

**ANNA LUÍSA RIBEIRO MIGUEL**

**ESTUDO DE CASO PARA A CRIAÇÃO DE UMA BASE PARA IMPLEMENTAÇÃO  
DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE SEGUNDO A NORMA ABNT NBR  
ISO/IEC 17025:2017 EM LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Renata Pereira Lopes Moreira

Coorientador: André Fernando de Oliveira

**VIÇOSA – MINAS GERAIS**

**2019**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade  
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

M636e  
2019 Miguel, Anna Luísa Ribeiro, 1994-  
Estudo de caso para a criação de uma base para  
implementação de Sistema de Gestão da Qualidade segundo a  
norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 em laboratório de  
química analítica / Anna Luísa Ribeiro Miguel. – Viçosa, MG,  
2019.

132 f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Inclui apêndices.

Orientador: Renata Pereira Lopes Moreira.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.

Referências bibliográficas: f.101-103.

1. Laboratório de química - Controle de qualidade.
2. Controle de qualidade - Normas. I. Universidade Federal de Viçosa. Departamento de Química. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. II. Título.

CDD 22 ed. 542.1

**ANNA LUÍSA RIBEIRO MIGUEL**

**ESTUDO DE CASO PARA A CRIAÇÃO DE UMA BASE PARA IMPLEMENTAÇÃO  
DE SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE SEGUNDO A NORMA ABNT NBR  
ISO/IEC 17025:2017 EM LABORATÓRIO DE QUÍMICA ANALÍTICA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 12 de dezembro de 2019

Assentimento:



---

Anna Luísa Ribeiro Miguel  
Autora



---

Renata Pereira Lopes Moreira  
Orientadora

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao LACQSA, diretamente à Eugênia Azevedo Vargas e ao Fernando Diniz Madureira, pela enriquecedora experiência de estágio neste laboratório. Não há dúvidas sobre quão esclarecedor foi esse período e como contribuiu para que este trabalho fosse construído.

Agradeço à ETA-UFV, diretamente ao João Francisco de Paula Pimenta e Janderson Badim Bepler. Primeiro, pela oportunidade oferecida de estágio de conclusão de curso, no qual pude ter contato com o tema deste trabalho que tanto me identifiquei. Segundo, agradeço a parceria durante o projeto que contribuiu para tornar este trabalho mais completo.

À Gabi, que contribuiu direta e enormemente para que este trabalho completasse todas as etapas propostas. Sem dúvidas, não teria sido possível sem a sua dedicação, seu interesse e sua contribuição. Obrigada pela parceria! Ao Gabriel, por ter abraçado uma ideia e a tornado concreta. Ao Caique, pela dedicação e empenho no projeto do espaço físico da Unidade Analítica.

Aos membros da banca, por terem se disponibilizado a contribuir com o trabalho, por meio do conhecimento e vasta experiência com o assunto.

À Renata, orientadora deste trabalho, pela parceria, confiança, e, especialmente, empenho para que o trabalho se desenvolvesse da melhor maneira possível.

Ao André Fernando, coorientador deste trabalho, por ter criado a oportunidade de desenvolvimento do trabalho e por contribuir diretamente com a construção do mesmo com pontos de vista enriquecedores.

Aos amigos do LANAQUA, por tanto conhecimento compartilhado nos momentos de café.

Aos técnicos do laboratório de Engenharia Química, Aloírta e Abelardo, por estarem sempre dispostos a nos ajudarem e não medirem esforços para tal.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, pelo suporte e estrutura oferecidos. Aos colaboradores do DEQ por estarem sempre presente e disponíveis a ajudar no que estivesse ao alcance.

À agência de fomento CAPES por permitir que o trabalho pudesse ser executado. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

## RESUMO

MIGUEL, Anna Luísa Ribeiro, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, dezembro de 2019. **Estudo de caso para a criação de uma base para implementação de Sistema de Gestão da Qualidade segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 em laboratório de Química Analítica.** Orientadora: Renata Pereira Lopes Moreira. Coorientador: André Fernando de Oliveira.

Laboratórios são organizações responsáveis pela produção de dados que são utilizados para embasar tomadas de decisão importantes e que impactam direta e indiretamente a sociedade. Sendo assim, é fundamental que laboratórios produzam resultados que sejam confiáveis. Neste cenário, apresenta-se o conceito Qualidade e a necessidade de gerir as atividades desenvolvidas pelo laboratório a fim de assegurar a qualidade dos serviços prestados. Como ferramenta de Gestão da Qualidade, os laboratórios utilizam Sistemas de Gestão da Qualidade (SGQ) e o sistema proposto pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 é largamente adotado, sendo esta norma reconhecida internacionalmente. Diante disso, o estudo de caso proposto por este trabalho teve como objetivo a criação da base para a implementação de um SGQ, segundo a norma citada, em um laboratório de Química Analítica. O laboratório objeto de estudo do trabalho está em fase de estruturação para a prestação de serviço em análises físico-químicas e classifica-se como laboratório de ensaio. Para tanto, foram elaborados o fluxo de processos para item de ensaio, a definição e mapeamento de todos os processos necessários para cumprimento das exigências da referência normativa, a elaboração de documentos que descrevem os processos mapeados e demais documentos que compõem a documentação do SGQ. Procedimentos elaborados para processos tidos como essenciais para a produção de resultados confiáveis foram testados a fim de avaliar a funcionalidade do que foi proposto. Os resultados obtidos neste estudo de caso apresentaram-se positivos, uma vez que foi possível a definição do fluxo de processos e o mapeamento dos processos, propondo uma rotina a ser implementada baseada nas exigências da referência normativa e pautada em processos que visam a garantia da qualidade dos serviços prestados.

**Palavras-chave:** Garantia da validade do resultado. Validação de método. Incerteza de medição.

## ABSTRACT

MIGUEL, Anna Luísa Ribeiro, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, December, 2019. **Case study for the creation of a Quality Management System implementation base according to ISO/IEC 17025:2017 in an Analytical Chemistry laboratory.** Adviser: Renata Pereira Lopes Moreira. Co-adviser: André Fernando de Oliveira.

Laboratories are organizations responsible for data production, which are used to support decision-making also impacting society directly and indirectly. Thus, it is fundamental that laboratories create trustworthy results. In this perspective, the concept of Quality and the need to manage the activities developed by the laboratory are introduced to ensure the quality of the laboratories' services. As a tool of Quality Management, the laboratories use Quality Management Systems (QMS), and the system proposed by ISO/IEC 17025/2017 is broadly accepted, even worldwide. The case study presented by this work aimed at the creation of a QMS implementation base, according to the latter norm, in an Analytical Chemistry laboratory. Such laboratory, this work's object of study, is being structured to offer its services on physical-chemistry and is classified as a testing laboratory. For such, the following were prepared: the processes flux, the definition and mapping of all necessary processes to comply with the requirements of the norm of reference, the creation of documents that describe the mapped processes and other documents that comprise the QMS documentation. Procedures created for processes deemed essential to generate trustworthy results were tested, to assess the functionality of what was proposed. The results gathered in this case study were positive, considering that the definition of a process flux and the mapping of processes allowed the proposal of a routine to be implemented based on the requirements of the norm of reference and based on the processes which aim to ensure the quality of the services.

**Keywords:** Quality assurance. Reliable results. Method validation. Measurement uncertainty.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 .....	22
Figura 2 - Ferramenta AQAC.....	27
Figura 3 - Processos A e B seguidos por um item de ensaio recebido .....	62
Figura 4 - Processos A e B e relação com o espaço físico da Unidade Analítica .....	62
Figura 5 - Laboratório que ilustra o espaço físico da Unidade Analítica .....	63
Figura 6 - Organograma da Unidade Analítica .....	65
Figura 7 - Estrutura da documentação do Sistema de Gestão da Qualidade .....	67
Figura 8 - Interface do sistema de armazenamento na nuvem com as principais pastas do SGQ .....	71
Figura 9 - Abertura da pasta "Documentos em elaboração" .....	72
Figura 10 - Abertura da pasta "Documentos do SGQ" .....	73
Figura 11 - Curva analítica em solvente obtida pelo método de determinação de ferro total em água.....	75
Figura 12 - Resíduos da curva analítica obtida pelo método de determinação de ferro total em água.....	76
Figura 13 - Curva analítica em solvente e em matriz branca fortificada obtida pelo método de determinação de ferro total em água.....	78
Figura 14 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem da balança analítica no peso 0,0100g .....	87
Figura 15 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem da micropipeta 100-1000 µL no volume central (500 µL).....	89
Figura 16 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do medidor de pH no valor de pH 7,00 .....	90
Figura 17 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do espectrofotômetro no comprimento de onda 375 nm .....	91
Figura 18 - Ordem de elaboração dos documentos .....	97

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Gurus da Qualidade e respectivas contribuições .....	12
Tabela 2 – Histórico da ISO/IEC 17025 .....	20
Tabela 3 - Guias de validação de método .....	29
Tabela 4 - Reagentes utilizados na execução do procedimento analítico e nos estudos de validação de método .....	39
Tabela 5 - Volumes de solução estoque de cloreto de ferro (III) 100 mg/L para preparo dos níveis de concentração da curva analítica em balões volumétricos de 10,00 mL .....	43
Tabela 6 - Testes estatísticos utilizados para estudo de efeito matriz .....	49
Tabela 7 - Critérios para avaliar a recuperação .....	51
Tabela 8 - Critérios para avaliar repetibilidade e precisão intermediária .....	52
Tabela 9 - Reagentes utilizados para checagem de equipamentos .....	55
Tabela 10 - Equações dos limites de controle das cartas controle X-barra e R .....	55
Tabela 11 – Dados da checagem do espectrofotômetro .....	57
Tabela 12 - Correlação entre documentos do SGQ e ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 .....	69
Tabela 13 - Teste estatístico de Shapiro-Wilk aplicado para testar a hipótese de distribuição normal dos resíduos da curva analítica em solvente em estudo .....	76
Tabela 14 - Testes estatísticos aplicados para coeficientes angulares das curvas analíticas em solvente (1) e em matriz branca fortificada (2) .....	78
Tabela 15 - Resultados dos estudos de veracidade, repetibilidade e precisão intermediária em curva analítica em solvente .....	80
Tabela 16 - Parâmetros das cartas controle da balança analítica .....	87
Tabela 17 - Parâmetros das cartas controle das micropipetas calculados a partir do volume ..	88
Tabela 18 - Parâmetros das cartas controle do medidor de pH .....	90
Tabela 19 - Parâmetros das cartas controle do espectrofotômetro .....	91



## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
1.1	DEFINIÇÃO DE QUALIDADE.....	11
1.2	QUALIDADE EM LABORATÓRIOS.....	13
1.3	ISO/IEC 17025.....	15
1.3.1	Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.....	21
1.3.2	Rastreabilidade metrológica: produção de resultados confiáveis.....	25
1.3.3	Laboratórios de ensaio e calibração.....	32
1.4	OBJETIVOS.....	34
1.4.1	Objetivos gerais.....	34
1.4.2	Objetivos específicos.....	34
2	MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
2.1	METODOLOGIA TEÓRICA.....	35
2.2	METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	37
2.2.1	Procedimento analítico.....	37
2.2.2	Validação de método.....	44
2.2.3	Incerteza de medição.....	52
2.2.4	Garantia da validade do resultado.....	53
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	59
3.1	SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE DA UNIDADE ANALÍTICA.....	59
3.1.1	Infraestrutura da Unidade Analítica e fluxo de processos.....	59
3.1.2	Organograma da Unidade Analítica.....	65
3.1.3	Documentação do Sistema de Gestão da Qualidade da Unidade Analítica.....	67
3.2	ITEM DE ENSAIO RECEBIDO E PROCESSOS ESSENCIAIS PARA A PRODUÇÃO DE RESULTADOS CONFIÁVEIS.....	74
3.2.1	Validação de método.....	74

3.2.2	Recebimento de item de ensaio: resultado e incerteza de medição .....	80
3.2.3	Garantia da validade dos resultados .....	86
3.3	DISCUSSÃO .....	92
3.3.1	Infraestrutura e requisitos de estrutura .....	93
3.3.2	Elaboração dos documentos .....	94
3.3.3	Processos essenciais para produção de dados confiáveis .....	97
4	CONCLUSÃO.....	99
5	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....	100
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	101
APÊNDICE A – SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE E ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 .....		104
A.1	– Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 com indicação dos requisitos.....	104
A.2	– Lista mestra dos documentos do SGQ.....	105
APÊNDICE B – <i>LAYOUTS</i> DO LABORATÓRIO .....		112
B.1	– Layout da estrutura atual do laboratório sede da Unidade Analítica.....	112
B.2	– Layout proposto para o laboratório sede da Unidade Analítica.....	114
APÊNDICE C – EXEMPLOS DE DOCUMENTOS .....		116
C.1	– Exemplo de procedimento técnico.....	116
C.2	– Exemplo de formulário técnico.....	121
APÊNDICE D – PLANILHAS DE CÁLCULO .....		122
D.1	– Tela do formulário técnico <i>FRT-003-01 – Validação de método</i> indicando os cálculos para repetibilidade, recuperação e precisão intermediária.....	122
D.2	– Tela do formulário técnico <i>FRT-002-01 – Determinação de ferro total em água</i> indicando os cálculos da incerteza de medição .....	126
APÊNDICE E – CARTAS CONTROLE.....		128
E.1	– Cartas controle da balança analítica.....	128
E.2	– Cartas controle das micropipetas .....	130

E.3 – Cartas controle do medidor de pH .....	132
--	-----

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 DEFINIÇÃO DE QUALIDADE

Na vida moderna, busca-se sempre por produtos que cumpram com seu objetivo e por serviços que atendam às expectativas. Assim, a presença da Qualidade é notável e a sua ausência é prontamente percebida. A Qualidade é algo que impacta o sucesso das organizações e a vida de todas as pessoas de maneira positiva. Entretanto, mesmo sendo facilmente identificada, as percepções sobre a qualidade não são sustentadas por uma definição clara do que é Qualidade (GOMES, 2004) .

Segundo o Dicionário Brasileiro da Língua Portuguesa, no portal Michaelis, a palavra Qualidade é um substantivo feminino utilizado para dizer sobre o que individualiza algo ou alguém; um traço positivo em algo ou alguém; conjunto de características que fazem parte da personalidade de um indivíduo. Diz, ainda, sobre tipo ou variedade particular de algo, além de ser utilizado para dizer do grau de perfeição, de precisão ou de conformidade a certo padrão.

O conceito de Qualidade, em contexto mais próximo à última definição apresentada acima, vem sendo construído ao longo do tempo por profissionais da área. Na Tabela 1, adaptada de Carvalho *et al.* (2012), é apresentada de forma objetiva a contribuição de alguns dos principais profissionais de destaque da Qualidade, denominados gurus da Qualidade, para a construção do termo e para o desenvolvimento de ferramentas e técnicas.

Em conclusão a todos os conceitos apresentados pelos profissionais descritos na Tabela 1, Gomes (2004) apresenta o trabalho de David Garvin, de 1987, o qual analisou as contribuições à definição e criou diferentes perspectivas do termo Qualidade, sendo elas performance, funcionalidades do produto, confiabilidade, conformidade, durabilidade, serviço, aparência, imagem.

Outros autores também citam o trabalho de Garvin para definir o que é Qualidade. Segundo Berhe e Gidey (2016), a qualidade de um produto é a capacidade do mesmo em atender às expectativas dos consumidores e do mercado. Carvalho *et al.* (2012) apresentam que, após extensa coleta de informação no mundo corporativo e na literatura, Garvin definiu cinco abordagens para Qualidade: transcendental, baseada no usuário, baseada no produto, baseada na produção e baseada no valor.

