

RELACRE-Associação Laboratórios
Acreditados de Portugal
Rua Filipe Folque, 2 - 6.º Dto.
———— 1000 LISBOA ————

FICHA TÉCNICA

TÍTULO:

Guia RELACRE 2

AUDITORIAS INTERNAS DE LABORATÓRIOS

QUÍMICOS

EDIÇÃO: RELACRE

DESIGN GRÁFICO: RELACRE

CAPA: Alda Rosa

IMPRESSÃO: Espaço 2 Gráfico

TIRAGEM: 500 exemplares

DEPÓSITO LEGAL: 96393/95

ISBN: 972-96727-1-7

Guia RELACRE 2

EDIÇÃO: DEZEMBRO 95

AUDITORIAS

INTERNAS

DE

LABORATÓRIOS

QUÍMICOS

Este documento foi elaborado pelo GRUPO DE TRABALHO GT02

“GARANTIA DA QUALIDADE NOS LABORATÓRIOS”

da COMISSÃO TÉCNICA RELACRE CTR01

“DOCUMENTOS GERAIS / ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS E AUDITORIAS INTERNAS”

O conteúdo é da responsabilidade dos que colaboraram na sua elaboração.

É intenção da RELACRE proceder à revisão deste documento sempre que se revele oportuno.

Na elaboração da presente edição colaboraram:

Vitor Ramos (<i>coordenador</i>)	DRIELVT
Amélia Ferraz	RAR
Beatriz Silva	DGA
Diolinda Ferreira	QUALITEST
Emília Borba	APGC
Eva Raposo	INETI
Fernanda Mendes Silva	CNE
Fernanda Santos	CITEVE
Ilda Damas Mora	INSA
Isabel Eusébio	LNEC
Leonor Nortão Brandão	AMBIO
Madalena Albuquerque	IPIMAR
Maria Adelina Gomes	INSA
Maria Casimira Lourenço	QUALABE ALIMENTAR
Maria Clara Cruz	LNV
Maria Clara Santos	LPQ
Maria do Carmo Proença	INSA
Maria do Rosário Nogueira	INSA
Maria Helena Tojal	ICAT
Maria Isabel Navas	CNPPA
Maria Júlia Vaz	APGC
Martinha Rebelo	IPPA
Rosa Pimentel	DRARNLVT
Sónia Pereira	CEVALOR
Teresa Cipriano	PETROGAL

Direitos de Autor protegidos segundo
legislação em vigor.
Proibida cópia total ou parcial sem
autorização escrita da RELACRE.

0. REFERÊNCIAS E SIGLAS	1
1. OBJECTIVOS E CAMPO DE APLICAÇÃO	2
2. DEFINIÇÕES	3
3. IDENTIDADE LEGAL	5
4. IMPARCIALIDADE, INDEPENDÊNCIA E INTEGRIDADE	5
5. COMPETÊNCIA TÉCNICA	6
5.1 Gestão e Organização	6
5.2 Pessoal	8
5.2.1 Formação	8
5.3 Instalações e equipamento	10
5.3.1 Recursos técnicos	10
5.3.2 Instalações e ambiente	11
5.3.3 Equipamento	14
5.4 Procedimentos operativos	28
5.4.1 Métodos e Procedimentos de ensaio	28
5.4.2 Sistema da Qualidade	29
5.4.3 Relatórios de ensaio	30
5.4.4 Registos	31
5.4.5 Manuseamento de amostras ou itens de ensaio	32
5.4.6 Confidencialidade e segurança	34
5.4.7 Subcontratação	34
5.4.8 Reclamações e acções correctivas	35
5.5 Auditorias internas	36
5.5.1 Equipa auditora	36
6. COOPERAÇÃO	37
6.1 Cooperação com os clientes	37
6.2 Cooperação com os Organismos de Acreditação	37
6.3 Cooperação com outros laboratórios e organismos de normalização e regulamentação	37
7. OBRIGAÇÕES RESULTANTES DA ACREDITAÇÃO	37

0. REFERÊNCIAS E SIGLAS

0.1 REFERÊNCIAS

NP EN 45001 (1990), Critérios Gerais para o funcionamento de laboratórios de ensaio
NP EN 45002 (1990), Critérios gerais para a avaliação de laboratórios de ensaio
Directiva CNQ 1/91, Certificados de Calibração
Directiva CNQ 19/90, Recomendações para a determinação da periodicidade de calibração dos instrumentos de medição utilizados nos laboratórios de ensaios
Directiva CNQ 24/93, Auditorias internas e revisões do sistema da qualidade de laboratórios
Directiva CNQ 19/92, Prazos para a determinação dos intervalos de calibração externa de IM
Recomendação CNQ 4/93, Exemplos de períodos iniciais de calibração.
Vocabulário Internacional de Metrologia
Vocabulário da Qualidade - Termos e definições
Lei 7/95 e Dec. Lei 26/94 - condições de medicina, higiene e segurança no trabalho
ISO 3696 (1987), Water for analytical laboratory use - specifications and test methods
EAL-G4 (1993), Accreditation for chemical laboratories: Guidance on the interpretation of the EN 45000 series of standards and ISO/IEC Guide 25 (antigo EURACHEM Guidance Document No. 1 / WELAC Guidance Document No. WGD 2)

0.2 SIGLAS

MQ Manual da Qualidade
SQ Sistema da qualidade
EA Equipa auditora
IM Instrumento de medição
CRM Material de referência certificado
p.p.m. partes por milhão

1. OBJECTIVOS E CAMPO DE APLICAÇÃO

Este documento elaborado pela CT RELACRE - Garantia da Qualidade nos Laboratórios, GT2 - Acreditação e Auditorias de Laboratórios, tem como objectivo apoiar os auditores internos de laboratórios químicos e servir como guia para a preparação das auditorias internas ao Sistema da Qualidade implementado e, ao mesmo tempo, de elemento moderador e orientador dos auditores para os aspectos técnicos realmente relevantes nos laboratórios químicos.

A estrutura deste guia está de acordo com a Norma 45001, uma vez que estas auditorias se destinam à própria avaliação dos laboratórios químicos acreditados no Sistema Português da Qualidade.

