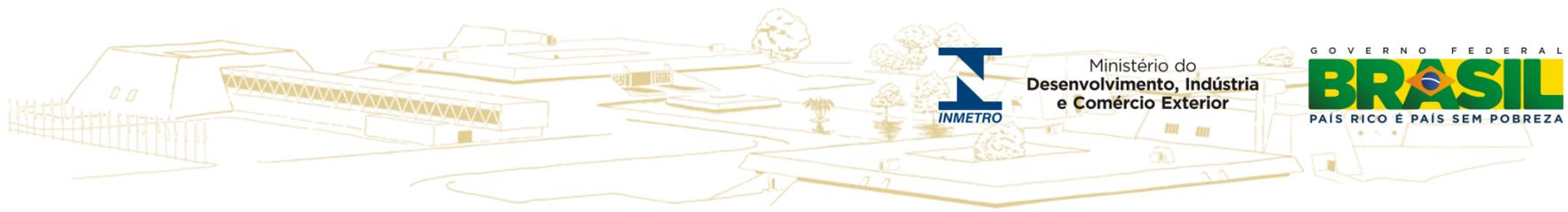
S = atividades realizadas pelo subcontratado.

S*= qualquer conclusão relacionada à atividade do subcontratado deve ser feita pelo produtor (PMR).



Os procedimentos para produção do material devem incluir:

- análise qualitativa para a verificação do tipo de material e/ou identidade,
- síntese, purificação, transformação na forma final (por exemplo, usinagem, moagem, etc).
- homogeneização,
- manuseio apropriado (proteção contra contaminação e uso de equipamento inerte),
- medições para controle da produção (por exemplo, distribuição do tamanho de partículas, teor de umidade, etc.),
- estabilização do material (secagem, irradiação, esterilização),
- embalagem de amostras representativas da batelada.

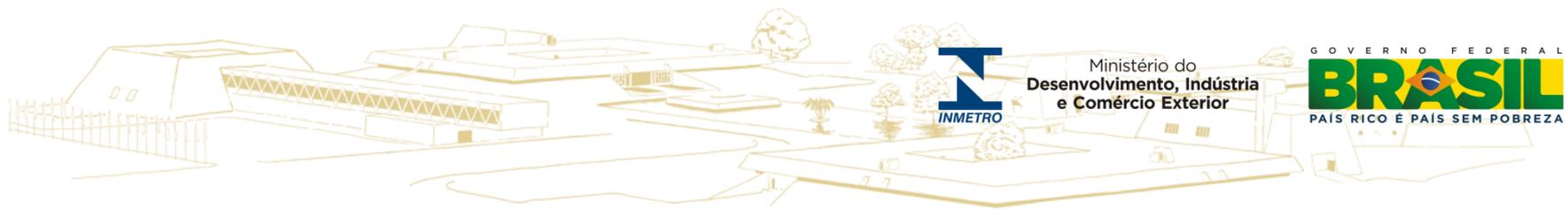


A **avaliação da homogeneidade é sempre requerida** para se estabelecer o nível de homogeneidade do material com relação às propriedades de interesse.

- ❖ Ensaios, calibrações, amostragem ou outras atividades devem ser realizadas em conformidade com a norma ISO/IEC 17025.
- ❖ Os estudos devem ser planejados e realizados de acordo com o Guide 35. O nível de homogeneidade deve ser indicado na documentação que acompanha o material de referência.

A **avaliação da estabilidade é sempre requerida** para se estabelecer o nível de estabilidade do material com relação ao uso pretendido.

- ❖ Os estudos de estabilidade só podem ser realizados se homogeneidade suficiente for demonstrada.
- ❖ Os estudos devem ser planejados e realizados de acordo com o Guide 35. A estabilidade do material sob condições de transporte deve ser avaliada.
- ❖ Quando apropriado, uma avaliação da estabilidade do material de referência deve ser realizada a intervalos periódicos após a caracterização, visando confirmar que todos os valores são mantidos desde a produção até a “expiry date”.