Tabela 1 - Gurus da Qualidade e respectivas contribuições

Guru da Qualidade	Contribuição	Definição de Qualidade
Walter A. Shewart	Considerado o pai do controle estatístico da Qualidade, desenvolveu gráficos de controle, através dos quais os resultados das inspeções puderam ser analisados, a fim de prever o comportamento do processo, assumindo uma ação proativa diante dos problemas e não mais reativa. Propôs o ciclo PDCA* para solução e análise de problemas.	“A Qualidade é subjetiva e objetiva.”
W. Edwards Deming	Trabalhou no Japão na reconstrução do país no período pós Segunda Guerra Mundial. A partir de sua experiência, definiu 14 pontos (14 pontos de Deming) que são tidos como diretrizes da Gestão da Qualidade por muitas empresas.	“Qualidade é a satisfação das necessidades dos clientes em primeiro lugar.”
Joseph M. Juran	Contribuiu para alçar a qualidade do âmbito operacional para o estratégico. Foi o primeiro a apresentar uma abordagem dos custos da qualidade, baseada nos conceitos de falhas, prevenção e avaliação. Propôs a trilogia da qualidade: planejamento, controle e melhoria.	“Qualidade é uma barreira de proteção à vida.” “Qualidade é adequação ao uso.”
Armand Feigenbaum	Foi o primeiro a tratar a Qualidade de forma sistêmica. Formulou o sistema de Controle Total da Qualidade. Este sistema é baseado na documentação dos processos, fazendo-se uso de procedimentos que são como guias para que se alcance a satisfação do cliente com os custos adequados de qualidade.	“Qualidade é a composição total das características de marketing, projeto, produção e manutenção dos bens e serviços, através dos quais os produtos atenderão às expectativas dos clientes.”
Philip B. Crosby	Criou o programa Zero Defeito: este programa utilizava as noções de custo da qualidade propostas por Juran, mas tinha forte apelo motivacional e gerencial: <i>fazer certo na primeira</i> . Assim como Deming, definiu 14 pontos prioritários para Qualidade.	“Qualidade é conformidade às especificações.”
Kaoru Ishikawa	Contribuiu na formulação do Controle da Qualidade por toda a empresa. Difusão de ferramentas e técnicas de análise e solução de problemas e gerenciamento da rotina, como: análise de Pareto; diagrama de causa-efeito; histograma; folhas de controle; diagramas de escada; gráficos de controle e fluxos de controle.	“Qualidade é satisfazer radicalmente ao cliente, para ser agressivamente competitivo.”
Genichi Taguchi	Foco em atividades de projeto e não de produção: criar produto de qualidade robusta. Propôs técnicas de projeto de experimento e o conceito função perda da qualidade. Este último diz que a redução das perdas de qualidade não está diretamente relacionada com a conformidade às especificações, mas com a redução da variabilidade em torno do valor-alvo (valor nominal).	“Qualidade é a diminuição das perdas geradas por um produto, desde a produção até seu uso pelos clientes.”

Fonte: adaptado de Carvalho *et al.* (2012).

\* O ciclo PDCA é utilizado para análise e solução de problema ao propor as etapas: planejar (P), fazer (D), checar (C) e agir (A).

A Qualidade transcendental seria aquela absoluta e universalmente reconhecida; não pode ser definida, mas nota-se facilmente a sua existência. A Qualidade baseada no usuário trata o conceito como variável subjetiva e relaciona a melhor qualidade de produtos com o melhor atendimento aos desejos do cliente (CARVALHO *et al.*, 2012).

A Qualidade baseada no produto é aquela que diz sobre a correspondência do produto às suas características essenciais, sendo esta uma variável mensurável. O conceito baseado na produção, variável também mensurável, aborda a correspondência do planejado com o executado, fazendo intenso uso de ferramentas estatísticas no controle de processos. Por último, a definição com base no valor combina conceitos de excelência e valor, contrapondo qualidade e preço e buscando o equilíbrio entre produtos de qualidade a preços acessíveis (CARVALHO *et al.*, 2012).

Por fim, estas definições apresentadas por Garvin foram acrescidas de perspectivas aplicadas à prestação de serviço. O serviço prestado não é de natureza física e, de certa perspectiva, intangível, de forma que a avaliação da Qualidade exige a participação do cliente. Neste contexto, a Qualidade tem duas vertentes a serem avaliadas: a qualidade técnica, que diz sobre os resultados entregues ao cliente, e a qualidade funcional, que diz sobre a qualidade dos processos aos quais os clientes se submeteram para alcançar este resultado (GOMES, 2004).

Este estudo dos conceitos da Qualidade e de sua evolução contribuem para a construção mais precisa do que é a Gestão da Qualidade, estabelecendo-a como uma área do conhecimento com linha de pesquisa própria. A Gestão da Qualidade é tida como um sistema de administração, que busca a melhoria de produtos e processos, através do autoconhecimento da própria organização, com o objetivo final de satisfazer ao cliente e de atender às suas expectativas (OLIVARES, 2009).

## **1.2 QUALIDADE EM LABORATÓRIOS**

Assim como as demais organizações, um laboratório também deve se preocupar em satisfazer o cliente e as suas expectativas, por meio da entrega de resultados confiáveis e do bom atendimento. Ademais, deve trabalhar para a garantia da qualidade de seus serviços prestados (OLIVARES, 2009).

Esta preocupação é evidenciada por Staats (1993) que afirma que, na química analítica, apenas a capacidade de analisar a informação não é suficiente para que se tenha a

qualidade reconhecida. Neste caso, a garantia da qualidade é inevitável em um mercado complexo de alto nível. Ele ainda ressalta a importância de um sistema de qualidade que garanta a gestão da informação, a qual contribui para a confiabilidade e a rastreabilidade dos dados.

Nesta mesma linha, Christelsohn e Meyer (1997) apontam a importância dos laboratórios se preocuparem com o cliente e ressaltam os Sistemas de Garantia da Qualidade como ferramentas importantes para este objetivo. Os autores analisaram as vantagens e desvantagens das normas vigentes naquele ano e destacaram aquela que trazia um sólido Sistema de Gestão da Qualidade com mais ênfase no cliente, a ISO 9001. Também ressaltaram a importância da norma que comprova a competência técnica do laboratório, a EN 45001. Portanto, nota-se a necessidade de laboratórios garantirem a qualidade de seus serviços prestados frente aos clientes, tanto quanto à confiabilidade de seus resultados, quanto ao atendimento dado ao cliente e, para isso, o aparecimento do conceito de Sistema de Gestão da Qualidade tornou-se bastante atraente.

Segundo Olivares (2009), Sistemas de Gestão da Qualidade (SGQ) são definidos como sistemas adotados para que produtos sejam produzidos com as mesmas características e serviços sejam prestados dentro de um mesmo padrão de atendimento e técnica, a fim de assegurar o atendimento às expectativas e às necessidades do cliente.

Para laboratórios, os principais Sistemas de Gestão da Qualidade são a ISO/IEC 17025 e as Boas Práticas de Laboratório (BPL). A ISO/IEC 17025 foi desenvolvida pela ISO (*International Organization for Standardization*) e pela IEC (*International Electrotechnical Commission*) e a BPL pela OECD (*Organization for Economic Cooperation and Development*) com o objetivo comum de propor um sistema para a garantia da qualidade dos serviços prestados por laboratórios (OLIVARES, 2009).

A ISO/IEC 17025, cujo histórico está detalhado mais adiante, foi adotada por diversos laboratórios ao redor do mundo. A partir de então, conclusões foram elaboradas a partir da adoção do SGQ proposto pela norma, como é o caso do trabalho de Dizadji e Anklam (2004).

Ao abordar o processo de acreditação segundo a ISO/IEC 17025:1999, Dizadji e Anklam (2004) evidenciaram, de forma clara, os benefícios de se ter um sistema de garantia da qualidade, como aumento da confiabilidade do laboratório, melhoria da eficiência e eficácia, abertura de novos mercados e aumento da vantagem competitiva frente aos concorrentes. Os autores também destacaram a importância de seguir o SGQ proposto como meio de provar que o laboratório é competente no serviço que presta, definindo competência

como a capacidade do laboratório de produzir resultados confiáveis e satisfazer as necessidades dos clientes.

A preocupação com a garantia da qualidade e a necessidade de que laboratórios analíticos tenham controle de qualidade para produzirem dados confiáveis são destacadas por Masson (2007). O autor cita a existência de textos que preveem a elaboração de sistemas de qualidade, entre eles a ISO/IEC 17025. Entretanto, o autor deixa bastante claro que laboratórios devem compreender a sua própria rotina e adequar-se aos requisitos destes sistemas propostos que, por sua vez, podem ser adotados por laboratórios com diferentes realidades.

Preocupações com requisitos específicos da norma também podem ser observadas em trabalhos relacionados à garantia da qualidade de resultados fornecidos por laboratórios, como a discussão sobre erro total e incerteza de medição trazida por Rozet *et al.* (2011). Outra perspectiva sobre a incerteza de medição foi trazida por Bodnar, Namieśni e Konieczka (2013) ao apontarem a necessidade de que laboratórios se atentem às recomendações de amostragem, a fim de evitar erros relacionados à estimativa da incerteza deste processo.

Acompanhando as tendências dos textos normativos publicados por órgãos internacionais, Wong (2017) destaca a incorporação da gestão de risco das atividades de um laboratório em seu sistema de gestão da qualidade. O intuito é que riscos e oportunidades sejam identificados e planos de ação possam ser traçados para tratá-los. No próximo item é relatada a evolução da ISO/IEC 17025 e as mudanças em suas versões.

### **1.3 ISO/IEC 17025**

Como apresentado anteriormente, a ISO/IEC 17025 propõe a implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade para laboratórios que desejam demonstrar a sua competência, sendo, portanto, adotada por laboratórios em todo o mundo (SQUIRRELL, 2008).

Esta norma encontra-se em sua terceira versão enquanto norma, tendo a sua origem em documentos emitidos como Guias nas últimas décadas do século passado. O documento intitulado *ISO Guide 25: Guidelines for assessing the technical competence of testing laboratories* é tido como o primeiro documento que deu origem à norma na sua versão atual. Este documento foi emitido pela ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*) em 01 de outubro de 1978 (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).



A ILAC é uma cooperação internacional, cujos membros são organismos de acreditação de laboratórios nas normas vigentes, com representantes de mais de 70 países. Esta cooperação surgiu em outubro de 1977 com o objetivo de desenvolver cooperações internacionais, facilitando o comércio através da promoção da aceitação de resultados de ensaio e calibração acreditados (ILAC, 2018).

O *ISO Guide 25* abordava apenas laboratórios de ensaio e ainda não abrangia laboratórios de calibração. Nele constavam requisitos gerais para que estes laboratórios pudessem comprovar respectivas competências técnicas. Entretanto, o Guia deixava a critério dos órgãos avaliadores a exigência de outros requisitos além daqueles já propostos (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

Os requisitos abordados no *ISO Guide 25* eram: organização, equipe, proteção, equipamento de medição e ensaio, calibração, procedimentos e métodos de ensaio, ambiente, segurança, manuseio de itens a serem ensaiados, registros e relatórios de ensaio (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

O *ISO Guide 25* foi substituído pelo *ISO/IEC Guide 25: General requirements for the technical competence of testing laboratories* em 12 de dezembro de 1982. Este documento apresentava-se como um documento da ISO, *International Organization for Standardization*, e da IEC, *International Electrotechnical Commission* (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

A ISO é uma organização internacional independente e não governamental, formada por membros de 162 países. A organização surgiu em 1947 com o intuito de facilitar a coordenação internacional e unificar a padronização industrial. Atualmente, conta com 784 comitês e subcomitês técnicos responsáveis pelo desenvolvimento dos padrões internacionais (ISO, 2018).

A IEC, fundada em 1906, é a organização mundial que produz e publica padrões internacionais na área da eletrotécnica. Quando apropriado, ISO e IEC se unem para assegurar a elaboração de padrões internacionais coerentes e que sejam complementares entre si, dada a colaboração de profissionais de áreas correlatas (IEC, 2018).

O *ISO/IEC Guide 25* ainda dizia respeito somente aos laboratórios de ensaio e mencionava, na área destinada a “escopo e aplicação”, que poderia ser utilizado por organismos de acreditação e certificação, organismos governamentais e não-governamentais relacionados com a competência técnica de laboratórios (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

Os requisitos abordados neste documento eram: organização, sistema da qualidade, equipe, equipamento de medição e ensaio, calibração, procedimentos e métodos de ensaio,

ambiente, manuseio de itens a serem ensaiados, registros e relatórios de ensaio (DOS SANTOS; MAINIER, 2010). Observa-se, em comparação com o *ISO Guide 25*, o aparecimento do requisito sobre sistema da qualidade.

Como apontado, até o momento, os guias internacionais diziam respeito somente aos laboratórios de ensaio até que, em 1990, foi publicado o *ISO/IEC Guide 25: General requirements for the competence of calibration and testing laboratories*. Além de ser estendido para laboratórios de calibração, este foi o primeiro documento traduzido para o português pela ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas, em 1993, recebendo o nome: *ABNT ISO/IEC Guia 25: Requisitos gerais para a capacitação de laboratórios de ensaio e de calibração* (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

Esta versão do *ISO Guide 25* evidencia os esforços do ISO/CASCO em emitir documentos que permitam que a certificação de laboratórios seja realizada com base em documentos com consenso internacional. O CASCO (*Council Committee on Conformity Assessment*) é responsável pela emissão de documentos obtidos por meio do consenso do próprio Comitê apoiado pelos Conselhos da ISO e da IEC. O intuito destes esforços é dar suporte aos sistemas nacionais de forma a facilitar os acordos bilaterais (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

Os requisitos abordados nesta versão do *ISO Guide 25* eram: organização e gerenciamento, sistema da qualidade, auditoria e análise crítica, pessoal, acomodações e ambiente, equipamentos e materiais de referência, rastreabilidade da medição e calibração, calibração e métodos de ensaio, manuseio de itens de calibração e de ensaio, registros e certificados e relatórios. O Guia enfatizava, ainda, que laboratórios que atendessem a estes requisitos atenderiam, também, aos requisitos das normas da série ISO 9000 (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

O *ISO Guide 25* foi a última versão deste documento escrita na forma de Guia, embora, segundo Van de Leemput (2000), já tivesse sido escrito no formato de norma por fazer uso das palavras “shall” e “must” ao invés de utilizar “should” e “may”. Este documento foi substituído em 1999 pela norma *ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*.

A revisão do Guia foi solicitada à ISO em 1993 pelo *European Technical Committee on Conformity Assessment* depois que a proposta de substituir o documento europeu para competência técnica e acreditação de laboratórios pelo *ISO Guide 25* não foi aceita. O

CASCO, após reunião com partes interessadas, decidiu, em 1994, pela revisão do Guia (VAN DE LEEMPUT, 2000).

Para que a revisão alcançasse os objetivos, partiu-se do princípio que o novo documento serviria para que os laboratórios demonstrassem a sua competência técnica, estando eles interessados ou não na acreditação. Ainda assim, somente os requisitos deste novo documento seriam suficientes para serem usados como critérios para acreditação (VAN DE LEEMPUT, 2000).

O processo de revisão teve duração de cerca de seis anos, período no qual rascunhos foram elaborados, discutidos e votados. Durante este processo, decidiu-se que, se a IEC aprovasse o documento, o prefixo do mesmo seria ISO/IEC. Em novembro de 1999, o documento obteve 95% de aprovação, sendo publicado em 15 de dezembro de 1999 (VAN DE LEEMPUT, 2000). A versão em português foi emitida pela ABNT em janeiro de 2001 e intitulada *NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração* (DOS SANTOS; MAINIER, 2010).

Durante a elaboração do texto da norma, ficou acordado que a relação deste documento com a ISO 9001 deveria ser clara, sem nenhuma ambiguidade e que o novo texto deveria abranger todos os pontos da ISO 9001. Desta forma, um laboratório que atendesse aos requisitos da ISO/IEC 17025, atenderia também aos requisitos da ISO 9001 (VAN DE LEEMPUT, 2000).

Neste sentido, foi decidido que os requisitos desta norma seriam divididos em duas categorias: requisitos de gestão e requisitos técnicos. A norma ISO/IEC 17025, versão 1999, possuía a seguinte divisão: 1. Objetivo; 2. Referências normativas; 3. Termos e definições; 4. Requisitos da gerência; 5. Requisitos técnicos; Anexo A; Anexo B; Bibliografia.

Os requisitos do item 4, requisitos de gerência, abordavam os seguintes tópicos: organização; sistema da qualidade; controle dos documentos; análise crítica dos pedidos, propostas e contratos; subcontratação de ensaios e calibrações; aquisição de serviços e suprimentos; atendimento ao cliente; reclamações; controle dos trabalhos de ensaio e/ou calibração não-conforme; ação corretiva; ação preventiva; controle dos registros; auditorias internas; análises críticas pela gerência.

Os requisitos do item 5, requisitos técnicos, abordavam os seguintes tópicos: generalidades; pessoal; acomodações e condições ambientais; métodos de ensaio e calibração e validação de métodos; equipamentos; rastreabilidade da medição; amostragem; manuseio de

itens de ensaio e calibração; garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração; apresentação de resultados.

Segundo apresentado por Van de Leemput (2000), a ISO 9001 também estava sob revisão e a nova versão estava prevista para ser publicada no ano 2000. Ainda assim, a ISO/IEC 17025 foi publicada em 1999 baseada na versão ISO 9001:1994. Mesmo que este documento estivesse desatualizado em pouco tempo, manteve-se a sua publicação neste ano diante da grande demanda e por não ser coerente publicá-lo baseado em uma versão de outra norma que ainda não estivesse concluída.

Assim, em maio de 2005, foi publicada uma nova versão da ISO/IEC 17025 que se adequava à revisão da ISO 9001, publicada em 2000. Não existem diferenças fundamentais entre as versões 1999 e 2005 desta norma, sendo as principais: ênfase na melhoria contínua do sistema de gestão da qualidade; maior ênfase no estabelecimento de comunicação efetiva com o cliente; uso de dados para avaliar a performance do sistema de gestão da qualidade e para identificar oportunidades de melhoria (UNIDO, 2009).

A versão 2005 possuía a seguinte divisão: 1. Objetivo; 2. Referências normativas; 3. Termos e definições; 4. Requisitos da direção; 5. Requisitos técnicos; Anexo A; Anexo B; Bibliografia.