Não sendo de modo nenhum um documento vinculativo mas estando em sintonia com as Normas e requisitos da acreditação e o saber da arte, objectivamente o seu seguimento leva a supôr uma maior facilidade de satisfação dos requisitos das auditorias externas no âmbito da Acreditação.

2. DEFINIÇÕES

Este Guia segue as definições da NP EN 45001, do Vocabulário Internacional de Metrologia e Vocabulário de Termos da Qualidade. A seguir destacam-se as mais importantes para o seguimento deste documento.

Calibração

Conjunto de operações que estabelecem, em condições especificadas, a relação entre valores indicados por um IM, ou os valores representados por um material de referência, e os correspondentes valores convencionalmente verdadeiros das grandezas medidas.

No âmbito dos laboratórios químicos usa-se o termo **Calibração Analítica** com o significado de operação, ou ensaio, destinada a determinar a curva de erros de um aparelho, numa determinada gama de utilização, contra os valores fornecidos por um meio de referência.

Calibração Instrumental

Vulgarmente utilizado pelos instrumentistas tem o significado de calibração e ajuste das grandezas físicas internas correspondentes ao princípio de medição utilizado pelo aparelho ou pelos seus componentes individualizados, normalmente diferentes da grandeza da escala de indicação do aparelho.

Estabilidade

Aptidão de um IM para conservar no tempo as suas características metrológicas.

Padrão

Instrumento de medição, material de referência ou sistema de medição destinado a definir, realizar, conservar ou reproduzir uma unidade, ou um ou mais valores convencionalmente verdadeiros de uma grandeza.

Os laboratórios poderão usar os seguintes tipos de padrões:

Padrão de Referência

Padrão em geral da mais elevada qualidade metrológica disponível num dado local ou organização, do qual derivam as medidas efectuadas nesse local.

Padrão de Trabalho

Padrão que, habitualmente calibrado por comparação com um padrão de referência, é utilizado correntemente para calibrar ou verificar os instrumentos de medição.

Na área química definem-se como matérias primas de grau de pureza inferior aos padrões de referência aos quais se rastreiam, e utilizam-se em determinações correntes.

Padrão Primário

Padrão que apresenta as mais elevadas qualidades metrológicas num dado domínio.

Padrão Secundário

Padrão cujo valor é fixado por comparação com um padrão primário.

Rastreabilidade

Propriedade do resultado de uma medição que consiste em poder relacionar-se a padrões adequados, geralmente internacionais ou nacionais, por intermédio de uma cadeia ininterrupta de comparações.

Solução

Mistura uniforme e dispersa ao nível molecular ou iónico, de um ou mais solutos num ou mais solventes, cuja concentração poderá ser verificada dependendo do rigor da utilização.

Verificação

Confirmação e evidenciação de forma objectiva que foram satisfeitos determinados requisitos especificados.

Entidade Legal

Organização ou Companhia, Firma, Empresa ou Instituição, pública ou privada com funções e administração próprias.

3. ENTIDADE LEGAL

Na auditoria deve verificar-se se o nome ou sigla do Laboratório e os símbolos da Acreditação usados no MQ e documentos emitidos para o exterior estão em conformidade com os respectivos diplomas oficiais.

4. IMPARCIALIDADE, INDEPENDÊNCIA E INTEGRIDADE

O pessoal do Laboratório deve exercer a sua actividade livre de influências comerciais ou financeiras, ou outras que possam influenciar o seu julgamento técnico ou os resultados dos ensaios. A sua remuneração, eventuais prémios, participações ou quaisquer outras de carácter permanente ou eventual, não devem estar dependentes do número de ensaios realizados ou dos seus resultados.

Devem ser avaliadas quais as medidas concretas implementadas para garantir a imparcialidade de julgamento, a independência técnica do Laboratório de outros sectores da empresa empenhados na concepção, produção, execução e venda, e a separação clara das responsabilidades.

A integridade avalia-se pela isenção do Laboratório relativa a quaisquer interesses concorrentes com os serviços prestados e pela transparência e confidencialidade do acesso dos clientes aos resultados dos ensaios.

5. COMPETÊNCIA TÉCNICA

5.1 GESTÃO E ORGANIZAÇÃO

O documento que reflecte a organização do Laboratório é o MQ, onde consta o organigrama funcional e nominal, o qual deve reflectir de forma actualizada o sistema da qualidade implementado, o enquadramento dos laboratórios e unidades orgânicas com as quais se relaciona, respectivos responsáveis, níveis de autoridade e responsabilidades.

O Laboratório deve dispôr de um responsável técnico.

A competência técnica tem que ser avaliada caso a caso e reportar a legislação específica aplicável. A auditoria baseia-se nessa legislação e nas competências discriminadas no MQ.

Todas as competências e funções do Laboratório no âmbito da acreditação devem estar discriminadas no MQ, ao qual todo o pessoal do Laboratório tem acesso, de tal modo que cada operador esteja consciente das suas próprias competências técnicas, âmbito de actuação e responsabilidades.

O acesso a determinados materiais ou locais e documentos relevantes deve estar definido e divulgado pelo pessoal conveniente.

O desempenho do pessoal deve estar documentado pelos registos das avaliações anuais realizadas de acordo com deontologia interna especificada.

QUADRO 1

Exemplo do modo de esquematizar as competências para cada categoria e acção ou função

CATEGORIA	ACÇÃO / FUNÇÃO	FORMAÇÃO/ COMPETÊNCIAS ESPECÍFICAS	DOC. DE REF^a: LEGISLAÇÃO, NORMAS, MANUAIS, BPL, ETC.

5.2 PESSOAL

O Laboratório deve dispôr de pessoal suficiente, com formação e experiência profissional adequada às respectivas funções; deve estar disponível uma lista com os nomes das pessoas e respectivas designações profissionais e organigrama funcional.

É recomendável que cada pessoa disponha também da sua própria descrição de funções as quais devem estar em conformidade com os documentos acima referidos e visadas pelo superior hierárquico.

Persistindo atrasos de execução de trabalhos por períodos superiores aos prazos normais praticados pelo Laboratório deve averiguar-se se tal situação resulta de falta de pessoal.

5.2.1 FORMAÇÃO

O Laboratório deve dispôr de um documento actualizado com a formação e curriculum do pessoal técnico.