ISO Guide 34: 2009

ISO/IEC 17025:2005

ISO Guide 34: 2009

Planejamento

Seleção de subcontratados

Controle da produção e monitoramento

Estoque do candidato a MR

Avaliação da homogeneidade / estabilidade

Caracterização

Atribuição de valor de propriedade

Monitoramento pós-certificação

Medições para controle da produção

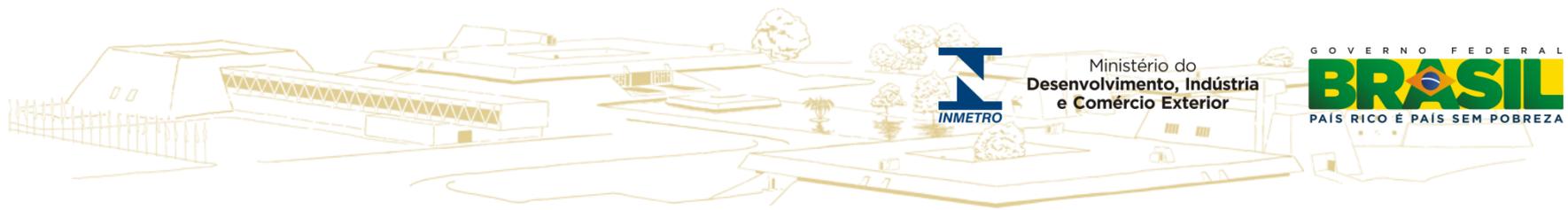
Medições

Medições

Medições

Amostragem
Preparação
Envase

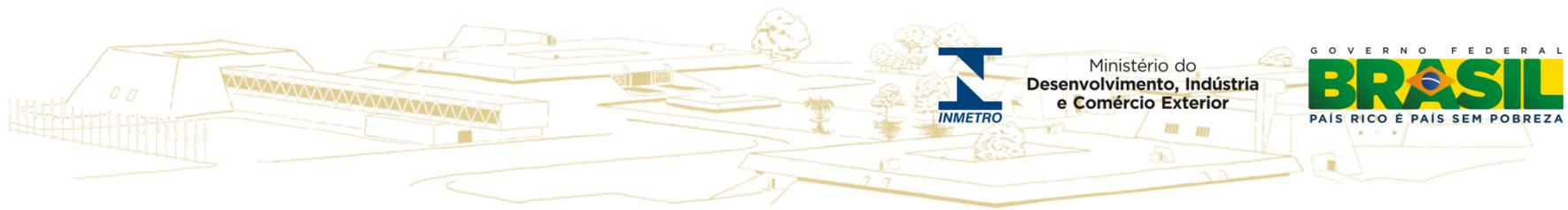
Ref. André Lamberty,
Hangzhou (CN)
08.05.2010 – RM
Workshop



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

5.2 Pessoal ...

- ❖ Capacitação para executar atividades relacionadas à produção de candidatos a materiais de referência;
- ❖ Educação e treinamento sobre a série de ISO Guide
- ❖ Capacitação para avaliação do trabalho executado pelo subcontratado;
 - ❖ Competência do pessoal do subcontratado;
 - ❖ Acomodações apropriadas;
 - ❖ Condições ambientais;
 - ❖ Equipamentos de medição adequados



Estrutura do ISO Guide 34: 2009

5.12 Rastreabilidade metrológica ...

Pontos relevantes

- 2ª edição do *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia* (VIM) foi publicada em 1993.
- VIM 03: A necessidade de abordar pela primeira vez medições em química e análises clínicas, bem como de incorporar conceitos, tais como aqueles que se referem à rastreabilidade metrológica, à incerteza de medição e às propriedades qualitativas.

Rastreabilidade metrológica (2.41, VIM 03)

Propriedade de um **resultado de medição** pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de **calibrações**, cada uma contribuindo para a **incerteza de medição**.

Em relação ao VIM 02 para o VIM 03: O termo “comparações” foi substituído por “calibrações”.

Abordagens para caracterização...



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior

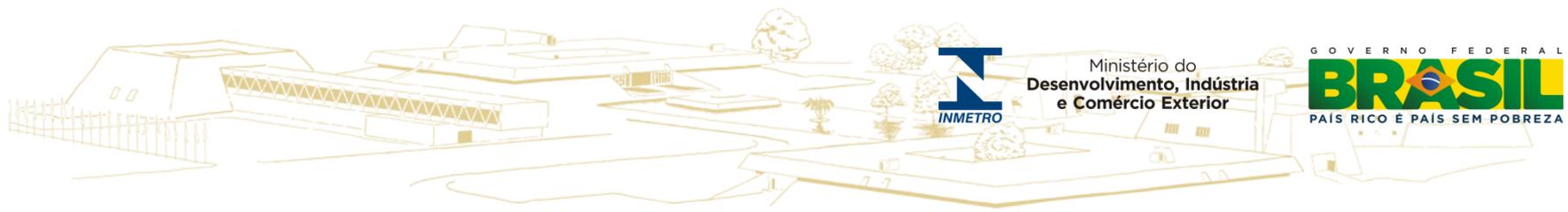


For certified reference materials, the producer shall use and document technically valid procedures to characterize its reference materials. The characterization shall comply with the requirements of **ISO Guide 35 and ISO/IEC 17025 for testing, calibration and related activities.**

There are several technically valid approaches for characterizing a reference material. These include carrying out measurements using

- a) a single (primary) method in a single laboratory;
- b) two or more independent reference methods in one or several laboratories;
- c) one or more methods of demonstrable accuracy, performed by a network of competent laboratories;
- d) an approach providing method-specific, operationally defined property values, using a network of competent laboratories.

