

NOTATÉCNICA Nº03/2012**Recomendação para o Controlo de Qualidade Interno Mínimo a utilizar em rotina pelos Laboratórios de Ensaio para Análise Química de Águas****1. Introdução**

A presente recomendação surge da necessidade de haver orientações sobre o Controlo de Qualidade Interno mínimo que deve ser aplicado nos Laboratórios de Ensaio.

2. Campo de Aplicação

Aplica-se aos diferentes métodos, clássicos e instrumentais de Análise Química, quando se trata de matrizes conhecidas e estáveis, com histórico relevante. (Ver quadro em anexo).

No caso de um método de ensaio normalizado, o laboratório deve seguir a norma na íntegra e com o controlo de qualidade referido.

3 – Controlo de Qualidade Interno

As ações de âmbito interno que permitem controlar continuamente a precisão e cuja realização depende da vontade do laboratório, designa-se por Controlo de Qualidade Interno e aplica-se essencialmente a:

- 3.1 Curvas de Calibração
- 3.2 Análise de brancos em paralelo com as amostras
- 3.3 Padrões de Controlo
- 3.4 Uso de análises em duplicado (ou outro número de réplicas)
- 3.5 Amostras fortificadas
- 3.6 Materiais de Referência Internos, MRI's.

3.1 – Curvas de Calibração

Assume-se que previamente (na fase de validação ou implementação do método) foi estudado o sistema analítico, nomeadamente quanto à linearidade, ou outra, nas gamas de interesse e aplicabilidade às amostras em causa ou esperadas.

Assume-se ainda que cada utilização de equipamento de análise instrumental foi antecedida de um protocolo de verificação do bom funcionamento do equipamento, podendo contemplar, por exemplo, a estabilidade, alinhamento ótico, linearidade, sensibilidade e estabilidade da linha de base.

3.1.1 – Curvas de Calibração diárias

Para o caso dos métodos que pela natureza da técnica, necessitam de uma calibração diária, ou em cada sessão de trabalho, como por exemplo a Absorção Atómica, recomenda-se que a calibração, seja feita usando pelo menos 3 padrões (e o branco se relevante).

Os critérios de aceitação das curvas de calibração, devem ser o coeficiente de correlação e o declive, e outro, como por exemplo a sensibilidade e a massa característica.

Para além dos critérios de aceitação da curva de calibração, é necessário a validação da curva com um padrão de controlo independente.

Chama-se a atenção de que pode haver situações de perda de sensibilidade ao longo da sequência de trabalho e que devem ser avaliadas.

Nestes casos colocam-se, entre séries de amostras, (por exemplo 20 amostras), padrões de controlo que permitam avaliar a estabilidade do equipamento.

Recomenda-se que estes padrões de controlo sejam aceites segundo cartas de controlo ou critérios de aceitação (por exemplo: 2 S).

3.1.2 – Curvas de Calibração Periódicas

As curvas de calibração para os métodos instrumentais de análise só poderão passar a periódicas depois de haver um estudo de pelo menos 5 curvas de calibração consecutivas com declives estáveis ao longo do tempo. Recomenda-se que o desvio padrão da variabilidade do declive deverá ser cerca de 5 %.

Recomenda-se que os critérios de aceitação das curvas de calibração, nomeadamente branco, coeficiente de correlação e declive sejam definidos com base no histórico que deu origem à sua periodicidade.

Nota: Pode-se ainda utilizar como critério de aceitação da curva de calibração o valor do Limite de Quantificação (LQ), obtido pelo valor do desvio padrão residual da reta, que deverá ser inferior ao 1º padrão instrumental da curva.

As curvas de calibração periódicas devem ser validadas em cada sessão de trabalho, com duas soluções padrão, sendo pelo menos uma delas independentes, nos dois pontos extremos da reta, ou outros que enquadrem as amostras.

É recomendável que a concentração do primeiro padrão de validação seja igual à concentração do LQ.

As curvas de calibração devem ser preparadas pelo menos uma vez por ano, com todo o controlo de qualidade associado.