O Laboratório é ainda responsável pela identificação periódica das necessidades de formação e pela elaboração de um Plano de Formação actualizado genérico, que contemple um ou mais dos seguintes itens:

- acções de formação e/ou aperfeiçoamento;
- cursos;
- seminários;
- congressos;
- visitas de estudo;
- estágios;
- participação em Comissões Técnicas.

As acções programadas identificam:

- conteúdo;
- potenciais participantes;
- datas previstas.

A auditoria deste requisito faz-se aos registos das acções de formação concretizadas e respectivos certificados, os quais devem conter pelo menos o seguinte:

- entidade responsável pela acção;
- nome e conteúdo programático da acção;
- data e duração da acção;
- nome do formando.

E ainda, quando exista, a Nota de avaliação.

Todo o pessoal deve dispôr de um certificado ou documento equivalente, passado por entidade idónea reconhecida, comprovativo da competência técnica nas áreas da sua actividade.

5.3 INSTALAÇÕES E EQUIPAMENTO

5.3.1 RECURSOS TÉCNICOS

O Laboratório deve dispor permanentemente de todo o Equipamento de Inspeção, Medição e Ensaio, necessário para a realização integral dos ensaios que se propõe realizar. O equipamento deve estar definido no método ou no procedimento de ensaio. Para o efeito o Laboratório deve dispôr de uma listagem completa de todo o equipamento relevante para a realização dos ensaios que declara executar. Para a auditoria deve estar disponível para consulta informação sobre a gama de trabalho, ou limites de detecção, a precisão e a reprodutibilidade exigida, para cada equipamento. Sempre que adequado deve constatar-se a existência dos respectivos manuais ou procedimentos operativos, junto de cada equipamento.

A disponibilidade dos recursos técnicos avalia-se também pela capacidade de praticar os prazos acordados.

A auditoria interna pode confrontar os prazos de entrega com os especificados e ainda, quando possível, comparar os prazos especificados por outros laboratórios para acções semelhantes.

O Registo de Reclamações é também neste caso, uma pasta de consulta recomendada.

5.3.2 INSTALAÇÕES E AMBIENTE

As instalações devem satisfazer os seguintes requisitos genéricos:

- paredes lisas, facilmente laváveis e sem fissuras ou reentrâncias;
- pavimento liso, homogêneo, facilmente lavável e resistente aos ácidos;
- iluminação e ventilação adequadas;
- espaços separados para os ensaios e trabalhos de escrita, e devidamente adequados a cada função;
- espaços para armazenagem e segregação dos produtos incompatíveis e perigosos;
- espaços identificados para armazenagem de amostras, material de vidro, reagentes, padrões;
- instalação elétrica: deve verificar-se que os equipamentos que exigem tomada com terra estão inseridos em sectores com ligação à terra e com potência disponível para o consumo nominal dos equipamentos;
- segurança: é recomendável que estejam disponíveis as normas de segurança relativas às instalações elétricas, perigo de incêndio, rampa de gases, etc.

A arrumação e acessibilidade dos equipamentos e reagentes deve permitir fácil identificação por famílias de produtos, evitando-se eventuais contaminações e misturas. O Laboratório deve dispôr de local seguro adequado para a guarda e conservação dos produtos tóxicos e perigosos.

As **Hottes** devem ter:

- dimensões adequadas;
- boa tiragem;
- exaustor a funcionar;
- plano de manutenção periódica;
- espaço e iluminação adequados.

A Rampa de Gases:

Deve ser avaliado se cumpre com os seguintes requisitos:

- instalação no exterior do laboratório, e/ou
- em área isolada, identificada e arejada;
- as garrafas apresentam prazos de validade ou data de enchimento.

5.3.2.1 Acessos

Os acessos devem ser amplos e livres de obstruções. Quando as condições ambientais forem rigorosas devem ser previstas antecâmaras. As portas devem ser de abertura para o exterior, de preferência com óculo de visão e herméticas.

O MQ deve prever as condições de acesso e circulação de pessoas estranhas ao normal funcionamento do Laboratório, sendo comum prever a forma de identificação dessas pessoas e/ou o acompanhamento por pessoal do Laboratório.

Deve prever-se, sempre que possível um fácil acesso para a manutenção dos aparelhos.

5.3.2.2 Ambiente

Em termos gerais são os seguintes os aspectos que devem ser previamente identificados no Manual de Procedimentos e objecto de indispensável avaliação durante a auditoria:

PARÂMETROS DE INFLUÊNCIA:

- temperatura;
- humidade;
- poeiras;
- vapores;
- ruídos;
- vibrações;
- interferências electromagnéticas;
- estabilidade da corrente eléctrica.

O espaço de trabalho nas bancadas deve permitir a realização dos ensaios sem sobreposição de trabalhos e eventuais misturas e derrames involuntários.

Deve prever-se uma luminosidade adequada.

Deve ainda ser dada especial atenção às condições de higiene e segurança e controlo das condições ambientais, em conformidade com as especificações dos respectivos fabricantes dos produtos.

QUADRO 2

Situações mais comuns em Laboratórios químicos que exigem condições ambientais controladas

ÁREA / ENSAIO	PARÂMETROS AMBIENTAIS CRÍTICOS	NORMA PROCEDIMENTO DE ENSAIO
<ul style="list-style-type: none"> • Áreas de armazenagem de materiais de referência 	<ul style="list-style-type: none"> • Temperatura e Humidade Relativa 	<ul style="list-style-type: none"> •
<ul style="list-style-type: none"> • Determinação de humidade 	<ul style="list-style-type: none"> • Temperatura e Humidade Relativa 	<ul style="list-style-type: none"> •
<ul style="list-style-type: none"> • Cromatografia e Espectrofotometria 	<ul style="list-style-type: none"> • Estabilização da corrente eléctrica 	<ul style="list-style-type: none"> •

5.3.3 EQUIPAMENTO

O Laboratório deve ter o equipamento e instrumentos de medição e ensaio, de agora em diante designados simplesmente por equipamento, necessários para a execução dos ensaios que se propõe realizar. Todo o equipamento sob a sua responsabilidade deve estar listado e identificado.

Se tiver necessidade de realizar ensaios no exterior deve assegurar-se que o equipamento utilizado satisfaz todas as exigências inerentes a essa condição.

O equipamento deve conservar-se em perfeitas condições de limpeza e utilização.