The single (primary) method approach a) shall be carried out only when the procedure and expertise enable it to ensure metrological traceability. More usually, a property value can be reliably assessed when its value is confirmed by several laboratories working independently and using more than one method, for each of which the accuracy has been well established.



2.8 (VIM 03)

procedimento de medição primário

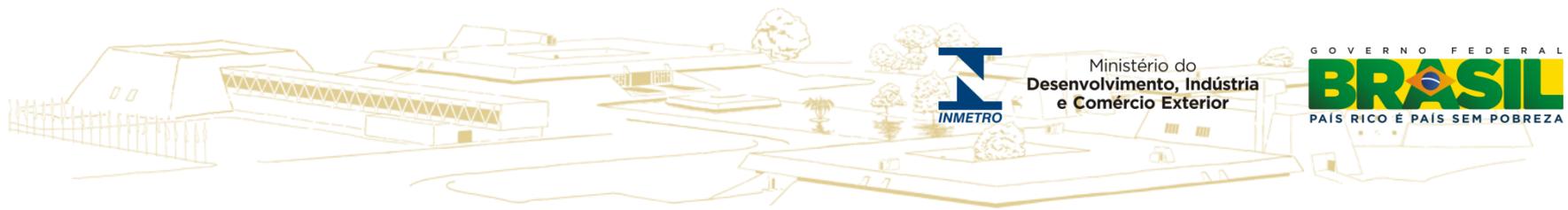
procedimento de referência primário ; procedimento de medição de referência primário

Procedimento de medição de referência utilizado para obter um resultado de medição **sem relação com um padrão de uma grandeza de mesmo tipo.**

EXEMPLO O volume de água de uma pipeta de 5 ml a 20 °C é medido através da pesagem da água vertida da pipeta em um béquer, levando-se em conta a massa total do béquer e da água menos a massa do béquer vazio, corrigindo-se a diferença de massa para a temperatura real da água, por intermédio da massa específica.

NOTA 1 O Comitê Consultivo de Quantidade de Substância - Metrologia em Química (CCQM) utiliza para este conceito o termo "método de medição primário".

NOTA 2 O CCQM (5ª Reunião de 1999) definiu dois conceitos subordinados, que podem ser denominados "procedimento de medição primário direto" e "procedimento de medição primário de razão".



5.1 (6.1) (VIM 03)

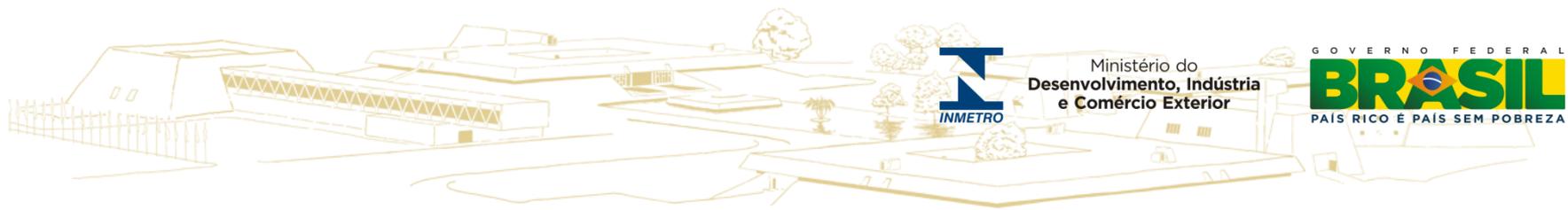
padrão

measurement standard ; etalon

Realização da definição de uma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada, utilizada como referência.

EXEMPLO 5 Conjunto de soluções de referência de cortisol no soro humano, para o qual cada solução tem um valor certificado com uma incerteza de medição.

EXEMPLO 6 Material de referência que fornece valores com incertezas de medição associadas para a concentração em massa de dez proteínas diferentes.



5.4 (6.4) (VIM 03)

padrão primário

primary measurement standard ; primary standard

Padrão estabelecido com auxílio de um procedimento de medição primário ou criado como um artefato, escolhido por convenção.

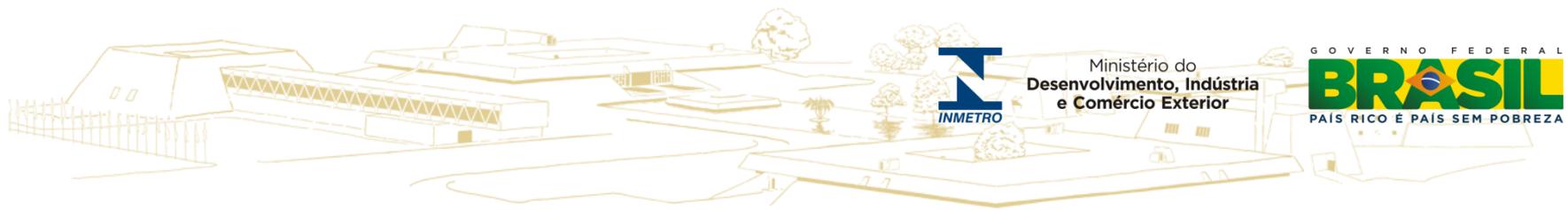
EXEMPLO 1 Padrão primário de concentração em quantidade de substância preparado pela dissolução de uma quantidade de substância conhecida de uma substância química num volume conhecido de solução.