Os requisitos do item 4, requisitos da direção, abordavam os seguintes tópicos: organização; sistema de gestão; controle dos documentos; análise crítica de pedidos, propostas e contratos; subcontratação de ensaios e calibrações; aquisição de serviços e suprimentos; atendimento ao cliente; reclamações; controle de trabalhos de ensaio e/ou calibração não-conforme; melhoria; ação corretiva; ação preventiva; controle dos registros; auditorias internas; análises críticas pela direção.

Os requisitos do item 5, requisitos técnicos, abordavam os seguintes tópicos: generalidades; pessoal; acomodações e condições ambientais; métodos de ensaio e calibração e validação de métodos; equipamentos; rastreabilidade da medição; amostragem; manuseio de itens de ensaio e calibração; garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração; apresentação de resultados.

Na versão de 2005, é possível notar que os requisitos gerenciais são atribuídos à direção e não mais à gerência. Em virtude da maior ênfase na melhoria contínua do SGQ, percebe-se o acréscimo do tópico “Melhoria” nos requisitos da direção (item 4).

Em busca de constante atualização e alinhamento com demais normas vigentes, inclusive a fim de acompanhar as atualizações da ISO 9001, uma nova versão da ISO/IEC

17025 foi publicada em 2017: *ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração*. Com esse intuito, esta nova versão da norma tem requisitos para competência, imparcialidade e operação consistente dos laboratórios (RMMG, 2018).

Esta versão da norma possui uma estrutura diferente daquela apresentada nas versões anteriores, não sendo mais dividida entre requisitos da direção e requisitos técnicos. A versão 2017 possui a seguinte divisão: 1. Escopo; 2. Referências normativas; 3. Termos e definições; 4. Requisitos gerais; 5. Requisitos de estrutura; 6. Requisitos de recursos; 7. Requisitos de processos; 8. Requisitos do sistema de gestão; Anexo A; Anexo B; Bibliografia.

A versão 2017 da norma está mais focada em processos do que em procedimentos, reduzindo o número de procedimentos e de políticas exigido. O Manual da Qualidade agora é facultativo, sendo opção do laboratório optar pela adoção ou não deste tipo de documento. A segmentação entre gerência técnica e gerência da qualidade foi substituída por gerência de responsabilidade geral pelo laboratório (RMMG, 2018).

Nos requisitos gerais, a norma apresenta requisitos específicos para imparcialidade e para confidencialidade, reforçando a sua importância, uma vez que não estão mais restritas às políticas do laboratório. Esta versão também enfatiza a gestão de risco, apontando a necessidade de identificação de risco em diversos requisitos da norma (RMMG, 2018).

A versão de 2017 teve a versão publicada pela ABNT, sendo esta a versão adotada neste trabalho. Na Tabela 2 é apresentada a evolução deste documento com todas as suas versões e publicações, incluindo as versões que foram publicadas em português.

Tabela 2 – Histórico da ISO/IEC 17025

<b>Versão</b>	<b>Ano</b>	<b>Tipo</b>	<b>Nome do documento</b>	<b>Versão em português</b>	<b>Ano</b>
Primeira	1978	Guia	ISO Guide 25: Guidelines for assessing the technical competence of testing laboratories	Não existe.	-
Segunda	1982	Guia	ISO/IEC Guide 25: General requirements for the technical competence of testing laboratories	Não existe.	-
Terceira	1990	Guia	ISO/IEC Guide 25: General requirements for the competence of calibration and testing laboratories	ABNT ISO/IEC Guia 25: Requisitos gerais para a capacitação de laboratórios de ensaio e de calibração	1993

Tabela 2 – Histórico da ISO/IEC 17025

<b>Versão</b>	<b>Ano</b>	<b>Tipo</b>	<b>Nome do documento</b>	<b>Versão em português</b>	<b>Ano</b>
Quarta	1999	Norma	ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories	NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração	2001
Quinta	2005	Norma	ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories	ABNT NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração	2005
Sexta	2017	Norma	ISO/IEC 17025: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories	ABNT NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração	2017

### 1.3.1 Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

De acordo com a divisão de conteúdo da versão da norma publicada em 2017, descrita na seção anterior, os requisitos que são exigidos para os laboratórios estão dispostos nas seções: 4. Requisitos gerais, 5. Requisitos de estrutura, 6. Requisitos de recursos, 7. Requisitos de processos e 8. Requisitos do sistema de gestão. Os requisitos estão agrupados conforme as suas características, sendo possível observar na Figura 1 como eles podem se correlacionar para a construção de um Sistema de Gestão da Qualidade, cujo objetivo é, justamente, atender a todos os requisitos propostos.

A Figura 1, portanto, é uma representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, a fim de tornar visual os conjuntos de requisitos exigidos pela norma. O intuito é apresentar o conteúdo do documento em formato que possa contribuir para compreensão de seu conteúdo. A Figura 1 também está apresentada no Apêndice A, seção A.1 - *Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 com indicação dos requisitos* da norma aos quais a representação gráfica faz referência.

Figura 1 - Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017



Fonte: A autora.

Os requisitos que compreendem a seção 5, Requisitos de estrutura, abordam os aspectos que possibilitam que o laboratório desenvolva as suas atividades, de forma que estes possam ser entendidos como a base do SGQ. Os critérios abordados nos requisitos de estrutura exigem a regularização do laboratório como entidade legal, que possa ser responsabilizada por suas atividades. Inclui também a definição clara de quais atividades de fato atendem à norma, além da definição de sua estrutura organizacional, inter-relacionamento entre seu pessoal, cadeia de responsabilidade e comunicação sobre o próprio sistema de gestão. Na Figura 1, a estrutura do laboratório é representada na cor rosa, englobando todos os demais requisitos. Vale ressaltar que a definição da estrutura do laboratório é fundamental para que os demais processos possam ser implementados.

O próximo grupo representado é a seção 4, Requisitos gerais, que aborda a imparcialidade e a confidencialidade no desenvolvimento das atividades de laboratório, instituindo a gestão de risco à imparcialidade de forma contínua. Na Figura 1, esta seção está representada na cor verde e localizada junto ao conjunto de requisitos de estrutura. Ela indica que, assim como os requisitos de estrutura compõem a base do SGQ, a imparcialidade e a confidencialidade são igualmente fundamentais para a base do sistema e condução de todas as demais atividades e processos.

Após a definição da base do SGQ, estão representados os processos de gestão que norteiam o sistema e abrangem todas as atividades de laboratório desenvolvidas pelo laboratório. Estes processos estão representados na cor lilás, separados em quatro blocos, e circundam os demais requisitos. Estes processos devem ser executados da mesma maneira para todos os ensaios abrangidos pelo SGQ, enquanto os demais requisitos podem possuir especificidades a depender da atividade de laboratório.

Os processos em cor lilás são requisitos, principalmente, da seção 8, Requisitos de gestão, e incluem alguns requisitos da seção 7, Requisitos de processo. O primeiro bloco agrupa os processos de elaboração e controle de documentos do SGQ, bem como o controle das informações e dados gerados pelo laboratório. O segundo bloco trata das atividades de gestão correlacionadas com análise do SGQ, como os processos de gestão de risco, análise crítica pela direção e auditorias internas. O terceiro bloco aborda os processos de resolução de problemas encontrados e melhoria do sistema de gestão, como tratamento de não conformidade, tratamento de trabalho não conforme e ações corretivas. Por fim, o quarto bloco aborda os processos de relacionamento com o cliente, buscando sempre o bom



atendimento e a melhoria contínua do SGQ, como a coleta de *feedbacks* e o tratamento de reclamações recebidas.

No interior da representação dos processos de gestão em cor lilás, estão os processos diretamente relacionados com a execução das atividades de laboratório e que podem apresentar especificidades. A Figura 1 representa um laboratório cujas atividades de laboratório são restritas a ensaios, não contemplando amostragem. Os processos representados na cor azul correspondem a requisitos da seção 6, Requisitos de recurso, e os processos na cor amarela, a requisitos da seção 7, Requisitos de processos. Os processos estão dispostos de modo a elucidar como os requisitos de recursos e de processos se correlacionam.

A aquisição de produtos e serviços providos externamente é providenciada de acordo com o procedimento adotado pelo laboratório, visando garantir o padrão de qualidade exigido pelo mesmo. As instalações do laboratório devem estar em boas condições, assim como as condições ambientais, as quais devem ser controladas em torno da condição ideal para desenvolvimento das atividades. Os equipamentos necessários devem estar em boas condições de uso, fornecendo medições confiáveis, e o laboratório deve dispor de pessoal qualificado e treinado para execução de suas funções.

Os colaboradores com competência comprovada, que compõem o quadro de pessoal, é responsável por executar o processo de validação do método de trabalho. Além disso, para a realização dos estudos de validação são necessários padrões, materiais de referência e/ou materiais de referência certificados para que seja possível avaliar os dados obtidos dentro dos critérios estabelecidos. Uma vez que o método apresenta parâmetros de validação satisfatórios, a equação do mensurando deve ser definida, determinando os parâmetros críticos e possibilitando o cálculo da incerteza de medição.

Cumprido todos estes requisitos adjacentes, iniciam-se os processos centrais vinculados à atividade de laboratório propriamente dita: o cliente faz a solicitação de ensaio que deve ser avaliada, segundo o procedimento adotado pelo laboratório, para definir se o mesmo tem todas as condições necessárias para atender à solicitação, prestando um bom atendimento e entregando um resultado confiável ao final do processo.

Uma vez aprovada a solicitação, o cliente entrega ao laboratório o item de ensaio. O laboratório, portanto, recebe este item, analisa criticamente o material recebido, registra o recebimento e identifica-o univocamente, armazena (se necessário), executa o preparo de amostra, executa o procedimento analítico e, por fim, realiza o descarte da maneira correta conforme a natureza do material.

O ensaio produz dados e informações que são transcritos para registros técnicos. Estes registros são responsáveis por contribuírem com a rastreabilidade do item de ensaio no laboratório, além de permitirem o acesso a informações relevantes sobre o desenvolvimento das atividades de laboratório, como, por exemplo, registros das condições ambientais da realização do ensaio, entre outras. A partir dos registros técnicos, os dados são tratados e a incerteza de medição calculada para que o relatório de ensaio possa ser emitido e entregue ao cliente, obedecendo às recomendações da norma.

Por fim, ainda vinculado ao manuseio de itens, mais especificamente à execução do ensaio, está o processo de garantia da validade dos resultados, fundamental para avaliação das operações técnicas do laboratório e para monitoramento da validade dos resultados produzidos. Para atender a este requisito, cada laboratório define quais serão os procedimentos adotados para monitoramento da validade de seu resultado, ensaio de amostra a cegas e checagem de equipamentos. Além de monitorar o resultado, o laboratório também deve procurar monitorar seu desempenho por meio dos procedimentos recomendados, como comparações interlaboratoriais.

### **1.3.2 Rastreabilidade metrológica: produção de resultados confiáveis**

Como discutido anteriormente, a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 possui requisitos que compreendem diversos aspectos do laboratório e que, juntos, contribuem para a construção de um SGQ. Ressalta-se que o objetivo do SGQ em um laboratório, segundo esta referência normativa, é comprovar sua competência técnica para a produção de resultados confiáveis e rastreáveis.

Segundo Taverniers, De Loose e Van Bockstaele (2004), os resultados obtidos por medições em laboratórios devem embasar tomadas de decisão e assegurar sobre a conformidade ou não de determinado produto com valores definidos por legislações correspondentes. Nesse sentido, a rastreabilidade apresenta-se fundamental para a confiabilidade dos dados gerados, ao permitir que os mesmos sejam corretamente interpretados e comparados.

De acordo com Valcárcel e Ríos (1999), para descrever precisamente o conceito “rastreabilidade” de uma medição, é necessário integrar duas definições:

- (a) a primeira delas aborda o termo a partir do *estabelecimento de uma relação clara e inequívoca entre o valor medido com materiais de referência e padrões* (uso de equipamentos calibrados e de materiais de referência certificados);
- (b) a segunda define rastreabilidade como o *histórico documentado de um produto* (por exemplo, uma amostra, um resultado, um padrão e um instrumento de medição) *ou sistema* (por exemplo, um método analítico, um laboratório). (Por histórico documentado entende-se registro e gestão de toda e qualquer informação relevante sobre o manuseio do item de ensaio, o ensaio e suas condições, entre outras que se fizerem relevantes para a interpretação e compreensão do resultado obtido).

Os autores ainda ressaltam que estas duas definições apresentadas não são independentes, mas sim complementares, para que o conceito seja corretamente definido.

O Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), na 1ª edição luso-brasileira, define o conceito rastreabilidade metrológica como: “Propriedade dum resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através duma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição (INSTITUTO PORTUGUÊS DA QUALIDADE; INMETRO, 2012).”

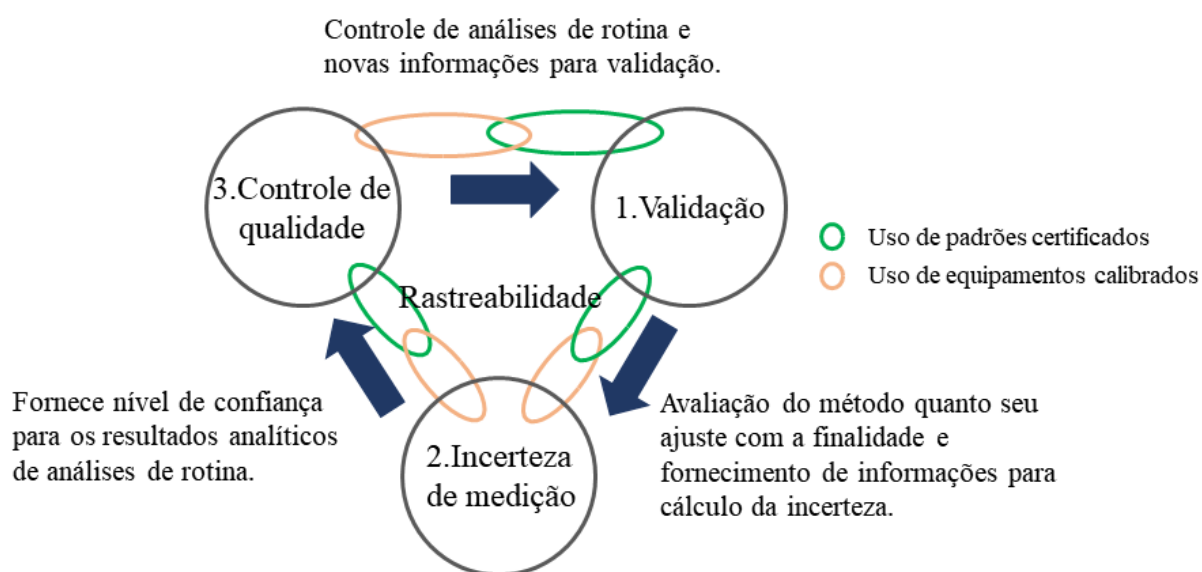
Ao se apresentar como propriedade de um resultado de medição, a rastreabilidade deste resultado está relacionada com a rastreabilidade do método que, por sua vez, está diretamente relacionada às rastreabilidades de padrões e de instrumentos de medição utilizados (TAVERNIERS; DE LOOSE; VAN BOCKSTAELE, 2004).

De modo geral, segundo os autores Taverniers, De Loose e Van Bockstaele (2004), um método é dito rastreável quando produz resultados, com suas incertezas, que são compatíveis com materiais de referência certificados, que, por sua vez, possuem rastreabilidade definida e comprovada por documentos que informam sua incerteza. A rastreabilidade do instrumento de medição é dada pelo histórico documentado do equipamento que deve conter informações como: dados sobre a instalação, manutenção, mau uso e reparos, horas de uso, amostras processadas e histórico de calibração.

Atenção especial deve ser dada à calibração de equipamentos, uma vez que corresponde a uma série de operações com o objetivo de relacionar os valores fornecidos por instrumentos de medição com materiais de referência certificados para tais valores (TAVERNIERS; DE LOOSE; VAN BOCKSTAELE, 2004). Desse modo, os materiais utilizados devem possuir rastreabilidade e documentação comprobatória que fornece a incerteza daquele material.

Segundo Olivares e Lopes (2012), é possível destacar três requisitos da ISO/IEC 17025 que contribuem diretamente para a rastreabilidade e, portanto, são considerados essenciais para este fim: validação de método, incerteza de medição e garantia da validade do resultado. Os autores apresentam uma ferramenta denominada “*Analytical Quality Assurance Cycle*”, também conhecida pela sigla AQAC, que correlaciona estes três requisitos. A Figura 2 representa a ferramenta proposta pelos autores.

