



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 1

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

SELEÇÃO, VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS SELECTION, VERIFICATION AND VALIDATION OF METHODS

Base introdutória

A definição e os requisitos para seleção, verificação e validação de métodos são descritos na secção 3.8, 3.9 e 7.2 da ISO/IEC 17025:2017.

Verificação:

Os métodos normalizados necessitam de uma verificação para assegurar que o laboratório é capaz de efetuar as atividades declaradas. A verificação é uma demonstração que o laboratório é capaz de reproduzir, com um nível de desempenho aceitável, um método normalizado. A verificação, segundo as condições de utilização, é demonstrada pelo cumprimento das especificações de adequabilidade do sistema definidas para o método, bem como a demonstração da exatidão e da repetibilidade ou de outros parâmetros do método associados ao tipo de método.

Ver JCGM200:2012 - §2.44 para detalhes e exemplos adicionais

Validação:

ISO/IEC 17025: 2017 – Requisito 7.2.2.1: “O laboratório deve validar métodos não-normalizados, métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório e métodos normalizados que sejam utilizados fora do âmbito previsto ou modificados de alguma forma. ...”

Ver JCGM200:2012 - §2.45 para detalhes e exemplos adicionais

Fatores a ter em conta

Seleção:

O cliente pode especificar o método a ser utilizado, caso contrário, o laboratório pode selecionar um método apropriado e informar o cliente.

A aceitação do cliente é habitualmente efetuada de forma escrita; o acordo pode ser parte do contrato.

Quando um desvio ao método ocorre, o desvio deve ser comunicado ao cliente caso uma declaração não tenha sido previamente incluída como uma parte do contrato.

Um desvio relativo a um método normalizado requer a validação do método.

Verificação:

Uma verificação deve ser documentada de tal forma que constitua uma evidência que o laboratório é capaz de alcançar as características de desempenho associadas ao método; isto pode incluir:

- Estimativa da repetibilidade e/ou da reprodutibilidade
- Características dos instrumentos
- Qualificação do operador (treino, experiência, competências, ...)
- Condições ambientais
- Materiais ou reagentes
- Quaisquer outras características que possam influenciar o resultado

Em seguida são apresentados os casos gerais:

- Os métodos em normas nacionais ou internacionais devem ser considerados validados. Contudo, o cumprimento de todas as condições deve ser verificado na candidatura do laboratório. Isto inclui a incerteza declarada. Se a incerteza do resultado não é mencionada ou declarada na norma nacional ou internacional, alguma consideração sobre este assunto deve ser efetuada pelo laboratório que utiliza a norma.
- Métodos raramente utilizados. Quando um método é utilizado apenas ocasionalmente, a manutenção da competência do pessoal ou a adequação do equipamento pode ser questionada. Nesta situação, a sua justificação deve ser efetuada considerando, por exemplo, a experiência e a educação do pessoal em áreas próximas do método em questão ou a simplicidade do método.



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 1

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

Exemplo: No ensaio da resistência e deformação de contentores com 24 pés, efetuado uma vez em cada dois anos, a verificação deve considerar se o pessoal possui um treino extenso em mecânica ou mecânica dos sólidos e se outros ensaios mecânicos de grande escala são efetuados regularmente no laboratório.

Validação:

No planeamento de uma validação, muito trabalho pode ser evitado pela disponibilidade de competência técnica e pela utilização de uma abordagem sistemática. O objetivo é julgar quais os fatores que são de maior importância e quais merecem maior atenção. Três etapas principais podem ser consideradas:

- Distinção entre método de ensaio e de produção e processamento do provete, incluindo amostragem
- Consideração de fatores de ensaio ou medição (equipamento e calibração, manuseamento de provete, procedimento de ensaio ou medição, análise e formatação de resultados)
- Consideração de fatores variáveis suplementares (ambiente, educação e experiência do operador, frequência de utilização do método)

A documentação deve descrever claramente quais os fatores significativos e porquê, e como é que eles são tratados na validação. As condições e limitações devem ser descritos.

Nota: Um aspeto importante reside no facto de um método poder ser válido, mas não necessariamente relevante, por exemplo, quando o resultado é declarado, mas sem indicação do que é realmente necessário. Muitos exemplos podem ainda serem encontrados em normas de ensaio de produtos antigas, mas ainda utilizadas.

Os dois princípios fundamentais para a validação

A validação pode ser obtida utilizando os seguintes princípios, muitas vezes em combinação.

- A utilização de conhecimento científico e de reconhecida experiência para descrever e demonstrar a validade dos fatores envolvidos.

Exemplo: O tempo para obtenção do equilíbrio termodinâmico numa câmara climática pode ser avaliado por uma análise dimensional das leis da transmissão de calor, ou pela experiência de medição em situações similares.

- A utilização, se possível, de ensaios de aptidão, de ensaios de proficiência ou de materiais de referência para mostrar que a cadeia completa de ensaio ou análise fornece o resultado declarado, incluindo a incerteza, e no intervalo de interesse.

Exemplo: Análises químicas através de equipamentos tipo “caixa negra” podem ser validadas por materiais de referência e ensaios de proficiência.

Diferentes tipos de métodos

O procedimento de validação deve ser escolhido de acordo com o tipo atual de método.