EXEMPLO 2 Padrão primário de pressão baseado em medições separadas de força e área.

EXEMPLO 3 Padrão primário para as medições das razões molares de isótopos preparado por meio da mistura de quantidades de substâncias conhecidas de isótopos especificados.

EXEMPLO 4 Padrão primário de temperatura termodinâmica constituído por uma célula de ponto triplo da água.

EXEMPLO 5 O protótipo internacional do quilograma como um artefato escolhido por convenção.

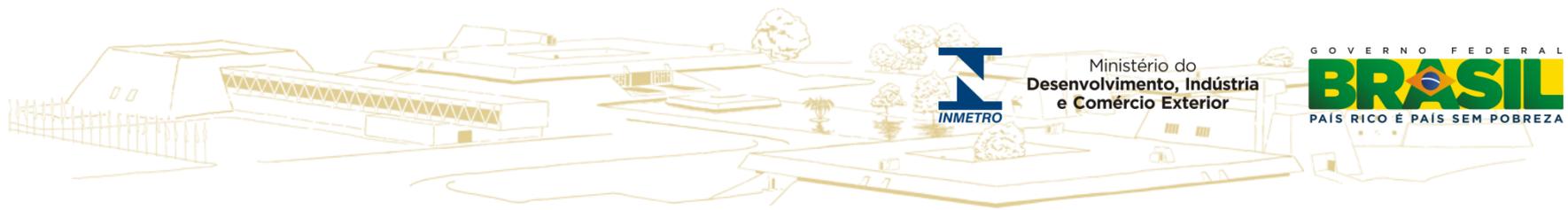


2.7 (VIM 03)

procedimento de medição de referência

reference measurement procedure

Procedimento de medição considerado capaz de fornecer resultados de medição adequados para a avaliação da veracidade de valores medidos obtidos a partir de outros procedimentos de medição para grandezas de mesmo tipo, em calibração ou em caracterização de materiais de referência.



Sobre o certificado e a documentação para os usuários de materiais de referência

- ❖ O PMR deve emitir um certificado para os materiais de referência certificados e prover apropriada documentação para os materiais de referência não-certificados sob a forma de declaração, relatório de análise ou qualquer outra denominação.
- ❖ O conteúdo dos certificados dos MRC devem atender aos requisitos do Guide 31. **Se o certificado apresentar valores não certificados., deve haver clara distinção entre os valores certificados e não certificados.**
- ❖ A documentação para materiais de referência não certificados deve incluir informação sobre homogeneidade, estabilidade e o período de validade. Deve também conter informação para o usuário sobre a aplicação adequada e condições de armazenamento apropriadas dos materiais de referência.

Annex A (informative)

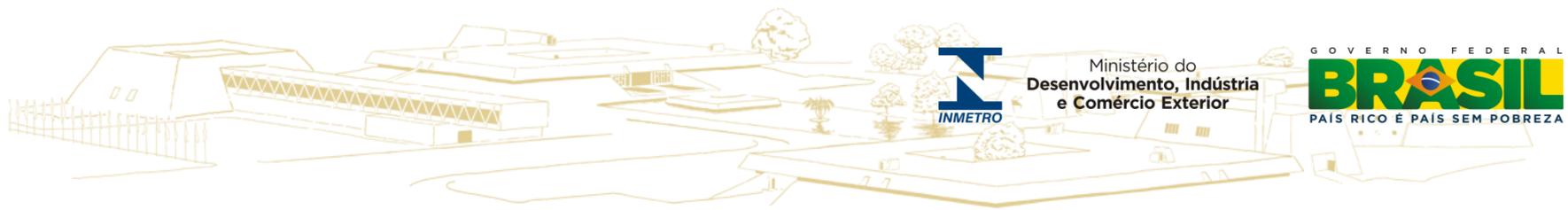
Metrological traceability of certified property values of reference materials

Annex B (informative)

Commutability of reference materials (conhecido na área clínica, mas relativamente novo em outros campos de aplicação, especialmente quando se trata da definição exposta no VIM 03)

Annex C (informative)

ISO/IEC 17025/ISO Guide 34 cross-reference table



Obrigada!

www.inmetro.gov.br

rmborges@inmetro.gov.br