3.2 Análise de Brancos

Recomenda-se que por cada sessão de trabalho, seja realizado pelo menos um ensaio em branco do método, quando aplicável, para controlo de contaminações.

3.3 Análise de Padrões de Controlo

Quando são utilizadas curvas periódicas, é necessário utilizar pelo menos um padrão de controlo independente, tal como descrito no ponto 3.1.2. No caso de amostras sistematicamente inferiores ao LQ poder-se-á realizar a análise com um padrão de controlo equivalente à concentração do mesmo.

Para verificar a estabilidade de alguns métodos instrumentais (por exemplo espectrometrias de absorção atómica, cromatografias, etc.) recomenda-se a utilização de padrões de controlo entre séries de amostras, como por exemplo 20 amostras, e no final da sessão de trabalho.

3.4 Análises em Duplicado

Nos métodos em que as amostras são quantificáveis e desconhecidas, deverão ser realizados duplicados, com uma frequência de 5 %.

Para laboratórios que trabalham com amostras conhecidas e quantificáveis, a frequência mínima será inferior a 5 %.

3.5 – Amostras Fortificadas.

Para o caso em que o histórico das recuperações de amostras conhecidas, não evidenciem tendências, com valor médio não significativamente diferente de 1, sugere-se que as recuperações sejam feitas mensalmente, ou por lote de 20 amostras.

Para o caso de amostras significativamente inferiores ao LQ, a frequência das recuperações pode ser pelo menos uma vez por ano.

Para métodos instrumentais com processos que possam introduzir perdas ou contaminações (e. g. cromatografia com extração) a realização de ensaios de recuperação na matriz a analisar, deve ser a adequada.

3.6 – Materiais de Referência, MRI's

No caso de amostras estáveis os MRI podem substituir com vantagem os padrões de controlo.

4 – Controlo de Qualidade Interno para amostras inferiores ao LQ

Considerando que o Laboratório tem um histórico suficiente para considerar o controlo de qualidade interno estável, para amostras conhecidas, com resultados inferiores ao LQ, só é necessário comparar a resposta da amostra com a da concentração igual ao LQ.

Sempre que apareça uma amostra de concentração quantificável será necessário realizar todo o controlo de qualidade interno do método.

O controlo de qualidade interno deverá ser avaliado pelo menos uma vez por ano, mesmo nos casos em que as concentrações das amostras sejam sistematicamente inferiores ao LQ.

5 – Controlo de Qualidade Interno a efetuar sobre métodos Volumétricos e Gravimétricos.

5.1 – Métodos Volumétricos

Para os métodos volumétricos deve-se considerar a determinação do título das soluções titulantes utilizadas em cada método analítico, de acordo com a estabilidade dessa solução.

A determinação do título rigoroso de qualquer solução titulante deve ser feita com um padrão primário, no mínimo em duplicado e sempre que se prepara uma nova solução.

Deverão estar definidos os critérios de aceitação.

O ensaio em branco deverá ser realizado por sessão de trabalho, nomeadamente quando o valor do branco é próximo do Limite de Detecção do Método (LD).

O padrão de controlo deverá ser usado com a periodicidade adequada ao método de ensaio, por exemplo um por sessão de trabalho. O LQ deverá ser validado em termos de precisão intermédia.

Devem-se analisar duplicados preferencialmente sobre amostras desconhecidas. Para o caso de amostras conhecidas, sugere-se uma periodicidade mensal, ou por lote de 20 amostras.

A fortificação aplica-se essencialmente sobre amostras desconhecidas. Nas amostras conhecidas devem ser analisadas quando aplicável.

5.2 Métodos Gravimétricos

O ensaio em branco deverá ser realizado por sessão, quando aplicável.

O padrão de controlo deverá ser usado com a periodicidade adequada ao método de ensaio, por exemplo um por sessão de trabalho. O LQ deverá ser validado em termos de precisão intermédia.

Devem-se analisar duplicados preferencialmente sobre amostras desconhecidas. Para o caso de amostras conhecidas, sugere-se uma periodicidade mensal, ou por lote de 20 amostras.

Decreto-lei nº 306/2007, de 27 de Agosto.