O equipamento que tenha sido sujeito a sobrecarga ou utilização indevida, que dê resultados suspeitos ou que tenha mostrado deficiências na calibração ou ensaio, deve ser posto fora de serviço. Sempre que possível deve ser retirado do local de utilização ou, pelo menos, deve ficar bem identificado com **fora de serviço**, até ser reparado, verificado e considerado apto para ser utilizado.

O Laboratório deve analisar os efeitos da deficiência nos ensaios anteriormente efectuados.

5.3.3.1 Aquisição

A aquisição/substituição de equipamento deve estar fundamentada em especificações previamente estabelecidas, fundamentadas e aprovadas, tendo em consideração os seguintes critérios exemplificativos:

- assistência técnica e garantia de manutenção;
- características técnicas e fiabilidade;
- custo;
- facilidade de utilização;
- necessidades da função;
- probabilidade de novo modelo;
- volume de trabalho.

5.3.3.2 Recepção

O Laboratório deve dispôr de critérios escritos para recepcionar o equipamento calibrado no exterior e respectivos certificados, e despoletar as eventuais acções correctivas que se justifiquem.

Os aspectos a considerar são genericamente os seguintes:

- análise dos certificados de calibração ;
- adequabilidade e incerteza das calibrações efectuadas,
- interpretação dos resultados das calibrações tendo em vista a utilização do equipamento;
- certificados de calibração passados por entidade acreditada por Organismo de Certificação reconhecido.

A recepção do equipamento deve ser feita, quer no momento da aquisição, quer em caso de reparação ou calibração segundo critérios previamente definidos.

Todo o equipamento de medida ou de ensaio que tenha influência no resultado deve ser recepcionado calibrado ou verificado.

A recepção avalia-se pelo preenchimento da FICHA DO EQUIPAMENTO onde devem constar pelo menos os seguintes elementos:

FICHA DO EQUIPAMENTO

- número de inventário;
- nome do equipamento, características;
- marca do fabricante, tipo, número de série;
- data de recepção e data de entrada em serviço;
- custo;
- fornecedor e assistência técnica;
- localização habitual;
- quando apropriado: estado na altura da recepção (novo, usado ou reparado);
- prazo inicial de calibração.

Conjuntamente com a Ficha do Equipamento deve existir, quando apropriado:

MANUAL DE ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS;
MANUAL DE INSTRUÇÕES;
REGISTO DE MANUTENÇÕES;
PROCEDIMENTOS OPERATIVOS;
PROCEDIMENTOS DE CALIBRAÇÃO OU VERIFICAÇÃO INTERNAS;
DATAS DAS REPARAÇÕES;
PRAZO DE GARANTIA;
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO;
ENTIDADE DE CALIBRAÇÃO;
PLANO DE MANUTENÇÃO;
CONSUMÍVEIS ESPECÍFICOS;
REGISTOS DE AVARIAS / REPARAÇÕES;
PLANO DE CALIBRAÇÃO.

5.3.3.3 Manuseamento, Manutenção e Conservação

O equipamento deve estar identificado com etiqueta ou outro meio que contemple o seguinte:

Número de inventário;
Estado de calibração;
Data da calibração e data da próxima.

Para efeitos de rastreabilidade é recomendável que a etiqueta contemple também o número do certificado de calibração e entidade.

Junto do equipamento devem estar todos os manuais necessários para a sua utilização, segurança, limpeza, condições e limitações de utilização. Devem ainda estar acessíveis os registos de calibração e curvas de calibração e correcção, quando existam.

Deve estar estabelecido um programa de manutenção.

A empresa que efectua a manutenção deve emitir um relatório, o qual deve ser arquivado na pasta da documentação do respectivo equipamento.

Qualquer equipamento que dê resultados suspeitos deve ser posto fora de serviço e claramente identificado de modo a evitar a sua utilização indevida. Na altura deve ser redigido um relatório da anomalia.

Os últimos ensaios realizados com esse equipamento devem ser confirmados.

Deve também existir um cadastro das reparações, por ordem cronológica, para que se possa fazer rapidamente o levantamento do historial do equipamento. Deve ser registada a data de reentrada ao serviço após reparação.

O equipamento após reparação só pode ser utilizado depois de calibrado.

5.3.3.4 Calibração

O equipamento de medição e ensaio e os padrões de trabalho utilizados no Laboratório devem ser calibrados, antes da sua entrada em serviço e sempre que necessário de modo a assegurar que as medições efectuadas no Laboratório sejam rastreáveis a padrões nacionais ou internacionais e estejam dentro de incertezas adequadas.

Os padrões de referência devem ser utilizados exclusivamente para calibração, não devendo ser usados para outros fins.

O Laboratório deve dispôr de um plano de calibração, (ver Quadros 3 a 5), que abranja todo o equipamento susceptível de influenciar os resultados dos ensaios ou para cujas indicações são dados limites no método de ensaio, (por ex: temperatura de um banho).

As calibrações no exterior devem ser efectuadas por organismos acreditados que também evidenciem a rastreabilidade dos seus meios de referência a padrões de hierarquia superior, nacionais ou internacionais.

Actualmente, particularmente no caso de alguns padrões químicos, quando não seja possível assegurar a sua rastreabilidade a padrões nacionais ou internacionais, o Laboratório deve reunir dados que lhe permitam evidenciar a exactidão dos resultados, como por exemplo, através da participação em programas de ensaios interlaboratoriais.

▼ TIPO DE EQUIPAMENTO

Tendo em vista proporcionar aos auditores uma pequena orientação para as auditorias internas, seguem-se alguns exemplos de equipamentos cuja relevância para os resultados dos ensaios é relativamente diferente, o que justifica um diferente nível de exigências nas calibrações ou verificações a efectuar. Nesta perspectiva o equipamento de um laboratório químico pode agrupar-se em várias categorias:

1. **Equipamento geral**, não utilizado nos processos de medida ou com uma influência mínima nas medições (por ex: placas de aquecimento, agitadores, material de vidro não volumétrico e sistemas de aquecimento e ventilação);

2. **Equipamento volumétrico** (balões, picnómetros, buretas, pipetas, etc.).