Figura 2 - Ferramenta AQAC



Fonte: Adaptado de Olivares e Lopes (2012)

A ferramenta AQAC abrange a rastreabilidade metrológica ao propor que a validação do método avalie se o mesmo está adequado ao uso pretendido, contribuindo para a rastreabilidade do método e por gerar dados para cálculo da incerteza de medição. A incerteza de medição fornece determinado nível de confiança para o resultado, contribuindo para a denominada rastreabilidade do resultado. O controle de qualidade, enunciado como o requisito “garantia da validade do resultado”, tem como objetivo monitorar se o método é capaz de fornecer resultados confiáveis, além de produzir dados que contribuam com a validação de método e cálculo da incerteza de medição (OLIVARES; LOPES, 2012).

Destaca-se que os processos que compõem a ferramenta AQAC devem ser executados utilizando equipamentos calibrados (rastreabilidade do instrumento de medição) e materiais de referência certificados (rastreabilidade dos padrões) para que possam, de fato, contribuir para a rastreabilidade metrológica e produzir resultados confiáveis (OLIVARES; LOPES, 2012). Os autores ressaltam que a ferramenta pode ser implementada em todos os tipos de

laboratório, mesmo aqueles que não possuem sistema de gestão. Na sequência, para cada um desses processos, está descrita a abordagem dada pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

### 1.3.2.1 Validação de métodos

A validação de método é um requisito de processo da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, localizado na seção 7. Requisitos de processos, e denominado 7.2 *Seleção, verificação e validação de métodos*. De acordo com este documento, a validação é uma “verificação na qual os requisitos especificados são adequados para um uso pretendido”, enquanto a verificação consiste no “fornecimento de evidência objetiva de que um dado item atende aos requisitos especificados”.

A norma prescreve que “o laboratório deve utilizar métodos e procedimentos adequados para todas as atividades”. Quando o método não for indicado pelo cliente, deve ser selecionado um método publicado em textos pertinentes, como em normas e publicações de organizações técnicas respeitáveis, fazendo uso, sempre que possível, da última versão válida de cada um deles.

A norma também considera a utilização de métodos desenvolvidos ou modificados pelos laboratórios e evidencia a necessidade de validar métodos não normalizados, métodos desenvolvidos pelo laboratório, métodos utilizados fora de seu escopo ou modificados de outra forma, sempre em contato com o cliente, visando atender às suas necessidades, e registrando todas as informações solicitadas.

O método em questão deve ser validado para aquilo que realmente é necessário, desde que a validação seja realizada com amostras adequadas e a faixa de concentração apropriada. A validação deve ser conduzida nos equipamentos que serão utilizados para realização do ensaio e deve fornecer parâmetros analíticos que atendam à finalidade do método. Parâmetros analíticos comumente determinados são: limite de detecção, limite de quantificação, linearidade e faixa de aplicação, seletividade, precisão e veracidade (RIBANI *et al.*, 2004).

Na Tabela 3 são apresentados alguns guias e documentos normativos que orientam e auxiliam o processo de validação de método em laboratórios de ensaio.

Tabela 3 - Guias de validação de método

<b>Guia/Manual</b>	<b>Instituição</b>	<b>Ano</b>	<b>Parâmetros de validação</b>	
Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report)	IUPAC	2002	Seletividade Curva analítica e linearidade Veracidade Precisão Recuperação Faixa de trabalho	Limite de detecção Limite de quantificação Sensibilidade Robustez Variabilidade de matriz Incerteza de medição
Validation of analytical procedures: text and methodology Q2(R1)	ICH	2005	Especificidade Linearidade Precisão: repetitividade, precisão intermediária, reprodutibilidade	Faixa de trabalho Robustez Exatidão Limite de detecção Limite de quantificação
The fitness for purpose of analytical methods - A laboratory guide to method validation and related topics	EURACHEM	2014	Seletividade Precisão: repetitividade, precisão intermediária, reprodutibilidade Robustez	Limite de detecção e limite de quantificação Faixa de trabalho Sensibilidade analítica Veracidade
Analytical procedures and methods validation for drugs and biologics	FDA	2015	Especificidade Precisão: repetitividade, precisão intermediária, reprodutibilidade Faixa de trabalho	Limite de quantificação Limite de detecção Linearidade Exatidão
Manual de garantia da qualidade analítica – Resíduos e contaminantes em alimentos	MAPA	2011	Linearidade (Curva de Calibração) Seletividade e Efeito Matriz Precisão: repetitividade, precisão intermediária	Veracidade/Recuperação Limite de Detecção Limite de Quantificação Robustez
RDC Nº 166, de 24 de julho de 2017.	ANVISA	2017	Seletividade Linearidade Efeito matriz Faixa de trabalho Precisão	Exatidão Limite de detecção Limite de quantificação Robustez
DOQ-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos	INMETRO	2018	Seletividade Tendência/Recuperação Robustez Precisão: repetitividade, precisão intermediária, reprodutibilidade	Limite de detecção Limite de quantificação Linearidade/Faixa de trabalho/Faixa linear de trabalho/Sensibilidade

### 1.3.2.2 Incerteza de medição

A incerteza de medição é um requisito de processo da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, localizado na seção 7. Requisitos de processos, e denominado 7.6 *Avaliação da incerteza de medição*. De acordo com o documento, “os laboratórios devem identificar as contribuições para a incerteza de medição” e, a partir disso, considerar todas as contribuições que sejam significativas utilizando os métodos de análise apropriados. Especificamente para laboratórios de ensaio, o documento determina que o laboratório deve avaliar a incerteza de medição e, quando o método impossibilitar a avaliação, deve estimar com base na experiência ou nos princípios teóricos do método.

De acordo com Oliveira *et al.* (2015), a incerteza de medição atribuí ao resultado fornecido maior confiabilidade, uma vez que está associada aos erros inerentes ao processo de medição. Dessa forma, o resultado de uma medição estará completo apenas quando fornecido com a sua incerteza. Os autores definiram etapas para estimar a incerteza de medição, sendo elas:

- Especificação do mensurando;
- Identificação das fontes de incerteza;
- Quantificação das componentes de incerteza (avaliação das incertezas padrão do tipo A e do tipo B);
- Determinação da incerteza padrão combinada;
- Determinação da incerteza expandida;
- Análise das contribuições das incertezas;
- Expressão do resultado.

Dois importantes guias, que auxiliam no cálculo da incerteza de medição, são o *Guia EURACHEM / CITAC - Determinando a Incerteza na Medição Analítica*, tendo a sua segunda edição disponível em português, e o *Guia para a expressão de incerteza de medição – Avaliação de dados de medição - GUM 2008* que também possui versão em português disponibilizada pelo INMETRO.

### 1.3.2.3 Garantia da validade dos resultados

A garantia da validade dos resultados também é um requisito de processo da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, localizado na seção 7. Requisitos de processos, e denominado 7.7 *Garantia da validade dos resultados*. O documento diferencia os requisitos em monitoramento da validade dos resultados e monitoramento do desempenho do laboratório.

Para monitoramento da validade dos resultados, a norma cita diferentes procedimentos que podem ser implementados na rotina dos laboratórios. São exemplos de procedimentos o uso de materiais de referência ou materiais de referência certificados; reensaio de itens retidos; ensaios replicados; ensaio de amostra a cegas; checagens funcionais de equipamentos; uso de padrões de checagem com cartas controle, quando aplicável; entre outros. Na norma é citado que, “quando praticável, devem ser aplicadas técnicas estatísticas para a análise crítica dos resultados”.

As cartas controle, especificamente, são instrumentos bastante utilizados para o monitoramento do desempenho de processos de medição, segundo Oliveira *et al.* (2013). De acordo com os autores, estes gráficos determinam uma região denominada limite de controle, limitada por linhas superior e inferior que correspondem, respectivamente, aos limites superior e inferior de controle, além da linha central (corresponde ao limite central). Para pontos amostrais dentro do limite de controle, ou seja, entre os limites superior e inferior tem-se que o processo está “sob controle”. Entretanto, se um ou mais pontos estiverem fora desta região, o processo está “fora do controle” e ações devem ser tomadas para identificar as causas e eliminá-las, restabelecendo o controle. Estes limites são calculados de acordo com o tipo de processo monitorado e a amostra utilizada.

Para monitoramento do desempenho do laboratório, a norma apresenta duas alternativas: participação em ensaios de proficiência e participação em comparações interlaboratoriais distintas de ensaios de proficiência.

O laboratório deve participar de ensaios de proficiência promovidos por laboratórios competentes, sendo considerados competentes os provedores que atendam aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17043. Para a participação em comparações interlaboratoriais distintas de ensaios de proficiência, o laboratório deve analisar corretamente os dados obtidos por todos os laboratórios participantes e compará-los com os resultados que obteve. Alguns guias indicados na Tabela 3, como o DOC-CGCRE-008, possuem informações sobre métodos adequados para comparação de dados de estudos interlaboratoriais.



### 1.3.3 Laboratórios de ensaio e calibração

Como apresentado, a ISO/IEC 17025 propõe requisitos gerais para comprovar a competência técnica de organizações que realizam atividades de laboratório. A norma define como atividades de laboratório as atividades de ensaio, calibração e amostragem, associada com ensaio ou calibração subsequente. Logo, laboratórios se definem como organizações que realizam ensaio, calibração e/ou amostragem.

Os laboratórios de ensaio são responsáveis por produzirem dados que são fundamentais para o embasamento de decisões que impactam direta e indiretamente a sociedade. São exemplos de laboratórios de ensaio os laboratórios que monitoram substâncias específicas em produtos alimentícios; que proveem resultados sobre potabilidade de água; que realizam análises de solo; que atuam no setor petrolífero e de combustíveis em geral; que fazem controle de qualidade de produtos industriais, como produtos de borracha e plástico, produtos químicos, como fármacos, e agroquímicos; laboratórios nucleares; laboratórios forenses; laboratórios de análises microbiológicas; entre outros.

É imprescindível que laboratórios de ensaio forneçam resultados confiáveis, dada a relevância de sua atuação na sociedade, sendo que erros ou resultados duvidosos podem acarretar sérias e, até mesmo, irreparáveis consequências. Portanto, é fundamental que laboratórios de ensaio tenham mecanismos para garantir a qualidade dos serviços prestados e assegurar a confiabilidade dos resultados fornecidos.

A calibração, por sua vez, de acordo com o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), na 1ª edição luso-brasileira, é uma operação que estabelece a relação entre os valores e incertezas de medição fornecidos por padrões, em condições especificadas, e utiliza esta informação para estabelecer relação que permite a obtenção de um resultado de medição a partir de uma indicação.

A calibração é responsável por gerar documentos que permitem o estabelecimento da cadeia ininterrupta e documentada que associa, de maneira clara e inequívoca, um valor medido com materiais de referência. A calibração de equipamentos de medição é etapa fundamental para assegurar a rastreabilidade metrológica de medições.

Os laboratórios de calibração são responsáveis pela atividade de calibração e, consequentemente, por gerarem os documentos comprobatórios desta. Os laboratórios de ensaio, para assegurarem a produção de resultados confiáveis e a rastreabilidade metrológicas destes, devem utilizar instrumentos de medição calibrados. Desse modo, é de suma

importância que laboratórios de calibração assegurem a qualidade dos serviços prestados, fornecendo resultados também confiáveis e rastreáveis, especialmente considerando o impacto que calibrações não confiáveis e, conseqüentemente, medições equivocadas pelo uso de equipamento mal calibrado podem provocar.

Neste contexto, em que a gestão da qualidade dos serviços prestados torna-se cada vez mais indispensável, laboratórios de ensaio e calibração fazem uso da ferramenta Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) proposto pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Sendo assim, considerando, especialmente, a importância de disseminar conceitos como qualidade e garantia da qualidade, o estudo desta referência normativa e de meios de implementar o SGQ proposto apresenta-se necessário e de extrema relevância.

## **1.4 OBJETIVOS**

### **1.4.1 Objetivos gerais**

O objetivo geral do trabalho é criar a base para a implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade, segundo os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, em laboratório de Química Analítica que ainda se encontra em estruturação, considerando a infraestrutura e os recursos disponíveis nesta fase inicial.

### **1.4.2 Objetivos específicos**

Os objetivos específicos do trabalho são:

- Definir o fluxo de processos do laboratório em operação;
- Propor adequações para o espaço físico destinado às atividades do laboratório;
- Definir organograma do laboratório;
- Definir sistema de armazenamento dos documentos do Sistema de Gestão da Qualidade;
- Propor processos tendo em vista a rotina de operação;
- Elaborar documentos do Sistema de Gestão da Qualidade do laboratório;
- Definir procedimento analítico piloto, com a finalidade de testar procedimentos propostos para determinados processos;
- Executar processos considerados essenciais para produção de resultados confiáveis, de acordo com os procedimentos propostos.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho teve como objeto de estudo um laboratório de química situado no Departamento de Química da Universidade Federal de Viçosa. Este espaço foi destinado à gestão de um grupo de professores do próprio departamento, cujo objetivo é a estruturação do laboratório para a prestação de serviços, a fim de atender demandas do ambiente interno e externo ao meio universitário. Sendo assim, o laboratório caracteriza-se como um laboratório de Química Analítica, com as atividades centradas na prestação de serviço por meio de análises físico-químicas.

A criação de uma base para implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) proposta por este trabalho é uma das etapas de estruturação do laboratório com a finalidade de atender à proposta apresentada acima. Para fins didáticos, esse laboratório foi denominado Unidade Analítica e por este termo será tratado. Ressalta-se, ainda, que a Unidade Analítica é um laboratório somente de ensaio que não realiza amostragem.

Diante disso, este trabalho foi dividido em etapa teórica e etapa experimental. A etapa teórica teve como objetivo mapear os processos que serão implementados e descrevê-los em documentos, bem como a elaboração de demais documentos que compõem o SGQ. A etapa experimental teve como objetivo testar procedimentos propostos para determinados processos, de acordo com a infraestrutura e recursos disponíveis para o trabalho, incluindo a escolha de um procedimento analítico.

### 2.1 METODOLOGIA TEÓRICA

A etapa teórica teve como objetivo central o mapeamento dos processos a serem implementados na Unidade Analítica. Para tanto, foi elaborado o fluxo de processos para um ensaio na Unidade Analítica, atendendo às exigências da referência normativa. O fluxo de processos considerou o espaço físico disponível para desenvolvimento das atividades e, a partir do que foi sugerido, foram propostas alterações deste visando a melhor adequação àquele.

Além do fluxo de processos, foi proposto o organograma com o objetivo de criar cadeia de responsabilidade entre os colaboradores envolvidos com as atividades da Unidade Analítica. O organograma considerou o contexto no qual a Unidade Analítica está inserida, sendo gerida por um grupo de professores vinculados ao Departamento de Química da UFV, e

quais são os cargos necessários para satisfatória execução das atividades e cumprimentos dos requisitos do SGQ em atendimento à referência normativa.

Os documentos do SGQ da Unidade Analítica foram elaborados, sendo eles documentos descritivos, formulários ou planilhas Excel®, cada qual cumprindo uma função de acordo com a hierarquia proposta para a documentação. O modo de organização, armazenamento e controle dos documentos foi proposto de acordo com a realidade da Unidade Analítica e recursos disponíveis. Uma vez que os documentos escritos têm como função descrever os procedimentos propostos para todos os processos exigidos pela referência normativa, todos os documentos elaborados possuem correlação clara com os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Para desenvolvimento destas atividades, recorreu-se a embasamento teórico obtido a partir da realização do curso “Interpretação e Aplicação da ABNT ISO/IEC 17025:2017” oferecido pela Rede Metrológica de Minas Gerais – RMMG. O treinamento foi realizado no período de 20 a 22 de março de 2018, com carga horária total de 24 horas.

Além do treinamento teórico, durante o período de 21 de janeiro a 26 de fevereiro de 2019, foi realizado um estágio, em que se acompanhou as atividades do Laboratório de Controle de Qualidade e Segurança Alimentar – LACQSA, vinculado ao Laboratório Federal de Defesa Agropecuária (LFDA) de Minas Gerais. Este laboratório é acreditado segundo a norma de estudo deste trabalho, o que permitiu o acesso à documentação elaborada e aos processos de rotina implementados, que contemplam os requisitos da referência normativa, ilustrando e complementando os conhecimentos teóricos obtidos no treinamento.

Durante a elaboração do SGQ, foram consultados diversos guias e manuais que auxiliam a compreensão de determinados requisitos da norma e no mapeamento dos processos. Os principais guias e manuais utilizados foram:

- Manual de garantia da qualidade analítica – Resíduos e contaminantes em alimentos (MAPA, 2011);
- The fitness for purpose of analytical methods - A laboratory guide to method validation and related topics (EURACHEM, 2014);
- DOQ-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos (INMETRO, 2018);
- Guia EURACHEM/CITAC - Determinando a Incerteza na Medição Analítica (EURACHEM/CITAC, 2002)

- Guia para a expressão de incerteza de medição – Avaliação de dados de medição - GUM 2008 (INMETRO, 2008);
- Incerteza de medição em ensaios físico-químicos: uma abordagem prática (OLIVEIRA *et al.*, 2015);
- Manual para elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratórios de ensaio (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

A partir destas atividades e materiais citados, obteve-se embasamento teórico que permitiu e auxiliou a definição de quais seriam os processos fundamentais para atendimento aos requisitos da referência normativa, a elaboração dos fluxos de processos da Unidade Analítica, o mapeamento dos processos, a descrição destes em documentos do SGQ, a definição e elaboração de demais documentos necessários e as definições essenciais para a estruturação da Unidade Analítica, visando a devida implementação do SGQ.