As *extensões ao método* ou a *variação de metodologias* são muito importantes em serviços ligados a setores inovadores da indústria. Para uma eficiente acreditação de *âmbito flexível*, a referida validação é importante. É recomendável a utilização do conhecimento científico ou da experiência. A boa competência do pessoal do laboratório é essencial.

Exemplo: As investigações em CEM considerando intervalos crescentes de frequência requerem, quer a fundamentação científica quer a experiência em câmaras anecoicas atuais, de modo a julgar o número necessário de disposições geométricas e de configurações da antena, para alcançar a incerteza resultante.



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 1

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

Os métodos internos (*in-house*) têm de ser validados pelo laboratório, mas tendo em consideração uma perspetiva de custo-benefício e em acordo com os clientes. Muitas vezes o método é uma extensão ou uma simples combinação de métodos conhecidos.

Exemplo: O momento de aperto necessário para abrir uma tampa de uma lata pode ser ensaiado de uma forma simples com uma incerteza de, por exemplo, 3 por cento, podendo ser muito difícil atingir uma incerteza de 1 por cento. Se a variação do momento de aperto entre latas é tipicamente de 10 por cento, sendo a intenção verificar a possibilidade de pessoas idosas abrirem as latas, os 3 por cento são obviamente suficientes.

A validação é um conceito relativo e a sua extensão deve ser sempre escolhida tendo em consideração a utilização pretendida dos resultados. Isto está implícito no parágrafo 7.2.2 supracitado.

Novo método

De acordo com o supracitado, cada novo método tem de ser validado ou verificado previamente à sua concretização. Em ambos os casos, a validação e/ou a verificação têm de ser documentadas e aprovadas.

Incerteza adequada ao fim como parte do procedimento de validação

A avaliação da incerteza pode parecer complicada e nem sempre é possível. Muitas vezes existem formas mais simples para obter avaliações robustas da incerteza. Uma lista continuamente atualizada de documentos úteis está disponível no web-site da EUROLAB (www.eurolab.org) (para referência use o GUM).

Se possível, as definições de incerteza instrumental e de incerteza alvo podem ser incluídas na avaliação (conceitos descritos no VIM).

As seguintes regras práticas podem ser adotadas:

- É possível fazer a distinção entre a dispersão dos objetos ensaiados (a representatividade da amostra), e a dispersão (incerteza) do método de ensaio.
- A escolha do Tipo A e do Tipo B deve ser efetuada de acordo com a qualidade da contribuição.
- Se as estimativas do Tipo B são utilizadas e combinadas, é importante determinar quais as que apresentam a maior contribuição. As restantes (inferiores a 5% em relação à maior) podem, em regra, ser desprezadas.

Por exemplo, na análise química, uma medida local de incerteza, a *repetibilidade*, é utilizada para controlar a estabilidade dos processos de produção etc., a qual pode conter um *enviesamento*, um *erro sistemático* que contribua para a incerteza global. Em outras áreas, como nos produtos utilizados em aplicações críticas de segurança, é necessário utilizar a incerteza global, associando os resultados ao valor verdadeiro.

Um conceito relacionado com isto é a *reprodutibilidade* a qual descreve, em regra, para um número de laboratórios e operadores, a capacidade de produzir resultados similares ao longo do tempo por aplicação do método.

Nota: A norma ISO/IEC 17025 menciona um número de medidas de propriedades de um método de ensaio como a robustez, sensibilidade, limite de deteção etc. onde os termos são sectorialmente específicos e devem ser considerados, caso seja necessário, encontrando-se a sua definição no VIM.

Ver mais:

JCGM 100 (GUM)

JCGM 200 (VIM)



EUROLAB “Cook Book” – Doc No. 1

Traduzido para português pela RELACRE (membro EUROLAB)

SELECTION, VERIFICATION AND VALIDATION OF METHODS

Publicação EUROLAB, aisbl, 2017

Versão Portuguesa

SELEÇÃO, VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO E MÉTODOS

Publicação RELACRE (EUROLAB Portugal), 2018

Mensagem Editorial

A RELACRE, Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal é uma Associação criada em 1991, que tem como missão apoiar e promover a Comunidade Portuguesa de Laboratórios e de Entidades de Avaliação da Conformidade Acreditadas, contribuindo para o seu reconhecimento na sociedade e para o desenvolvimento e credibilização da sua atividade.

A sua ação visa estabelecer relações sólidas e de confiança com os Associados e com outras partes interessadas, desenvolvendo ações que visam consolidar e promover as redes de conhecimento e divulgar o potencial de atuação e as competências dos Laboratórios.

No contexto da missão da RELACRE, de valorizar a sua ligação aos seus Associados, ciente da importância do conhecimento técnico, e da sua disseminação, promoveu a tradução dos Cookbooks da EUROLAB, no âmbito da interpretação associada aos diferentes requisitos da norma ISO/IEC 17025:2017, esperando que estes contribuam para fortalecer e consolidar a capacidade e a competitividade dos Laboratórios Acreditados de Portugal.

Autores:

Álvaro S. Ribeiro, António Vilhena, Ana Maria Duarte, Claudia Silva, João Alves e Sousa, Luis L. Martins, Noélia Duarte, Paulo Frias