O material de vidro volumétrico deve ter uma qualidade e tolerância adequadas aos ensaios em que vai ser utilizado. A calibração deste material é exigível, por exemplo para a preparação de padrões, soluções volumétricas tituladas, ou outras similares em que a tolerância dos ensaios o justifiquem. A calibração do material de vidro é particularmente crítica para os resultados analíticos.

Para ensaios em que os resultados não estão dependentes de uma forma significativa da exactidão do material de vidro volumétrico, uma vez que as medições efectuadas têm apenas um carácter indicativo, não é necessária a sua calibração, devendo este material ser apenas controlado através de programa estabelecido caso a caso pelo Laboratório.

Deve ainda ter-se em consideração que os resultados dos ensaios com material de vidro especial estão também dependentes de factores relacionados com os métodos de limpeza (como por ex: picnómetros e tubos em U de viscosímetros, devido à tensão superficial) e de outros factores tais como contaminações do equipamento antes da sua utilização.

Por estas razões a limpeza, armazenamento e segregação do material de vidro volumétrico é muito importante e revela-se crítica especialmente em análise de vestígios.

3. **Equipamentos de precisão**, tais como balanças analíticas, cromatógrafos, espectrofotómetros, estufas, equipamento electroquímico, fotómetros, instrumentos de referência para medir a temperatura, potenciómetros e outros muito sensíveis necessitam de ter controlados todos os factores desde a sua instalação e respectivas condições ambientais, limpeza, manutenção, calibração e uma utilização fundamentada nos manuais dos respectivos fabricantes.

Quando necessário e apropriado devem ser feitas verificações periódicas (por ex: verificar a resposta, estabilidade e linearidade das fontes, sensores e detectores; verificar a eficiência da separação dos sistemas cromatográficos; verificar a resolução, alinhamentos e comprimentos de onda de espectrofotómetros, etc), e cumprir sempre os planos de manutenção e calibração periódicas.

4. **Equipamentos físicos** e outros menos exigentes em termos de instalação e manuseamento, como por exemplo os cronómetros ou relógios, higrómetros, pesos correntes, manómetros, pesos padrão, viscosímetros, etc, ainda relevantes para os resultados, ou utilizados para controlo interno é em geral suficiente manter o plano de calibrações periódicas e as reparações que se justifiquem pontualmente.
5. **Computadores** e processadores de dados.
Justifica-se nestes casos a existência de programas para validação de resultados os quais estão pouco divulgados e disponíveis para a maioria dos laboratórios.

IV INTERVALOS DE CALIBRAÇÃO

Deve estar disponível bibliografia de suporte para definir prazos internos iniciais para os equipamentos sujeitos a calibração. A auditoria deste requisito baseia-se no plano de calibração e nos critérios internos que são estabelecidos para fundamentar os prazos subsequentes definidos pelos laboratórios caso a caso.

V CALIBRAÇÕES INTERNAS

CALIBRAÇÕES ANALÍTICAS OU INSTRUMENTAIS

Quando necessário, o equipamento deve ainda ser submetido a verificações de rotina ou calibrações internas com uma frequência predefinida caso a caso, de acordo com procedimentos de calibração escritos, específicos para cada tipo de equipamento e fundamentados nos manuais dos respectivos fabricantes. Estes procedimentos devem descrever claramente as operações a realizar e respectivas condições de ensaio de acordo com as recomendações do fabricante e outras definidas pelo próprio laboratório em função do tipo e severidade das condições de utilização.

Quando justificado podem ainda adicionalmente ser estudadas as tendências detectadas durante a utilização ou constantes de anteriores relatórios de calibrações.

Os procedimentos devem referir também os padrões, tabelas ou rectas de calibração a utilizar, rastreabilidade e respectivas incertezas.

Devem também estar definidos os critérios de aceitação, incerteza máxima admissível ou outras especificações.

Os resultados das calibrações devem ficar documentados, rubricados pelo operador, datados e aprovados pela hierarquia competente.

Os instrumentos devem ser identificados com o correspondente estado de calibração.

QUADRO 3

Guia para Calibração de Parâmetros de Medição

EQUIPAMENTO	PLANO DE MANUTENÇÃO	PARÂMETROS TÍPICOS PROCEDIMENTO INTERNO	PERÍODO DE CALIBRAÇÃO (ANOS)	
			INICIAL	ACTUAL
• Balanças	Sim	Zero, linearidade, exactidão	1	
• Barómetros	Não	Exactidão num ponto	5	
• Colunas manométricas	Não	Exactidão dos pontos importantes da escala	5	
• Estufas	Sim	Distribuição de temperatura	1	
Higrómetros • Referência • Trabalho	Não	Exactidão em pelo menos dois pontos	• 5 • 1	
Manómetros	Não	Exactidão dos pontos importantes da escala	1	
Material de vidro volumétrico • balões • buretas automáticas • pipetas • buretas automáticas electrónicas	Não Sim	Exactidão dos pontos importantes da escala.	1	
• Muffas	Não	Temperatura de trabalho.	2	
• Picnómetros	Não	Volume	1	
• Pirómetros	Não	Temperatura	2	
• Relógios	Não	Exactidão num dado intervalo de tempo	2	
Termómetros • Referência • Trabalho	Não	Exactidão dos pontos importantes da escala	• 5 • 1	

Devem tomar-se em consideração as instruções do Manual do Equipamento.

QUADRO 4
Guia para Calibração Instrumental

EQUIPAMENTO	PLANO DE MANUTENÇÃO	PARÂMETROS TÍPICOS PROCEDIMENTO INTERNO	PERÍODO DE CALIBRAÇÃO (ANOS)	
			INICIAL	ACTUAL
Cromatógrafos	Sim	Temperatura do forno e caudal ♦	1	
Espectrofotômetros de absorção atômica Espectrofotômetros de absorção molecular	Sim	Escala de comprimento de onda e/ou escala de número de onda Escala fotométrica (absorvância) ♦	1	
Fotômetros de chama	Sim	Escala fotométrica ♦		
Potenciômetros	Sim	Escala de milivolt ou de temperatura.	1	
Sensores de temperatura	Não	Características da Sonda (tensão, corrente ou temperatura)	1	

♦ Segundo as instruções do Manual do Equipamento ou do Procedimento interno.