## **2.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL**

Na etapa experimental, foram testados os procedimentos elaborados para os processos de validação de método, cálculo da incerteza de medição e garantia da validade do resultado, a fim de avaliar, exclusivamente, a funcionalidade das etapas propostas para cada um destes processos, considerando-se os recursos disponíveis para desenvolvimento do trabalho.

Os processos de validação de método e cálculo da incerteza de medição dependiam da escolha de um procedimento analítico para que pudessem ser executados, enquanto os procedimentos de garantia da validade do resultado estavam diretamente atrelados às características do procedimento analítico executado pelo laboratório, como, por exemplo, quais eram os instrumentos de medição utilizados. Portanto, para que os procedimentos de tais processos pudessem ser testados, foi necessária a seleção de um procedimento analítico.

Nas subseções seguintes, estão descritos o procedimento analítico, suas características, e a metodologia utilizada em cada processo testado na etapa experimental.

### **2.2.1 Procedimento analítico**

Como os procedimentos elaborados referentes aos processos a serem implementados na Unidade Analítica são os mesmos para todos os tipos de ensaio que irão compor o escopo

do SGQ, resguardadas as devidas especificidades, escolheu-se um procedimento analítico que pudesse ser executado dentro dos recursos disponíveis para o trabalho, ou seja, com reagentes e instrumentos de medição tais que permitissem o cumprimento das atividades.

Sendo assim, o procedimento analítico escolhido foi “Determinação de ferro total em água – Método da 1,10-fenantrolina”, elaborado segundo a *Norma Técnica SABESP – NTS 010 - Determinação de ferro total: método da 1,10 fenantrolina* (SABESP, 2001).

De modo geral, o procedimento consiste no tratamento da amostra recebida, com posterior adição da 1,10-fenantrolina que, ao formar um complexo com o ferro presente na amostra, confere à solução coloração alaranjada com intensidade proporcional à concentração de ferro. O procedimento analítico é descrito para determinação de ferro em amostras cuja matriz seja água.

Informações mais detalhadas do procedimento, bem como reagentes, equipamentos e condições ambientais envolvidos estão descritos na sequência. Informações sobre faixa de trabalho utilizada e construção da curva analítica estão descritas na metodologia do processo de validação de método.

### **2.2.1.1 Reagentes**

Os reagentes aqui descritos foram utilizados para execução do procedimento analítico proposto, tanto para ensaio de uma amostra recebida quanto para estudos de validação do método e foram selecionados conforme a disponibilidade de recursos para desenvolvimento do presente trabalho.

Como descrito na seção *1.3.2 Rastreabilidade metrológica: produção de resultados confiáveis*, o uso de padrões e materiais de referência são fundamentais para assegurar a rastreabilidade metrológica da medição e a confiabilidade dos resultados obtidos. Entretanto, a Unidade Analítica ainda está em fase de estruturação e não possui estes itens. A fim de apenas testar os procedimentos propostos, foram utilizados os reagentes disponíveis para determinado fim.

É importante ressaltar que está sendo testada a funcionalidade das etapas propostas para os processos abordados e está claro que o requisito *6.5 – Rastreabilidade metrológica* da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 não está sendo cumprido. Na representação gráfica da norma apresentada no Apêndice A, é possível observar que este requisito antecede o processo de validação de método. Para a devida implementação do SGQ segundo esta referência

normativa, é necessário que o requisito 6.5 seja devidamente atendido e a rastreabilidade metrológica dos resultados produzidos no laboratório assegurada e comprovada.

Com estas ressalvas, os reagentes utilizados na execução do procedimento analítico e estudos de validação de método estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Reagentes utilizados na execução do procedimento analítico e nos estudos de validação de método

<b>Reagente</b>	<b>Marca</b>	<b>Pureza</b>	<b>Nº CAS</b>
1,10-fenantrolina P.A.	ISO FAR	-	66-71-7
Acetato de sódio anidro	NEON	99,0%	127-09-3
Ácido clorídrico P.A.	ALPHATEC	37%	7647-01-0
Água deionizada	Mili-Q	Tipo 1	7732-18-5
Cloridrato de hidroxilamina	ISO FAR	96%	5470-11-1
Cloreto de ferro III	Dinâmica	97 -102%	7705-08-0

### 2.2.1.2 Equipamentos

Assim como para os reagentes, os equipamentos aqui descritos foram utilizados para execução do procedimento analítico proposto e foram selecionados conforme a disponibilidade de recursos.

Para equipamentos, também é fundamental considerar o descrito na seção 1.3.2 *Rastreabilidade metrológica: produção de resultados confiáveis*, uma vez que o uso de equipamentos calibrados a partir do uso de materiais de referência é fundamental para assegurar a rastreabilidade metrológica da medição e a confiabilidade dos resultados obtidos. Entretanto, mais uma vez, como a Unidade Analítica ainda está em fase de estruturação, não possui equipamentos devidamente calibrados. A fim de apenas testar as etapas do processo proposto, foram utilizados os equipamentos conforme estavam disponíveis.

É importante ressaltar que está sendo testada a funcionalidade das etapas propostas para os processos abordados e está claro que o requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica* da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 não está sendo cumprido. Para a devida implementação do SGQ segundo esta referência normativa, é necessário que o requisito 6.5 seja devidamente atendido e a rastreabilidade metrológica dos resultados produzidos no laboratório assegurada e comprovada.



Com estas ressalvas, os equipamentos utilizados na execução do procedimento analítico e estudos de validação de método foram:

- Agitador magnético com aquecimento SOLAB, modelo SL-91/A, com capacidade para agitação até 15 L de água e aquecimento até 300 °C. Controle de rotação analógico com escala de 1 a 10. Controle de aquecimento analógico com escala de 1 a 10.
- Balança analítica SIMADZU, modelo ATX224, com capacidade de 220 g e resolução 0,1 mg.
- Espectrofotômetro UV-VIS Thermo Scientific, modelo Evolution Array: modo varredura; uso de cubeta de acrílico de caminho óptico de 1 cm.
- Medidor de pH LAB1000, modelo mPA 210. Este modelo mede pH, mV e temperatura. Para medições de pH, a faixa de trabalho do equipamento contempla o intervalo 0 – 14 pH e a resolução do equipamento é de 0,01 pH.
- Micropipeta Monocanal KASVI BASIC - com faixa de volume entre 10 e 100 µL e ajuste da medição a cada 1 µL.
- Micropipeta Monocanal KASVI BASIC - com faixa de volume entre 100 e 1000 µL e ajuste da medição a cada 10 µL.
- Termômetro de mercúrio, imersão total, faixa de medição de -10 °C a 300 °C e resolução de 1 °C.

### **2.2.1.3 Condições ambientais**

Embora este procedimento não exija condições ambientais específicas, e a Unidade Analítica, por estar em fase de estruturação, ainda não faça controle das condições ambientais, ressalta-se que é de suma importância o controle destas para assegurar a confiabilidade do resultado obtido ao final do processo, uma vez que as condições podem afetar diretamente os valores obtidos. Para laboratórios que já estejam em operação e possuam um SGQ segundo a referência normativa devidamente implementado, o controle das condições ambientais é fundamental para a garantia da qualidade de suas operações. Além de controlar as condições ambientais, é necessário registrar as informações geradas com o controle por meio de documentos específicos, para a rastreabilidade de informações sobre o item de ensaio.

#### 2.2.1.4 Tipo de amostra

O procedimento analítico escolhido tem como objetivo quantificar ferro em água, de modo que apenas amostras de água são ensaiadas seguindo este procedimento. Entretanto, as amostras de água diferem entre si de acordo com o local de coleta das mesmas, podendo ser água bruta, coletada em lagoa, ou água tratada, coletada em torneira, por exemplo. Considerando um SGQ devidamente implementado, para estes casos, os estudos de validação do método devem abranger os diferentes tipos de amostras que o laboratório deseja receber.

De modo geral, o procedimento analítico exige que a matriz das amostras a serem analisadas seja água. No caso da Unidade Analítica, uma vez que não realiza processos de amostragem, os itens devem ser entregues pelo solicitante do serviço, em volume mínimo de 100 mL. A amostra deve ser armazenada em frasco de vidro ou plástico devidamente higienizado. Recomenda-se que o ensaio seja realizado no dia da coleta; caso não seja possível, adicionar ácido nítrico até  $\text{pH} < 2$  e armazenar em geladeira (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2013).

#### 2.2.1.5 Preparo de soluções

Nesta subseção, estão descritos os preparos de todas as soluções utilizadas na execução do procedimento analítico e estudos de validação de método. Destaca-se a solução de cloreto férrico 100 mg/L, preparada a partir do reagente cloreto de ferro III: esta solução foi utilizada com a função de material de referência (MR) ou material de referência certificado (MRC), embora não cumpra seu papel no tange o atendimento ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica*. Logo, em todos os momentos em que é utilizada, deveria ser substituída por material adequado (MR ou MRC) para assegurar a rastreabilidade metrológica.

Solução estoque de cloreto férrico 100 mg/L – Volume de 10 mL: Em um béquer de 10 mL previamente tarado, pesar 0,0048 g de cloreto férrico hexahidratado. Adicionar água deionizada e agitar a solução com o bastão de vidro até que o sal tenha sido completamente dissolvido. Transferir a solução para balão volumétrico de 10,00 mL. Completar o volume do balão com água deionizada. Após a realização do ensaio, descartar a solução excedente.

**Observação:** Devido à instabilidade do  $\text{Fe}^{3+}$  em solução, a solução preparada deve ser utilizada somente no dia do preparo.

Solução de cloridrato de hidroxilamina 10% m/v - Volume de 25 mL: Em um béquer de 10 mL previamente tarado, pesar 2,6042 g de cloridrato de hidroxilamina. Adicionar água deionizada e agitar a solução com o bastão de vidro até que o sal tenha sido completamente dissolvido. Transferir a solução para balão volumétrico de 25,00 mL. Completar o volume do balão com água deionizada.

Solução tampão de acetato de sódio 0,5 mol/L - Volume de 50 mL: Em um béquer de 25 mL previamente tarado, pesar 2,0715 g de acetato de sódio. Adicionar água deionizada e agitar a solução com o bastão de vidro até que o sal tenha sido completamente dissolvido. Transferir a solução para balão volumétrico de 50,00 mL. Completar o volume do balão com água deionizada.

Solução de 1,10-fenantrolina 0,3% m/v - Volume de 25 mL: Em um béquer de 10 mL previamente tarado, pesar 0,0754 g de 1,10-fenantrolina. Adicionar água deionizada ao béquer e, em seguida, adicionar aproximadamente 2 mL de solução estoque de HCl 1 mol/L ao béquer. Agitar a solução com o bastão de vidro até que o sal tenha sido completamente dissolvido. Transferir a solução para balão volumétrico de 25,00 mL. Completar o volume do balão com água deionizada.

### **2.2.1.6 Preparo da curva analítica**

A curva analítica foi preparada de acordo com as exigências dos estudos de validação e para cada dia de execução do procedimento analítico. Os níveis de concentração da curva analítica foram definidos de acordo com a determinação da faixa de trabalho no processo de validação do método, cuja metodologia está descrita em seção posterior (seção 2.2.2 – *Validação de método/Faixa de trabalho e linearidade*). Cada nível de concentração foi preparado a partir da diluição da solução estoque de cloreto férrico 100 mg/L. Na Tabela 5, estão os volumes de solução estoque necessários para cada nível de concentração da curva analítica, considerando o preparo em balão volumétrico de 10,00 mL.

Tabela 5 - Volumes de solução estoque de cloreto de ferro (III) 100 mg/L para preparo dos níveis de concentração da curva analítica em balões volumétricos de 10,00 mL

Nível de concentração (mg/L)	Volume de solução de cloreto de ferro (III) 100 mg/L ( $\mu$ L)
0	Branco reagente
0,60	60
1,20	120
1,80	180
2,40	240
3,00	300
3,60	360

Para o preparo da curva e branco reagente, o volume da solução estoque de cloreto de ferro (III), de acordo com a Tabela 5, deve ser transferido para erlenmeyers de 25 mL. A este volume, adicionar 50  $\mu$ L de ácido clorídrico concentrado e em seguida, adicionar 200  $\mu$ L da solução de cloridrato de hidroxilamina.

Posicionar os erlenmeyers contendo as soluções sobre o agitador magnético com aquecimento e manter em aquecimento moderado. Cada solução deve permanecer em aquecimento até que o volume seja reduzido a, aproximadamente, 3-5 mL. Após o aquecimento, resfriar as soluções em banho maria utilizando água a temperatura ambiente.

Após o resfriamento, transferir quantitativamente o volume contido em cada erlenmeyer para o balão volumétrico de 10,00 mL, previamente ambientado com água deionizada. Completar o volume com água deionizada e homogeneizar a solução. Transferir 5,00 mL de solução de cada balão volumétrico para um tubo de ensaio. Adicionar 500  $\mu$ L de solução tampão de acetato de sódio e 500  $\mu$ L de solução de 1,10-fenantrolina. Reservar as soluções até a posterior leitura no espectrofotômetro.

### 2.2.1.7 Preparo da amostra

O procedimento analítico não exige nenhum preparo de amostra específico, de modo que o procedimento acima descrito para curva analítica deve ser seguido para a amostra. Desse modo, o item de ensaio deve ser previamente homogeneizado e fracionado em duas partes, para que o item seja analisado em duplicata, e 10,00 mL de cada fração deve ser

transferido para o respectivo erlenmeyer. As demais etapas foram descritas acima e devem ser executadas do mesmo modo.

#### **2.2.1.8 Leitura no espectrofotômetro**

Por fim, cada nível de concentração e cada fração da amostra ensaiada devem ser medidos no espectrofotômetro. A cubeta utilizada é de acrílico, caminho óptico de 1 cm, e a leitura é realizada a 510 nm. Para cada nível de concentração da curva analítica e para cada amostra ensaiada devem ser realizadas três leituras do material na cubeta.

#### **2.2.2 Validação de método**

A validação de método apresenta-se na ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 como um requisito de processo, o requisito 7.2 – *Seleção, verificação e validação de método*. Como discutido na seção 1.3.2 – *Rastreabilidade metrológica: produção de resultados confiáveis*, este requisito é tido como essencial para a rastreabilidade metrológica e produção de resultados confiáveis.

Diante disso, foi proposto um procedimento para validação de método a ser adotado pela Unidade Analítica em seu SGQ. Para tanto, dois documentos principais nortearam a elaboração deste procedimento, sendo eles o *Guia Eurachem: The fitness for purpose of analytical methods - A laboratory guide to method validation and related topics* (EURACHEM, 2014) e o *DOC-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos* (INMETRO, 2018).

A partir do estudo destes documentos, foi decidido que, no procedimento proposto, seriam estudadas as seguintes características de desempenho no processo de validação de método: o estudo da faixa de trabalho e linearidade, efeito matriz, limite de detecção, limite de quantificação, veracidade, repetibilidade e precisão intermediária.

Como dito anteriormente, o processo de validação de método exigia a escolha de um procedimento analítico para que pudesse ser testado. Portanto, o escopo de validação deste trabalho contempla o ensaio “Determinação de ferro total em água – Método da 1,10-fenantrolina”, elaborado segundo a *Norma Técnica SABESP – NTS 010 - Determinação de ferro total: método da 1,10-fenantrolina* (SABESP, 2001).

### 2.2.2.1 Faixa de trabalho e linearidade

A faixa de trabalho para o método em estudo foi definida de acordo com as instruções da Portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2011), de modo que o valor central da faixa de trabalho corresponde ao limite máximo permitido para o analito previsto pela Portaria. Os demais níveis de concentração foram obtidos a partir da multiplicação do valor central pelos seguintes fatores: 0,25; 0,50; 0,75; 1,0; 1,25; 1,5.

A curva analítica para estudo da linearidade foi preparada em solvente, no caso, água deionizada Tipo 1. Cada nível de concentração foi preparado a partir da diluição da solução estoque de cloreto de ferro III 100 mg/L; os volumes de solução estoque para cada diluição estão indicados na Tabela 5. Como dito anteriormente, a solução de cloreto de ferro III 100 mg/L foi utilizada com a função de material de referência (MR) ou material de referência certificado (MRC), embora não cumpra seu papel no que tange o atendimento ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica*. Desse modo, para estudos de validação de método, devem ser utilizados materiais adequados, como MR e MRC, para a produção de resultados rastreáveis e confiáveis.

Para cada nível de concentração, foram realizadas três leituras no espectrofotômetro das respectivas soluções preparadas. A linearidade da faixa de trabalho foi avaliada, a partir da relação entre a resposta fornecida e as concentrações estudadas, por meio do ajuste dos dados ao modelo linear (regressão linear de primeiro grau) dado pela Equação 1.

$$y = ax + b \quad \text{Equação 1}$$

Em que:

y: resposta medida para cada nível de concentração estudado;

x: nível de concentração estudado;

a: inclinação da curva analítica;

b: intercepto da curva analítica.

Anteriormente ao cálculo dos parâmetros da curva analítica, foi verificada a presença de *outliers* no conjunto de dados para cada nível de concentração a partir da aplicação do Teste de Grubbs. Este teste consiste no cálculo do valor G, utilizando a Equação 2, para cada dado estudado e comparando-os com os valores tabelados. Os valores tabelados dependem do

tamanho da amostra do conjunto de dados estudado ( $n$ ). A tomada de decisão é dada por: para valores de  $G$  menores que o valor tabelado, o dado não é considerado *outlier* e deve ser mantido; para valores de  $G$  maiores que o valor tabelado, o dado é considerado *outlier* e deve ser descartado.

$$G = \frac{|x_i - \bar{x}|}{s} \quad \text{Equação 2}$$

Em que:

$x_i$ : valor suspeito;

$\bar{x}$ : média dos valores do conjunto de dados estudado;

$s$ : desvio-padrão do conjunto de dados estudado.

A partir dos dados que foram mantidos após a aplicação do Teste de Grubbs, os parâmetros do modelo linear foram calculados utilizando o método dos mínimos quadrados ordinários (MMQO). Desse modo, tem-se que a inclinação e o intercepto da curva analítica são calculados utilizando as Equações 3 e 4, respectivamente:

$$a = \frac{\sum_i (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2} \quad \text{Equação 3}$$

$$b = \bar{y} - a\bar{x} \quad \text{Equação 4}$$

Os critérios utilizados para avaliar se a característica de desempenho linearidade apresenta-se satisfatória foram:

- 1) O coeficiente de correlação de Pearson ( $r$ ) deve ser maior que 0,99:  $r \geq 0,99$ ;
- 2) Os resíduos devem apresentar comportamento aleatório.

O coeficiente de correlação de Pearson é calculado de acordo com a Equação 5.

$$r = \frac{\sum_i \{(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})\}}{\{[\sum_i (x_i - \bar{x})^2][\sum_i (y_i - \bar{y})^2]\}^{1/2}} \quad \text{Equação 5}$$

Para cada leitura de cada nível de concentração, deve-se calcular o resíduo. O resíduo é dado pela diferença entre o valor observado e o valor calculado pela curva analítica obtida a

partir da regressão. O comportamento aleatório dos resíduos é avaliado de modo visual, a partir do gráfico de dispersão dos resíduos, que para comportamento aleatório não deve apresentar tendência, e pelo teste estatístico de Shapiro-Wilk. Este teste avalia se um conjunto de dados apresenta distribuição normal, de modo que a hipótese de nulidade corresponde à normalidade. No caso dos resíduos, se o conjunto de dados apresenta distribuição normal, está comprovado o comportamento aleatório, uma vez que apresenta também comportamento homocedástico. As instruções para aplicação do teste de Shapiro-Wilk são apresentadas abaixo:

- Ordenar o conjunto de dados em ordem crescente;
- Calcular a soma de quadrados dos desvios conforme Equação 6:

$$S^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^n y_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{n} \quad \text{Equação 6}$$

- Calcular o  $b$ , utilizado para calcular a estatística do teste:

Se  $n$  (o número de dados do conjunto) é par:  $n = 2k$

$$b = \sum_{i=1}^k a_{n-i+1} (y_{n-i+1} - y_i) \quad \text{Equação 7}$$

Os valores de  $a_i$  são tabelados.

Se  $n$  (o número de dados do conjunto) é ímpar:  $n = 2k + 1$

O cálculo é exatamente o mesmo apresentado acima, sendo  $a_{k+1} = 0$  quando  $n = 2k + 1$ . O valor de  $y_{k+1}$  é a mediana e não entra no cálculo de  $b$ .

$$b = a_n (y_n - y_1) + \dots + a_{k+2} (y_{k+2} - y_k) \quad \text{Equação 8}$$

Os valores de  $a_i$  são tabelados.

- Calcular  $W$ , a estatística do teste:

$$W = \frac{b^2}{S^2} \quad \text{Equação 9}$$



- Tomar a decisão do teste ao comparar o valor calculado  $W$  com o valor tabelado  $W_{(n; \alpha)}$ :  
*Se o valor calculado  $W$  for menor que o tabelado, rejeita-se a hipótese de normalidade ao nível  $\alpha$  de significância.*

### 2.2.2.2 Limite de detecção e limite de quantificação

O limite de detecção (LD) e o limite de quantificação (LQ) foram calculados a partir dos dados obtidos para a curva analítica em solvente, preparada para estudo de linearidade, utilizando a Equação 10 e Equação 11, respectivamente. O uso destas equações para cálculo de LD e LQ está sugerido no *DOC-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos* (INMETRO, 2018). Neste caso, a inclinação da curva analítica é aquela obtida na construção da curva analítica no estudo de linearidade.

$$LD = \frac{3,3 s}{a} \quad \text{Equação 10}$$

$$LQ = \frac{10 s}{a} \quad \text{Equação 11}$$

Em que:

a: inclinação da curva analítica em solvente;

s: desvio-padrão da resposta do menor nível de concentração da curva analítica.

### 2.2.2.3 Estudo de efeito matriz

O estudo do efeito matriz deve ser desenvolvido para todos os tipos de matriz que se pretende aceitar para ensaio dentro do escopo de um SGQ devidamente implementado, uma vez que o intuito deste estudo é avaliar se as diferentes matrizes comprometem a confiabilidade dos resultados obtidos pelo procedimento analítico, ou seja, se interferem no desempenho da medição.

No presente trabalho, a matriz estudada foi água de torneira. Ressalta-se, novamente, que o objetivo da execução do estudo é testar a funcionalidade do procedimento proposto para o processo de validação de método.

O estudo foi conduzido por meio de comparações entre as respostas obtidas para dois tipos de curvas analíticas: curva analítica do analito em solvente, água deionizada, e curva

analítica preparada em matriz branca fortificada, no caso, a matriz estudada - água de torneira. Ambos os tipos de curvas analíticas deste estudo foram construídos com os mesmos níveis de concentração e seguindo o mesmo procedimento analítico. Cada curva foi construída a partir de única leitura do material, de modo que foram utilizados materiais preparados no mesmo dia e em dias distintos.

Para avaliar se há ou não efeito matriz, foram utilizados dois testes estatísticos: Teste F, para verificar se as variâncias das amostras eram estatisticamente iguais, e Teste t de Student para verificar se as médias eram estatisticamente iguais. Na Tabela 6 estão as informações necessárias para aplicação dos testes.

Tabela 6 - Testes estatísticos utilizados para estudo de efeito matriz

Teste	Equações	Hipóteses	Valor tabelado
Teste F	$F_{\text{calc}} = \frac{S_1^2}{S_2^2}$	H <sub>0</sub> : s <sup>2</sup> <sub>1</sub> = s <sup>2</sup> <sub>2</sub> H <sub>a</sub> : s <sup>2</sup> <sub>1</sub> ≠ s <sup>2</sup> <sub>2</sub>	F <sub>tab</sub> = F <sub>α</sub> (GLnum;GLden)
Teste t de Student – Teste F não significativo	$s^2_c = \frac{(n_1 - 1)s^2_1 + (n_2 - 1)s^2_2}{n_1 + n_2 - 2}$ $t_{\text{calc}} = \frac{ a_1 - a_2 }{\sqrt{s^2_c \left( \frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}}$	H <sub>0</sub> : a <sub>1</sub> = a <sub>2</sub> H <sub>a</sub> : a <sub>1</sub> ≠ a <sub>2</sub>	t <sub>tab</sub> = t <sub>α</sub> (n <sub>1</sub> + n <sub>2</sub> - 2)
Teste t de Student – Teste F significativo	$v = \frac{\left( \frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2} \right)^2}{\frac{\left( \frac{s_1^2}{n_1} \right)^2}{n_1 + 1} + \frac{\left( \frac{s_2^2}{n_2} \right)^2}{n_2 + 1}}$ $t_{\text{calc}} = \frac{ a_1 - a_2 }{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}$	H <sub>0</sub> : a <sub>1</sub> = a <sub>2</sub> H <sub>a</sub> : a <sub>1</sub> ≠ a <sub>2</sub>	t <sub>tab</sub> = t <sub>α</sub> (v)

s<sub>1</sub>, a<sub>1</sub>, n<sub>1</sub>: variância, média e tamanho do conjunto de dados 1;  
s<sub>2</sub>, a<sub>2</sub>, n<sub>2</sub>: variância, média e tamanho do conjunto de dados 2;  
α: nível de significância.

O conjunto de dados 1 corresponde ao grupo formado pelas inclinações obtidas para curva analítica em solvente, enquanto o conjunto de dados 2 corresponde ao grupo formado pelas inclinações obtidas para curva analítica preparada com água de torneira. Cada conjunto de dados é composto por três inclinações.

O nível de significância,  $\alpha$ , adotado para todos os testes aplicados foi 5%. Os valores tabelados foram consultados em tabelas estatísticas dos respectivos testes.

#### 2.2.2.4 Veracidade

Para estudo da veracidade, foram realizados ensaio de recuperação em três níveis de concentração: o menor, o central e o maior nível de concentração da faixa de trabalho (0,25; 1 e 1,5 vezes o valor central). Para tanto, foram preparadas seis ( $n = 6$ ) replicatas independentes em cada nível de concentração estudado. As soluções foram preparadas a partir de diluições da solução estoque de cloreto de ferro (III) 100 mg/L, uma vez que esta é utilizada com a função de materiais de referência, embora com restrições quanto ao cumprimento de exigências de rastreabilidade metrológica, devendo ser substituída por material adequado, como MR ou MRC, para a produção de resultados confiáveis e rastreáveis.

O material de cada replicata foi medido uma única vez e, utilizando a curva analítica preparada no dia, foi possível calcular os valores de concentração obtidos para cada replicata. O valor teórico da concentração da solução preparada a partir da solução estoque de cloreto de ferro (III) foi assumido como o valor verdadeiro. A recuperação de cada nível de concentração foi obtida utilizando a Equação 12.

$$\text{Recuperação}(\%) = \frac{C_1}{C_2} \cdot 100 \quad \text{Equação 12}$$

Em que:

$C_1$ : concentração do analito identificada pelo procedimento analítico;

$C_2$ : concentração teórica do analito adicionada à amostra.

Uma vez que os critérios para avaliação da recuperação apresentados na Tabela 7, extraída do *DOC-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos* (INMETRO, 2018), são baseados na concentração do analito em solução, estes foram adotados para avaliar os resultados obtidos pela Unidade Analítica.

Tabela 7 - Critérios para avaliar a recuperação

Analito (%)	Fração mássica (C)	Unidade	Recuperação média (%)
100	1	100%	98 – 102
10	10 <sup>-1</sup>	10%	98 – 102
1	10 <sup>-2</sup>	1%	97 – 103
0,1	10 <sup>-3</sup>	0,1%	95 – 105
0,01	10 <sup>-4</sup>	100 ppm	90 – 107
0,001	10 <sup>-5</sup>	10 ppm	80 – 110
0,0001	10 <sup>-6</sup>	1 ppm	80 – 110
0,00001	10 <sup>-7</sup>	100 ppb	80 – 110
0,000001	10 <sup>-8</sup>	10 ppb	60 – 115
0,0000001	10 <sup>-9</sup>	1 ppb	40 – 120

Fonte: AOAC, 2016. Adaptado de INMETRO, 2018.

### 2.2.2.5 Repetibilidade

No estudo da repetibilidade, trabalhou-se com três níveis de concentração: o menor, o central e o maior nível de concentração da faixa de trabalho (0,25; 1 e 1,5 vezes o valor central). Para tanto, foram preparadas seis (n = 6) replicatas independentes de cada nível de concentração. As soluções foram preparadas a partir de diluições da solução estoque de cloreto de ferro (III) 100 mg/L, uma vez que esta é utilizada com a função de materiais de referência, embora com restrições quanto ao cumprimento de exigências de rastreabilidade metrológica, devendo ser substituída por material adequado, como MR ou MRC, para a produção de resultados confiáveis e rastreáveis.

O material de cada replicata foi medido uma única vez e, utilizando a curva analítica preparada no dia, foi possível calcular os valores de concentração obtidos para cada replicata. O desvio-padrão relativo (DPR), obtido a partir da Equação 13, é o parâmetro calculado para avaliar a repetibilidade.

$$DPR = \frac{DP}{CMD} \times 100 \quad \text{Equação 13}$$

Em que:

DP: desvio-padrão do conjunto de dados (n = 6);

CMD: concentração média determinada do conjunto de dados.

Uma vez que os critérios para avaliação da recuperação apresentados na Tabela 8, extraída do *DOC-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos* (INMETRO, 2018), são baseados na concentração do analito em solução, estes foram adotados para avaliar os resultados obtidos pela Unidade Analítica.

Tabela 8 - Critérios para avaliar repetibilidade e precisão intermediária

<b>Analito (%)</b>	<b>Fração mássica (C)</b>	<b>Unidade</b>	<b>DPR (%)</b>
100	1	100%	1,3
10	10 <sup>-1</sup>	10%	1,9
1	10 <sup>-2</sup>	1%	2,7
0,1	10 <sup>-3</sup>	0,1%	3,7
0,01	10 <sup>-4</sup>	100 ppm	5,3
0,001	10 <sup>-5</sup>	10 ppm	7,3
0,0001	10 <sup>-6</sup>	1 ppm	11
0,00001	10 <sup>-7</sup>	100 ppb	15
0,000001	10 <sup>-8</sup>	10 ppb	21
0,0000001	10 <sup>-9</sup>	1 ppb	30

Fonte: AOAC, 2016. Adaptado de INMETRO, 2018.

### 2.2.2.6 Precisão intermediária

A precisão intermediária também foi estudada a partir da avaliação do desvio-padrão relativo a todo o conjunto de dados obtidos, isto é, composto por todas as replicatas dos três dias de ensaio de repetibilidade. Dessa forma, a precisão intermediária foi estudada nos mesmos três níveis de concentração estudados na repetibilidade e o conjunto de dados analisados para cada nível de concentração é composto por 18 replicatas ( $n = 18$ ). Calculou-se o DPR para esse conjunto de dados a partir da Equação 13, utilizando os valores de concentração obtidos para cada replicata, e a avaliação foi baseada nas informações apresentadas na Tabela 8.

### 2.2.3 Incerteza de medição

A incerteza de medição foi calculada de acordo com o método proposto pelo ISO GUM (2008), no qual se propõe que a incerteza seja calculada a partir do modelo matemático da medição. Para tanto, as seguintes etapas foram seguidas:

- Identificação da equação do mensurando;
- Identificação das fontes de incerteza;

- Cálculo da incerteza padrão para cada fonte de incerteza;
- Cálculo da incerteza padrão combinada;
- Cálculo da incerteza padrão expandida.

#### **2.2.4 Garantia da validade do resultado**

No procedimento de garantia da validade do resultado elaborado para a Unidade Analítica estão previstos dois processos a serem implementados à rotina do laboratório: ensaios replicados - para aprovação das replicatas de cada item de ensaio analisado – e checagem de equipamentos - com os dados monitorados por meio de cartas controle.

##### **2.2.4.1 Ensaios replicados**

Está previsto no procedimento proposto que a Unidade Analítica deve fracionar o item de ensaio recebido, para que sejam analisadas duas replicatas do material, sempre que a quantidade fornecida permitir e não comprometer os ensaios. Os valores obtidos para cada replicata são avaliados de acordo com o limite de precisão, calculado conforme Equação 14. Se a diferença entre os valores obtidos para cada replicata for menor que o limite de precisão ( $r$ ), as replicatas estão aprovadas e o resultado é dado pela média. Se for maior, as replicatas estão reprovadas e ações devem ser tomadas, tanto para encontrar a causa que provocou diferença acima do limite, quanto para definir o resultado a ser reportado.

$$r = 2,8s_I \quad \text{Equação 14}$$

Em que:

$r$ : limite de precisão calculado para as replicatas;

$s_I$ : desvio-padrão do conjunto de dados em estudo.

##### **2.2.4.2 Checagem de equipamentos**

O processo de checagem de equipamentos tem como objetivo monitorar as respostas fornecidas por equipamentos em um laboratório a fim de assegurar a confiabilidade das medições e, conseqüentemente, a confiabilidade dos resultados de ensaios. Para tanto, devem

ser utilizados padrões e materiais de referência para as medições de checagem. Além disso, os equipamentos devem ser calibrados com materiais de referência certificados, estabelecendo a cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, e contar com um plano de calibrações periódicas.

Como dito anteriormente, a Unidade Analítica ainda não possui materiais de referência certificados e equipamentos calibrados. O procedimento para esse processo também foi testado com a finalidade de avaliar a funcionalidade das etapas propostas e está claro que o requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica* da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 não está sendo cumprido. Para a devida implementação do SGQ segundo esta referência normativa, é necessário que o requisito 6.5 seja devidamente atendido e a rastreabilidade metrológica dos resultados produzidos no laboratório assegurada e comprovada.