QUADRO 5
Guia para Calibração Analítica de Equipamento

EQUIPAMENTO	PLANO DE MANUTENÇÃO♦	PROCEDIMENTO INTERNO	PERÍODO DE CALIBRAÇÃO (ANOS)	
			INICIAL	ACTUAL
Cromatógrafos	Sim	Injecção de solução de volume e concentração conhecidos ♦	1	
Espectrofotômetros de absorção atômica e fotômetros de chama. Espectrofotômetros de absorção molecular	Sim	♦	1	
Potenciômetros	Sim	Regulação da indicação com soluções de pH ou ião selectivo conhecidos	1	
Viscosímetros de Brokfield, de Hopler ou de vidro	Não	Regulação com soluções de viscosidade conhecida	2	

♦ Segundo as instruções do Manual do Equipamento ou do Procedimento interno.

PARÂMETROS A CALIBRAR OU VERIFICAR

Como já referido as calibrações quer internas quer externas devem seguir procedimentos escritos aprovados de forma a controlar todos os parâmetros importantes para o funcionamento de cada equipamento.

Numa perspectiva de auxiliar da auditoria e tendo em consideração a especificidade de alguns equipamentos do âmbito dos laboratórios químicos enumeram-se a seguir, a título de exemplo, os parâmetros típicos mínimos, relevantes para o funcionamento dos respectivos equipamentos, que devem ser objecto de controlo sistemático no âmbito de uma calibração interna.

CROMATÓGRAFOS

todos os componentes do sistema, através de injeção repetida de amostras, para analisar a repetibilidade do aparelho;

desempenho das colunas: capacidade, resolução, poder de retenção;

desempenho do detector: sinal de saída, resposta, ruído de fundo, (flutuação, selectividade, linearidade);

auto-injector: exactidão e precisão do tempo de injeção.

e ainda para o caso da **CROMATOGRAFIA LÍQUIDA E IÓNICA**

verificação do sistema de mistura da fase móvel;

verificação do funcionamento das bombas.

Por vezes as verificações do sistema fazem-se no decorrer da execução dos métodos de ensaio (por ex: baseados nos valores esperados do detector ou sensor com padrão na resolução de padrões em sistemas cromatográficos, nas características e comparação dos espectros dos padrões, etc).

Sempre que possível estas verificações devem ser efectuadas antes da execução das técnicas analíticas com amostras.

Frequentemente, em análise química, não é possível calibrar individualmente os parâmetros do método. Nestes casos, faz-se a calibração de todo o método usando um Material de Referência Certificado (CRM). O desvio entre o valor obtido e o seu valor constante no certificado deve ser usado para determinar o erro dos valores obtidos com as amostras.

ELÉCTRODOS OU SISTEMAS DE MEDIDA, INCLUINDO CONDUCTIVIDADE, pH E IÃO SELECTIVO

- flutuação ou redução da resposta do eléctrodo;
- ponto fixo e "slope checks" usando padrão.

APARELHOS DE AQUECIMENTO E ARREFECIMENTO, INCLUINDO ESTERELIZADORES

Aparelhos para determinação de pontos de fusão e de ebulição, banhos de óleo, fornos, esterilizadores por calor húmido e banhos de água:

- calibração periódica do sistema regular da temperatura (sensores) usando termómetro padrão apropriado;
- estabilidade térmica, repetibilidade;
- ciclos de aquecimento/ arrefecimento e sua relação;
- capacidade para atingir e manter a pressão ou o vácuo.

MICROSCÓPIOS

- poder de resolução;
- calibração do reticulado da câmara (para medições).

ESPECTROFOTÓMETROS E ESPECTRÓMETROS

Absorção atômica, fluorimetria, emissão de plasma, infra-vermelho, luminiscência, massa, ressonância magnética nuclear, ultravioleta/visível e fluorescência de raios X, quando aplicável ao instrumento em causa:

exactidão da escala fotométrica, precisão e estabilidade;

estabilidade da fonte;

desempenho do detector (resolução, selectividade, estabilidade, linearidade, exactidão, precisão);

relação sinal / ruído;

calibração do detector (massa, p.p.m., comprimento de onda, frequência, absorvância, transmitância, largura da banda, intensidade, etc.);

controlo interno da temperatura e respectivos indicadores, quando apropriado;

auto injectores

exactidão e repetibilidade do temporizador;

exactidão e repetibilidade do injector.

RASTREABILIDADE

Os padrões de referência devem ser sempre acompanhados de certificado sendo desejável que apresentem a incerteza associada e prazo de validade. São usados para a calibração dos padrões de trabalho ou para calibrações dos equipamentos, conforme as exigências dos métodos

Os padrões preparados no Laboratório em conformidade com Normas ou documentos similares devem estar acompanhados pelos registos referentes à sua preparação e comparação com os padrões de referência.

Os padrões devem evidenciar o prazo de validade e condições ambientais de utilização ou armazenagem.

As soluções ou reagentes preparados internamente de acordo com procedimentos escritos, também devem estar identificados e indicar a data da sua preparação, prazo de validade e outras informações eventualmente importantes.

Nas soluções ou reagentes preparados externamente deverá ser indicada a data de abertura dos frascos.

Deverá existir um ficheiro actualizado dos padrões e reagentes existentes no Laboratório.

Os ficheiros de Padrões e Reagentes devem conter essencialmente:

- nome ou marca do fabricante;
- fornecedor;
- pureza;
- data de fabrico, lote e prazo de validade;
- referência de catálogo;
- quantidade;
- condições de conservação e manuseamento.

▼ LAVAGENS DO MATERIAL

A lavagem e secagem do material deve ser efectuada de acordo com procedimentos escritos que devem conter pelo menos o seguinte para cada caso:

- temperatura das lavagens;
- preparação dos detergentes;
- critérios para o material volumétrico;
- critérios para eliminação dos desperdícios e tratamento dos efluentes;
- critérios de higiene e segurança para o pessoal.

A temperatura de lavagem e secagem do material, nomeadamente do material de vidro não deve exceder os valores indicados pelos respectivos fabricantes ou os especificados na respectiva Norma de fabrico identificada no próprio equipamento. Para material de vidro boro silicato são comuns temperaturas de lavagem superiores a 50 °C, que não prejudicam as características dos respectivos artigos.