Os equipamentos cujas medições foram monitorados são:

- Balança analítica SIMADZU, modelo ATX224, com capacidade de 220 g e resolução 0,1 mg.
- Espectrofotômetro UV-VIS Thermo Scientific, modelo Evolution Array: modo varredura; uso de cubeta de acrílico de caminho óptico de 1 cm.
- Medidor de pH LAB1000, modelo mPA 210. Este modelo mede pH, mV e temperatura. Para medições de pH, a faixa de trabalho do equipamento contempla o intervalo 0 – 14 pH e a resolução do equipamento é de 0,01 pH.
- Micropipeta Monocanal KASVI BASIC - com faixa de volume entre 10 e 100  $\mu\text{L}$  e ajuste da medição a cada 1  $\mu\text{L}$ .
- Micropipeta Monocanal KASVI BASIC - com faixa de volume entre 100 e 1000  $\mu\text{L}$  e ajuste da medição a cada 10  $\mu\text{L}$ .

Os materiais utilizados foram aqueles disponíveis para o presente trabalho. Para checagem da balança foi utilizado um conjunto de pesos de verificação de balança, embora o conjunto não seja um material de referência certificado. Para os demais equipamentos, foram utilizados os reagentes, apresentados na Tabela 9, que não são materiais de referência certificados, embora cumpram com esta função no presente trabalho, ressaltando que não atendem ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica* e devem ser substituídos por material adequado (MR ou MRC).

Tabela 9 - Reagentes utilizados para checagem de equipamentos

Reagente	Marca	Pureza	Nº CAS
Água deionizada	Mili-Q	Tipo 1	7732-18-5
Cromato de potássio	MERCK	99,5%	7789-00-6
Hidróxido de potássio	Impex	85%	1310-58-3
Solução tampão pH 4,00	MS Tecnopon	-	-
Solução tampão pH 4,00	Proquímios	-	-
Solução tampão pH 4,00	INSTUTHERN	-	-
Solução tampão pH 7,00	EEL	-	-
Solução tampão pH 7,00	MS Tecnopon	-	-
Solução tampão pH 9,00	EEL	-	-

Para estudo do comportamento das respostas fornecidas por equipamentos da Unidade Analítica e utilizados na execução do procedimento analítico, foram elaboradas cartas controle dos tipos X-barra e R para situações em que os valores de referência não são fornecidos. O primeiro tipo de carta trabalha com a média obtida pelas replicatas (n) em um mesmo grupo amostral (m), enquanto a segunda trabalha com a amplitude entre os valores mínimo e máximo obtidos dentro de um mesmo grupo. Na Tabela 10 estão apresentadas as equações utilizadas para construção das cartas e parâmetros utilizados.

Tabela 10 - Equações dos limites de controle das cartas controle X-barra e R

	Carta X-barra	Carta R
<b>Limite central (LC)</b>	$LC = \bar{\bar{X}}$	$LC = \bar{\bar{R}}$
<b>Limite superior central (LSC)</b>	$LSC = \bar{\bar{X}} + A_2\bar{R}$	$LSC = D_4\bar{R}$
<b>Limite inferior central (LIC)</b>	$LIS = \bar{\bar{X}} - A_2\bar{R}$	$LIS = D_3\bar{R}$

Em que:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2 + (\dots) + \bar{X}_m}{m}$$

$$\bar{\bar{R}} = \frac{R_1 + R_2 + (\dots) + R_m}{m}$$



Os parâmetros  $A_2$ ,  $D_3$  e  $D_4$  são tabelados e dependem do tamanho do subgrupo, ou seja, do número de replicatas utilizado ( $n$ ). Para  $n = 3$ , os valores dos parâmetros são:

$$A_2 = 1,023$$

$$D_3 = 0,000$$

$$D_4 = 2,574$$

Foram coletados dados para a balança analítica, micropipetas, medidor de pH e espectrofotômetro. Para todos os equipamentos estudados, foram coletadas 20 medições ( $m = 20$ ) com 3 replicatas cada uma ( $n = 3$ ).

A escolha da carta controle, as equações para cálculo do LC, LSC e LIC, e os valores tabelados dos parâmetros foram obtidos no *Manual para elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratórios de ensaio* (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

#### **2.2.4.2.1 Balança analítica**

Os dados foram obtidos a partir da pesagem de pesos analíticos próprios para verificação da balança. Foram utilizados os pesos de massa 0,5000 g; 0,1000 g; 0,0500 g; 0,0200 g; 0,0100 g. Para cada um destes valores checados foi construído o par de cartas controle X-barra e R.

#### **2.2.4.2.2 Micropipetas**

As duas micropipetas foram monitoradas (10-100  $\mu\text{L}$  e 100-1000  $\mu\text{L}$ ) e, para ambas, foram estudados os valores mínimos (10 e 100  $\mu\text{L}$ , respectivamente), centrais (50 e 500  $\mu\text{L}$ , respectivamente) e máximos (100 e 1000  $\mu\text{L}$ , respectivamente). Os dados foram coletados a partir da pipetagem de cada volume estudado, de água deionizada, e pesagem dos mesmos. A temperatura da água deionizada foi medida a cada medição e, a partir dos valores de densidade da água e massa obtida, foi calculado o valor real pipetado. Para cada volume checado, de cada micropipeta, foi construído o par de cartas controle X-barra e R.

### 2.2.4.2.3 Medidor de pH

O medidor de pH exige que seja calibrado antes de sua utilização. Para tanto, foram utilizadas soluções tampão de valores de pH 4,00 e 7,00 para cumprir com a calibração diária do equipamento. Após esse procedimento, foram utilizadas soluções tampão distintas daquelas utilizadas para calibração nos valores de pH 4,00; 7,00 e 9,00 para checar a resposta do equipamento. Para cada valor de pH checado foi construído o par de cartas controle X-barra e R.

### 2.2.4.2.4 Espectrofotômetro

Para a checagem do espectrofotômetro foram preparadas soluções de cromato de potássio e de hidróxido de potássio. O preparo das soluções estão indicados abaixo. A solução de hidróxido de potássio foi utilizada como branco e a solução de cromato de potássio utilizada para leitura no comprimento de onda de 375 nm. Na Tabela 11, está apresentado o valor de absorbância esperado para medições desta solução neste comprimento de onda.

Tabela 11 – Dados da checagem do espectrofotômetro

Comprimento de onda (nm)	Valor de absorbância esperado (UA)
375	0,9872

**Solução de cromato de potássio:** Pesar aproximadamente 0,1000 g de cromato de potássio ( $K_2CrO_4$ ). Secar o reagente em estufa à 105 °C por 30 minutos. Com o material já em temperatura ambiente, pesar 0,0200 g de cromato de potássio ( $K_2CrO_4$ ) e dissolvê-lo em água deionizada. Em um balão volumétrico 500,00 mL, adicionar água deionizada preenchendo cerca da metade do seu volume. Adicionar ao balão volumétrico a solução de cromato de potássio com o reagente completamente dissolvido. Adicionar 25,00 mL da solução de hidróxido de potássio 1 mol/L (KOH). Completar o volume do balão volumétrico com água deionizada e homogeneizar.

**Solução de hidróxido de potássio 1 mol/L:** Pesar 5,6106 g de hidróxido de potássio (KOH). Adicionar água deionizada ao béquer e agitar a mistura até a completa dissolução do sólido.

Verter a solução em um balão volumétrico de 100 mL. Completar o volume com água deionizada.

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### **3.1 SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE DA UNIDADE ANALÍTICA**

A criação da base para implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) da Unidade Analítica envolveu a definição do fluxo de processos, o mapeamento de processos, a descrição destes em documentos e a elaboração de demais documentos necessários para atender aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. Diante disso, a documentação elaborada será aqui tratada como o SGQ da Unidade Analítica. Desse modo, o SGQ tem como objetivo, além de atender às exigências da norma, estabelecer processos de gestão e de operações técnicas que contribuam diretamente para garantir a confiabilidade e a rastreabilidade dos resultados obtidos pelas atividades de laboratório da Unidade Analítica.

##### **3.1.1 Infraestrutura da Unidade Analítica e fluxo de processos**

A Unidade Analítica é um laboratório de ensaio localizado no Departamento de Química da Universidade Federal de Viçosa (UFV), *campus* Viçosa, situada à Avenida Peter Henry Rolfs, s/n, Centro, Viçosa – 36570-000, Minas Gerais. A Unidade Analítica é gerida por professores vinculados a este mesmo departamento que, na denominação do SGQ, compõem o Conselho de Professores.

Uma vez inserida no contexto universitário, a Unidade Analítica não se classifica como um laboratório de ensino e/ou pesquisa, mas sim como um laboratório de extensão cujo principal objetivo é a prestação de serviço, por meio de ensaios físico-químicos, atendendo a demandas internas ao ambiente universitário e possíveis demandas externas. Sendo assim, as atividades de laboratório são restritas a ensaios, não exercendo atividades de amostragem e de calibração.

A Unidade Analítica possui sede localizada na sala 224 do Departamento de Química da UFV. A planta deste laboratório, que apresenta sua conformação atual, está apresentada no Apêndice B, seção *B.1 - Layout da estrutura atual do laboratório sede da Unidade Analítica*. Além da sede, a Unidade Analítica faz uso de outros espaços para o desenvolvimento de suas atividades, normalmente laboratórios sob supervisão de professores do Conselho de Professores, nos quais estão localizados equipamentos e demais suprimentos necessários.

O fluxo de processos inicialmente idealizado aborda processos cujos procedimentos exigem ações físicas com os itens de ensaio recebidos pelo laboratório e suas derivações. O fluxo tem como objetivo definir o caminho que os itens de ensaio e, conseqüentemente, as informações vinculadas a eles, seguem na Unidade Analítica. Desse modo, o fluxo idealizado tem início previsto com o recebimento dos itens, que deve acontecer no laboratório sede, quando a análise crítica do mesmo e codificação devem ser imediatamente efetuadas.

Caso a análise crítica conclua que o item pode seguir para o ensaio, o preparo de amostra é executado, incluindo o fracionamento do item de acordo com os ensaios solicitados e com o tempo de armazenamento definido pré-estabelecido. O preparo de amostra está previsto para acontecer no laboratório sede, a depender do que é exigido pelo procedimento analítico solicitado pelo cliente.

Após o preparo das amostras, estas são encaminhadas para as próximas etapas do procedimento analítico do ensaio ao qual estão submetidas. Normalmente, estas etapas não são executadas no laboratório sede, mas sim nos demais laboratórios utilizados pela Unidade Analítica, também localizados no Departamento de Química da UFV, sob supervisão do Conselho de Professores, denominados Central de Apoio. Ressalta-se que a Central de Apoio é área controlada pela Unidade Analítica e, portanto, o SGQ está em vigência neste espaço e processos propostos, como controle das condições ambientais e controle de acesso de pessoal, são implementados e executados.

Para o transporte, as amostras são depositadas em recipientes devidamente lacrados, uma vez que irão percorrer área não controlada pelo SGQ. O lacre deve ser aplicado na sede da Unidade Analítica, codificado, registrado e assinado pelo colaborador responsável por autorizar o transporte. Ao chegar na Central de Apoio, o lacre deve ser removido pelo colaborador responsável pelo ensaio; esta atividade também deve ser registrada no formulário de ensaio do item e assinada. Os colaboradores são treinados para a realização desta atividade e conscientizados sobre risco às atividades de laboratório atribuído a ela, de modo que somente colaboradores treinados estão autorizados a transportar as amostras. Além disso, a Unidade Analítica mantém este risco sempre sob monitoramento, a fim de evitar falhas no processo e se atentar às melhorias possíveis.

Os dados gerados durante o ensaio são registrados em formulários impressos específicos para cada procedimento analítico. Posteriormente, os dados são tratados, incluindo o cálculo do resultado e da sua incerteza de medição, para emissão do relatório de ensaio a ser entregue ao cliente. Ao final do procedimento analítico, a amostra ensaiada é descartada; o

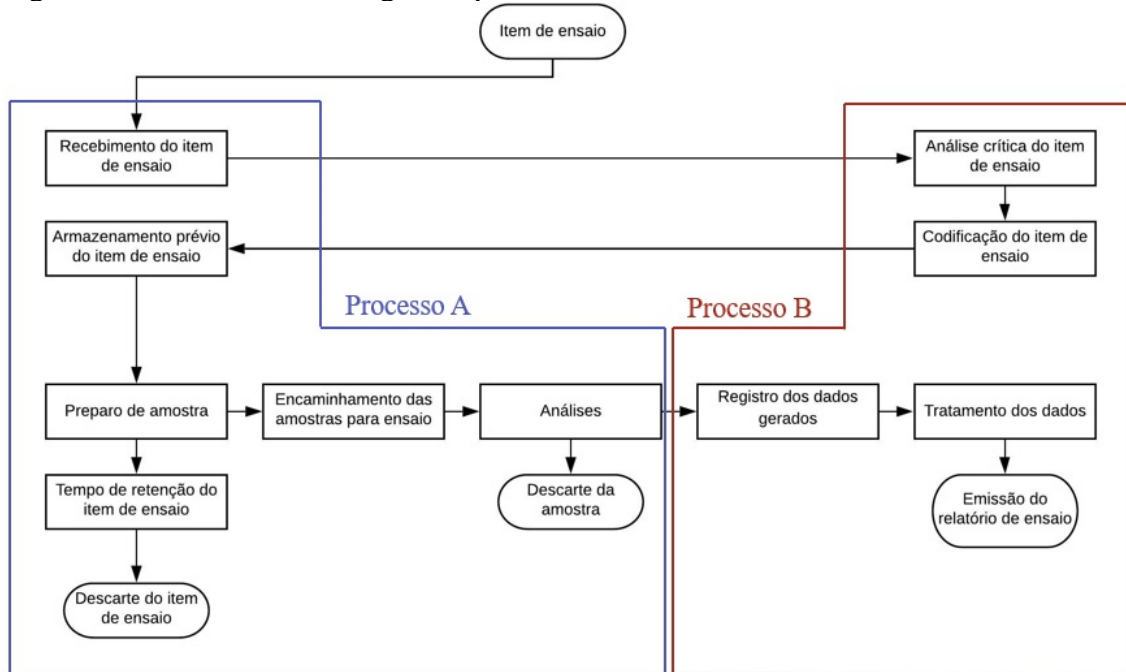
item de ensaio armazenado é descartado após cumprir o tempo de armazenamento estabelecido.

Observa-se, portanto, que existem dois processos vinculados aos itens de ensaio recebidos: o processo que diz respeito às operações técnicas realizadas com o item, etapas do procedimento analítico em si, chamado de processo A, e o processo que diz respeito ao fluxo de informação e de documentos gerados por cada item de ensaio, chamado de processo B. Estes processos estão representados na Figura 3. Os locais nos quais as etapas de cada processo estão previstas para acontecer estão apresentadas na Figura 4, sendo Unidade Analítica o laboratório sede e Central de Apoio, os demais laboratórios utilizados.

O processo de recebimento de itens de ensaio proposto para a Unidade Analítica está descrito em procedimento gerencial de seu SGQ, o documento *PRG-014-01 – Manuseio de itens de ensaio*, que contém instruções sobre como realizar a análise crítica do material recebido. Este procedimento descreve a forma correta de codificação de itens de ensaio e de suas frações.

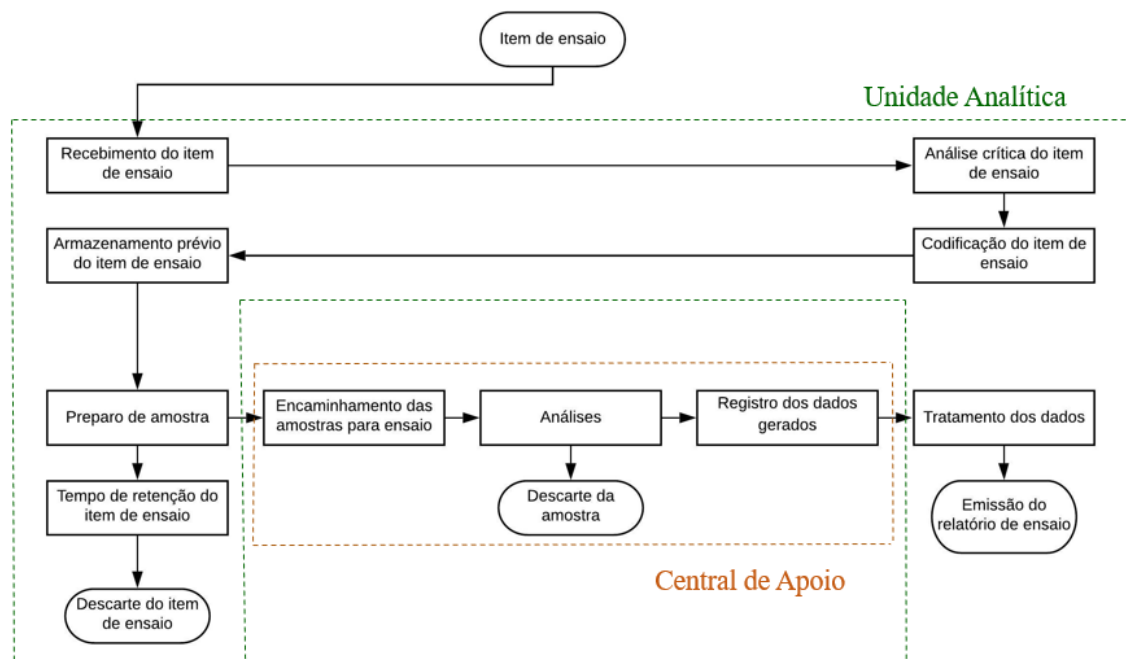
Informações sobre o manuseio de cada tipo de item de ensaio e o tempo de armazenamento, assim como a descrição das etapas dos procedimentos analíticos e os cálculos envolvidos, estão descritos em procedimentos técnicos. Cada ensaio do SGQ da Unidade Analítica possui procedimento técnico específico e formulário técnico correlacionado. No Apêndice C estão apresentados, a fim de exemplificar a documentação do SGQ, um procedimento técnico, seção *C.1 – Exemplo de procedimento técnico*, e um formulário técnico, seção *C.2 – Exemplo de formulário técnico*.