5.4 PROCEDIMENTOS OPERATIVOS

5.4.1 MÉTODOS E PROCEDIMENTOS DE ENSAIO

Entende-se por Métodos reconhecidos as técnicas de ensaio descritas em livros ou publicações técnicas da especialidade, Recomendações, Directivas ou Normas, manuais de equipamentos ou outros documentos equivalentes emitidos por organismos idóneos reconhecidos.

Deverá constatar-se se os procedimentos de ensaios estão referidos a normas nacionais ou internacionais ou, na sua falta, se reportam a métodos validados. Os Métodos devem ser formalmente aceites pelo cliente ou estarem identificados nos resultados enviados para o cliente.

O Laboratório deve dispôr ainda de uma lista completa de todos os métodos praticados e respectivos documentos de referência, aos quais devem ter acesso todo o pessoal que os utilize.

Os ensaios devem ser supervisionados em conformidade com as atribuições e responsabilidades definidas no MQ, no que diz respeito a:

- recolha ou recepção de amostras ou itens para ensaio;
- execução dos ensaios especificados;
- revisão dos cálculos e análise crítica dos resultados;
- transposição do caderno de analista para o documento final;
- assinaturas;
- validação dos resultados;
- controlo da qualidade interna;
- condições de medicina, higiene e segurança no trabalho.

Devem também estar explícitos os eventuais ensaios ou trabalhos sub-contratados e respectivas qualificações exigidas.

Nos métodos e procedimentos de ensaio salienta-se a importância da existência de **Critérios Químicos e/ou Microbiológicos para a utilização da água**. Neste âmbito o Laboratório deve dispôr de um sistema de controle da qualidade da água, nomeadamente fundamentado em critérios químicos e/ou microbiológicos de forma a comprovar a sua adequabilidade aos ensaios explícitos.

A auditoria interna deve verificar se os resultados da análise da qualidade da água estão em conformidade com os requisitos especificados nos métodos.

5.4.2 SISTEMA DA QUALIDADE

O Sistema da Qualidade é o modelo que configura a estrutura organizacional do Laboratório no que respeita ao trabalho que executa. O Sistema da Qualidade compreende as pessoas a organização e os documentos:

- Manual da Qualidade;
- Procedimentos do SQ e os Procedimentos ou Normas de ensaio;
- os Certificados de calibração dos equipamento e dos padrões;
- lista dos ensaios acreditados no Laboratório e respectivas Normas ou procedimentos internos;
- Registos e Relatórios de ensaios;
- lista do pessoal e respectivas habilitações técnicas;
- lista dos equipamento e respectivos planos de calibração;
- lista de reclamações e acções correctivas;
- plano de formação;
- descrição de funções, substituição e delegação de autoridade.

O **Manual da Qualidade** é o documento que faz a síntese da estrutura organizacional e documental do Laboratório e que serve de guia de orientação para todo o pessoal.

O responsável pelo Sistema de Garantia da Qualidade deve assegurar a realização das revisões do SQ e diligenciar no sentido que as alterações ou acções correctivas, quer as introduzidas no sistema, quer as de carácter operativo, sejam do conhecimento de todo o pessoal envolvido e que efectivamente sejam postas em prática.

O registo das acções correctivas bem como das acções subsequentes devem ser mantidos actualizados e disponíveis para consulta.

Todas as cópias controladas do MQ devem estar permanentemente actualizadas.

O MQ deve estar disponível para o pessoal do Laboratório e deve conter:

- uma declaração relativa à Política da Qualidade do Laboratório;
- a estrutura orgânica do Laboratório e a sua inserção na empresa;
- referência a todos os Procedimentos do Sistema da Qualidade e aos Procedimentos Técnicos.

5.4.3 RELATÓRIOS DE ENSAIOS

Em acréscimo ao apresentado neste item da NP EN 45001 deve considerar-se o seguinte para os Laboratórios químicos:

Os documentos emitidos devem estar identificados com o logotipo do Laboratório. A marca da acreditação tal como publicada no despacho de Acreditação só deve ser usada nos métodos do âmbito da Acreditação.

Requisitos do relatório:

- número da página e total de páginas;
- identificação do Cliente;
- identificação da amostra;
- responsável pela colheita da amostra e data;
- método da colheita da amostra;
- ensaios realizados e identificação do método;
- condições de ensaio (quando aplicável), data e resultados;
- data da emissão do relatório;
- identificação das assinaturas (nome e cargo).

5.4.4 REGISTOS

Cadernos de analista ou os cadernos de registos dos resultados de análises devem estar escritos a tinta, de preferência a azul, numerados e identificados por ano.

Todas as folhas devem conter:

- rúbrica do analista ;
- data do início e da conclusão da análise;
- tipo de análise;
- identificação da amostra;
- os resultados;
- as emendas não devem esconder a informação anterior e devem ser rubricadas por quem as fez.

O Laboratório deve dispôr de um sistema de registos de entrada de itens para ensaio e de relatórios emitidos, por ordem numérica, com data, referindo inequivocamente os itens ensaiados, resultados, e o nome do cliente.

No caso de registo de amostras deve seguir-se o item respectivo deste Guia.

Cada Laboratório deve explicitar no MQ qual o período de tempo em que se compromete a preservar os registos de todos os trabalhos efectuados, o qual deve reportar à legislação aplicável. Na ausência de um período especificado o Laboratório deve referir para cada tipo de documento um prazo baseado na validade dos ensaios ou outro adequado.

5.4.5 MANUSEAMENTO DE AMOSTRAS OU ITENS DE ENSAIO

A recolha, manuseamento e conservação de amostras são aspectos fundamentais para os resultados dos ensaios. Deste modo, o Laboratório deve dispôr de procedimentos escritos que descrevam todos os passos e responsabilidades do processo, desde a recolha, registo, manuseamento e conservação. É recomendável ter em consideração, quando aplicável aspectos que se prendem com a representatividade e a homogeneização da amostra.

Se a responsabilidade da recolha não cabe ao Laboratório e as condições de colheita da amostra são relevantes para o ensaio, é exigível que a entidade que a executou registre as condições em que a mesma foi efectuada e prazo de validade.

Esta informação deve constar no registo de entrada da amostra no Laboratório, bem como o estado de conservação da amostra o qual deve ser tomado em consideração antes do início dos ensaios

No acto do registo de entrada as amostras devem ser identificadas com um código. Deve dar-se especial atenção à identificação das amostras e estado de conformidade e prazos de validade.

A conservação e utilização de produtos tóxicos ou perigosos deve obedecer a cuidados definidos e divulgados pelos normais e potenciais operadores. Para esse efeito deve existir uma lista dos produtos perigosos manuseados no Laboratório e respectivas condições de segurança a observar no seu manuseamento e conservação.

*** RECEPÇÃO DE MATERIAIS**

A auditoria deste requisito faz-se sobretudo avaliando os registos da recepção dos produtos e verificando se cumprem com as especificações de compra.

Os Padrões, reagentes de preparação externa e equipamentos devem preferencialmente ser acompanhados por Certificado de conformidade ou de calibração de acordo com as especificações de cada caso e o constante no respectivo capítulo deste Guia.

*** AVALIAÇÃO DE FORNECEDORES**

O Laboratório deve dispôr de uma lista dos seus subfornecedores e critérios definidos para a sua avaliação, que contemplem pelo menos o seguinte:

- definição dos produtos fornecidos e especificações próprias;
- requisitos respeitantes à embalagem e transporte dos produtos;
- programa de auditorias aos subfornecedores.

5.4.6 CONFIDENCIALIDADE E SEGURANÇA

5.4.6.1 Confidencialidade

A confidencialidade dos resultados dos ensaios é avaliada pela sua codificação e pelo seu arquivo em local reservado.

5.4.6.2 Segurança

Devem existir normas de segurança para a preparação de reagentes e conservação e manuseamento de produtos químicos tóxicos ou perigosos.

Deve avaliar-se a existência e acessibilidade a dispositivos de prevenção e segurança tais como:

- chuveiros, mantas, extintores apropriados;
- máscaras, luvas, óculos de protecção, lava olhos, etc.

O acesso a locais onde se pratiquem ensaios de carácter especial deve estar assinalado e as condições de acesso e segurança bem visíveis. Deve verificar-se o funcionamento dos sistemas de remoção de fumos, vapores ou emanações perigosas.

Deve ainda verificar-se os sistemas de filtragem de gases sempre que isso apresente relevância para os resultados dos ensaios

5.4.7 SUBCONTRATAÇÃO

O subcontratado deve ter implementado um Sistema da Qualidade cujos requisitos não podem ser inferiores aos requisitos de Garantia da Qualidade da Norma NP EN 45001.

Deve ainda dispôr de capacidade técnica comprovada para realizar os ensaios de acordo com os métodos ou critérios subcontratados. A avaliação deste requisito faz-se pela disponibilidade e verificação dos registos das auditorias de avaliação realizadas pelo laboratório ao subcontratado.

O Laboratório deve demonstrar que a subcontratação é do conhecimento do Cliente.

5.4.8 RECLAMAÇÕES E ACÇÕES CORRECTIVAS

O Laboratório deve dispôr de um procedimento para tratamento das reclamações e respectivas acções correctivas.

Na auditoria interna é consultado o registo de reclamações e não conformidades e os respectivos seguimentos.

5.5 AUDITÓRIAS INTERNAS

5.5.1 EQUIPA AUDITORA

- a escolha da EA deve satisfazer o requisito de isenção em relação ao sector auditado;
 - a EA deve ser composta por um auditor da Qualidade e por um ou mais auditores técnicos;
 - a EA deve integrar pelo menos um auditor interno ao Laboratório;
 - a EA pode integrar um auditor credenciado, externo ao Laboratório;
- todos os membros da EA devem ter conhecimentos de auditorias da qualidade
o coordenador da auditoria deve ter, de preferência, formação em Auditorias da Qualidade, ministrada por entidade reconhecida.

A revisão do SQ do Laboratório tem por base de entre outras fontes a informação recolhida durante as auditorias internas em que é efectuada uma análise sistemática e aprofundada da envolvente da acção a auditar, dos métodos e equipamentos utilizados bem como dos registos efectuados e resultados obtidos. De entre estes assume particular relevância a análise das reclamações ou sugestões externas ou internas, formais ou informais e respectivas acções correctivas desencadeadas.

A revisão do SQ avalia-se sobretudo pela evolução e actualização dos Procedimentos escritos e pelos registos das reuniões realizadas entre todos os intervenientes na implementação das acções correctivas.

A realização das auditorias internas deve seguir uma lista de verificação previamente definida.

6. COOPERAÇÃO

6.1 COOPERAÇÃO COM OS CLIENTES

Devem estar definidos quais os critérios que o Laboratório estipulou para cooperação com os clientes e fornecedores de bens e serviços, com as entidades de acreditação e laboratórios congéneres, no domínio de ensaios intercomparativos e respectivas análises estatísticas de resultados.

6.2 COOPERAÇÃO COM OS ORGANISMOS DE ACREDITAÇÃO

A auditoria interna deste requisito deve verificar os registos de alterações na Organização do Sistema da Qualidade e nos Métodos de Ensaio do âmbito da Acreditação e sua comunicação ao Organismo de Acreditação.

Deve verificar-se ainda se foram efectuadas e existem registos da participação do Laboratório em programas de ensaios de aptidão ou interlaboratoriais e se os respectivos resultados estão em condições de avaliação por terceiras entidades.

6.3 COOPERAÇÃO COM OUTROS LABORATÓRIOS E ORGANISMOS DE NORMALIZAÇÃO E REGULAMENTAÇÃO

Este item é evidenciado na auditoria interna pelos registos da participação do pessoal do Laboratório em comissões técnicas de normalização e seminários, ou outros eventos sobre a sua especialidade.

7. OBRIGAÇÕES RESULTANTES DA ACREDITAÇÃO

Em acréscimo ao respectivo ponto da NP EN 45001, deve verificar-se na auditoria interna que o símbolo do Laboratório Acreditado apenas é utilizado nos documentos do âmbito da Acreditação.

Últimos guias publicados

- 1** CALIBRAÇÃO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO
1995; ISBN 972 - 96727 - 0 - 9
- 2** AUDITORIAS INTERNAS DE LABORATÓRIOS QUÍMICOS
1995; ISBN 972 - 96727 - 1 - 7



Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal

Rua Filipe Folque, 2, 6º Dto
1050-113 LISBOA
Telef. 21 313 98 40
Fax 21 313 98 41
relacre@mail.telepac.pt
www.relacre.pt