Figura 3 - Processos A e B seguidos por um item de ensaio recebido



Fonte: A autora.

Figura 4 - Processos A e B e relação com o espaço físico da Unidade Analítica



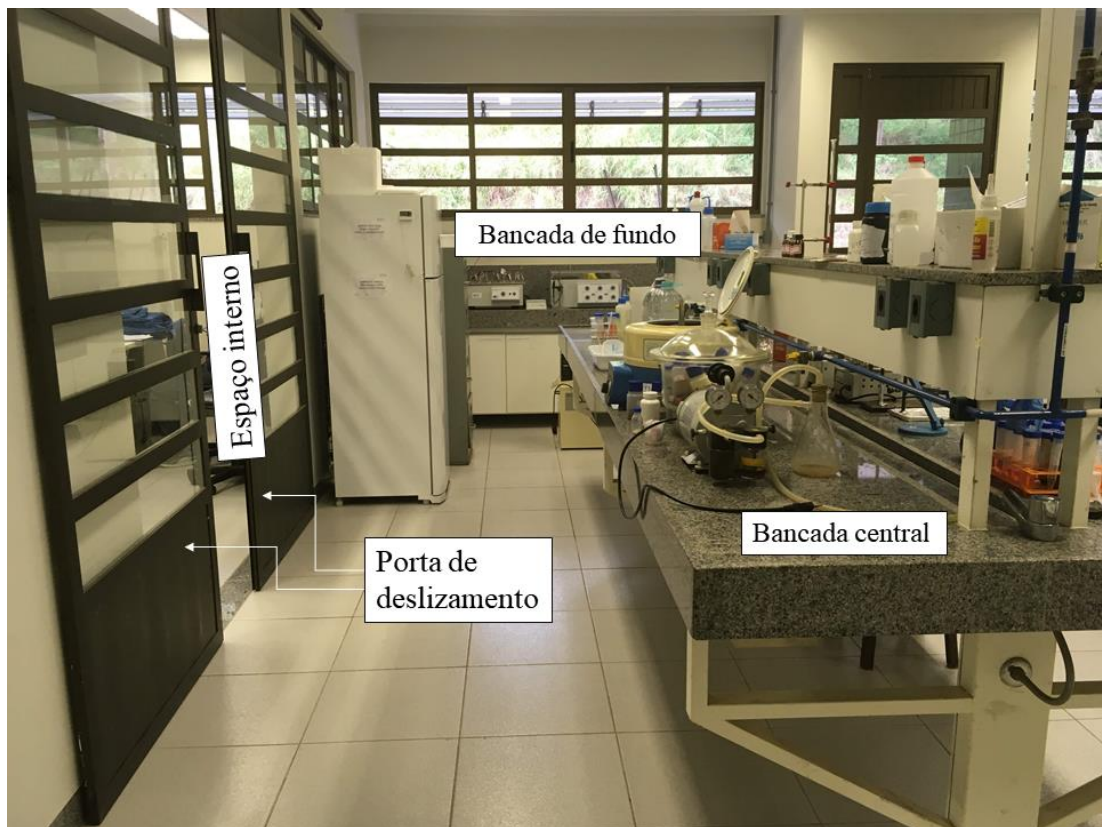
Fonte: A autora.

Com o objetivo de melhor atender ao fluxo de processos proposto e descrito acima, propõe-se alterações no espaço físico do laboratório sede da Unidade Analítica. O *layout* proposto para o laboratório sede é apresentado no Apêndice B, seção *B.2 - Layout proposto para o laboratório sede da Unidade Analítica*.

A alteração sugerida mais importante é o isolamento da área de atividades da Unidade Analítica do espaço restante da sala 224 destinado a outros fins. Este isolamento, pensado no formato de uma divisória, é necessário para tornar possível o controle do espaço físico, das atividades ali desenvolvidas e do acesso de pessoal às dependências do laboratório. Além da divisória entre os laboratórios, uma divisão do próprio espaço da Unidade Analítica é recomendada, para que o recebimento de itens de ensaio seja isolado da área na qual se desenvolve as atividades de laboratório.

Na Figura 5, está apresentado um laboratório com infraestrutura semelhante ao espaço físico dedicado às atividades da Unidade Analítica, a fim de ilustrar a disposição atual do espaço.

Figura 5 - Laboratório que ilustra o espaço físico da Unidade Analítica



Fonte: A autora.

As paredes de alvenaria com a porta de deslizamento são mantidas na estrutura proposta. Dentro do espaço interno à porta de deslizamento, propõe-se a construção de uma nova divisória para que seja criado um espaço destinado somente às atividades



administrativas e de gestão da Unidade Analítica. O outro lado da divisão do espaço é destinado ao armazenamento de itens de ensaio por meio da instalação de geladeiras.

Além das alterações estruturais, propõe-se alterações nos elementos do espaço: a bancada central é substituída por uma bancada localizada na lateral para facilitar o fluxo de trabalho e a movimentação, enquanto a bancada de fundo é mantida. Para o processo proposto, sugere-se que a bancada lateral seja utilizada para o preparo de amostra e a bancada ao fundo para lavagem e demais cuidados com vidrarias e materiais utilizados.

Diante disso, ressalta-se que as alterações propostas são sugestões de melhoria do espaço da Unidade Analítica, tendo como base as atividades que serão ali desenvolvidas. Entretanto, enquanto não seja possível alterar o espaço em questão, as atividades serão executadas no espaço existente apresentado na primeira planta do Apêndice B, com as adaptações possíveis.

Neste cenário, o recebimento de itens de ensaio é restrito à entrada do laboratório, de modo que pessoas não autorizadas não tenham acesso ao espaço de desenvolvimento das atividades. A divisão da área interna entre armazenamento de itens de ensaio e atividades administrativas é colocada em prática por meio da disposição dos itens móveis que compõem o espaço. As atividades de preparo de amostra e cuidado com vidrarias são executadas na bancada central e bancada ao fundo, respectivamente.

Com essas adaptações, a ideia central do fluxo de processos idealizado para a Unidade Analítica é colocada em prática, possibilitando que seja avaliado se o fluxo idealizado se aproxima da realidade de execução das atividades, a fim de validar a fidelidade de sua representação. Por fim, ainda se torna possível a melhor adequação do fluxo, e consequentemente correções nas proposições de alteração do espaço físico, antes que alterações permanentes ao espaço físico sejam implementadas.

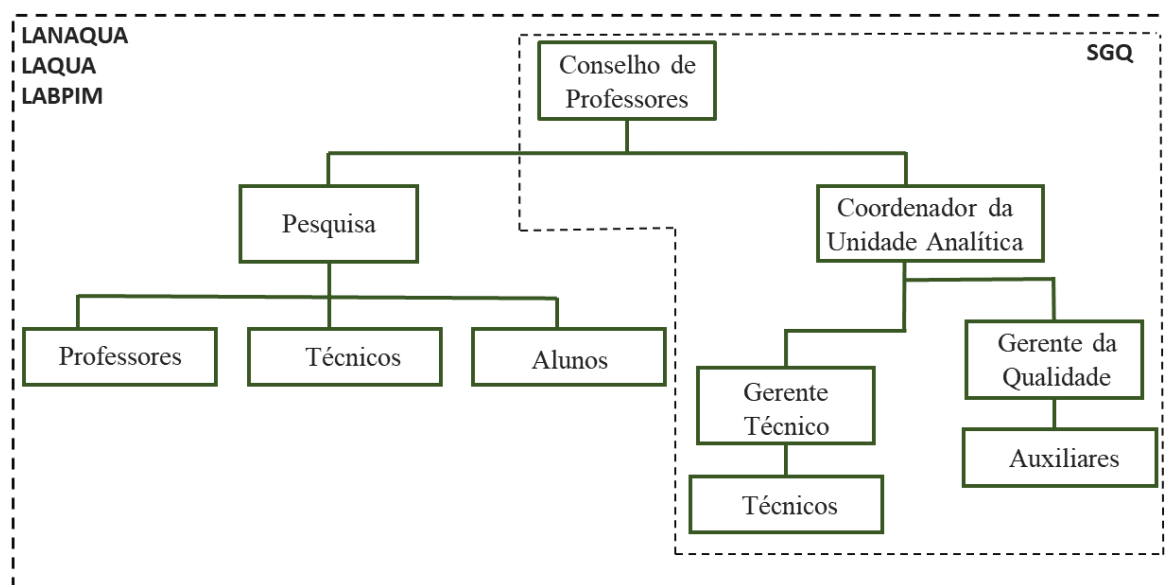
Para ambas as situações apresentadas para uso do espaço físico, com as alterações propostas executadas ou não, a Unidade Analítica segue política de acesso ao seu espaço, que prevê que somente os colaboradores estão autorizados a entrarem em sua sede. Quando autorizado, visitantes devem ser acompanhados, obrigatoriamente, por colaboradores designados durante toda a duração da visita, conforme o procedimento descrito no processo de atendimento ao cliente proposto. O controle é realizado por meio de fechadura digital, de modo que o espaço deve permanecer constantemente trancado. A liberação de chaves e informação da senha vigente, atualizada periodicamente, são registradas e controladas de acordo com as funções atribuídas a cada colaborador.

No caso da Central de Apoio, a Unidade Analítica também realiza o controle do espaço por meio de fechadura digital, com chave e código de acesso e, além dos colaboradores autorizados a acessarem estes espaços, há seleção e controle de demais pessoas que porventura utilizem o espaço e os equipamentos. Essas pessoas são treinadas sob as instruções do SGQ da Unidade Analítica e respondem diretamente ao professor membro do Conselho de Professores responsável pelo espaço. O risco à imparcialidade e às atividades de laboratório atribuído à política de acesso aos espaços utilizados pela Unidade Analítica para desenvolvimento de suas atividades está sob constante monitoramento.

### 3.1.2 Organograma da Unidade Analítica

O organograma da Unidade Analítica está apresentado na Figura 6. É necessário salientar que o organograma aqui descrito e representado diz respeito apenas à organização de pessoal da Unidade Analítica e dos laboratórios aos quais está vinculada. Por estar inserida dentro do Departamento de Química da Universidade Federal de Viçosa, o pessoal da Unidade Analítica responde às hierarquias determinadas pelo organograma da universidade.

Figura 6 - Organograma da Unidade Analítica



Fonte: A autora.

Na posição mais alta do organograma, encontra-se o Conselho de Professores composto pelos professores responsáveis pela Unidade Analítica e suas atividades. O

organograma apresenta a atividade de Pesquisa, uma vez que os professores envolvidos com a Unidade Analítica também coordenam este tipo de atividade. Além disso, determinados equipamentos, localizados na Central de Apoio, são utilizados no desenvolvimento de atividades de pesquisa.

O Conselho de Professores é representado pelo Coordenador da Unidade Analítica. Este cargo é ocupado por um dos professores que compõe o conselho. Todos devem ocupar o cargo em determinado momento, de forma que há troca do coordenador a cada dois anos. O colaborador ocupante do cargo Coordenador da Unidade Analítica é o responsável final e signatário das atividades do laboratório.

A Unidade Analítica possui a Gerência da Qualidade, composta pelo gerente da qualidade e auxiliares. A Gerência da Qualidade é responsável por assegurar que a Unidade Analítica cumpra todos os requisitos exigidos pela referência normativa, por gerir o SGQ e por garantir que os processos que contribuem para a qualidade final dos serviços prestados aconteçam. Para tanto, o cargo de gerente da qualidade, responsável final pelas atribuições do setor, encontra-se hierarquicamente superior ao cargo de gerente técnico, a fim de assegurar a cadeia de responsabilidade das atividades relacionadas à garantia da qualidade e demandas do SGQ. Todos os colaboradores desta gerência são profissionais com competência comprovada e capacitados para executarem suas atribuições.

Além da Gerência da Qualidade, a Unidade Analítica possui a Gerência Técnica, composta pelo gerente técnico e pelos técnicos. A Gerência Técnica é responsável, de modo geral, pelas operações técnicas e pelos processos que envolvem o manuseio de item de ensaio. Todos os colaboradores desta gerência são profissionais com competência comprovada e capacitados para executarem os procedimentos do SGQ da Unidade Analítica e cumprirem com as atividades de laboratório.

A seleção de pessoal pela Unidade Analítica para os cargos de Gerente Técnico, Gerente da Qualidade, técnicos e auxiliares, é realizada, estritamente, por meio de concursos públicos. Os concursos públicos, constando o tempo de duração para exercício do cargo, com possível prorrogação, são convocados conforme os processos de demais concursos da Universidade Federal de Viçosa e buscam atender às necessidades da Unidade Analítica, não tendo periodicidade definida. Sendo assim, para cada concurso, um novo edital é elaborado. O concurso deve ser constituído de etapas teórica e prática. Os requisitos de competência são especificados a cada edital, de acordo com as necessidades da vaga a ser ocupada.

Informações sobre o corpo de colaboradores da Unidade Analítica, a cadeia de responsabilidade entre eles, e demais processos que envolvem os colaboradores estão descritas no procedimento gerencial que aborda os requisitos referentes a “Pessoal”: *PRG-016-01 – Pessoal*.

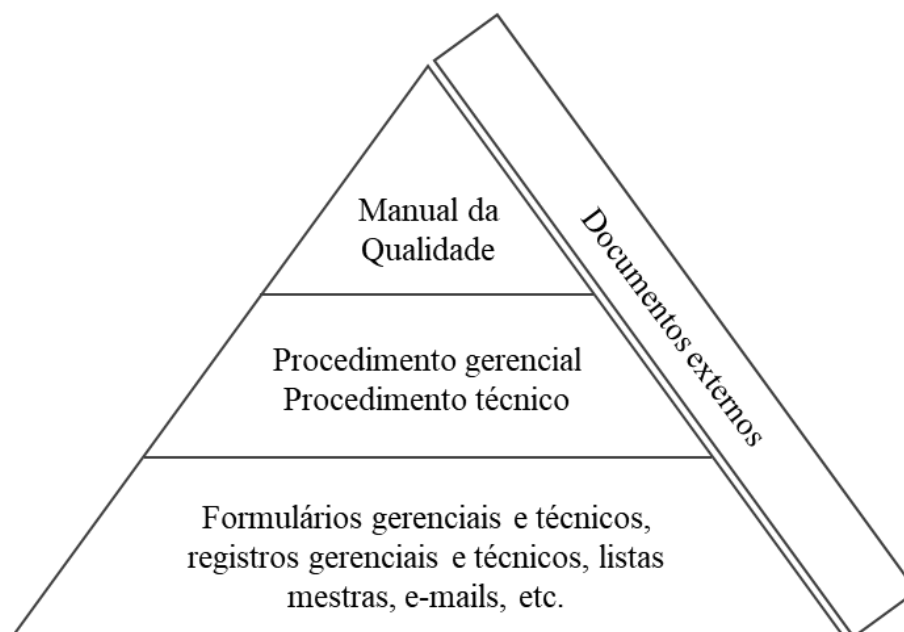
### 3.1.3 Documentação do Sistema de Gestão da Qualidade da Unidade Analítica

A documentação do Sistema de Gestão da Qualidade foi elaborada de acordo com estrutura previamente definida, com o objetivo final de atender aos requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, de modo que exista correlação clara entre os documentos do sistema e os requisitos da norma. Nas próximas seções, é descrito como foi definido o sistema de armazenamento de documentos utilizado para gerir os documentos e as informações da Unidade Analítica.

#### 3.1.3.1 Estrutura do Sistema de Gestão da Qualidade

O Sistema de Gestão da Qualidade da Unidade Analítica foi construído a partir da elaboração de uma série de documentos, estruturados conforme apresentado na Figura 7.

Figura 7 - Estrutura da documentação do Sistema de Gestão da Qualidade



Fonte: A autora.

De acordo com esta estrutura, existe uma relação de hierarquia entre os documentos, sendo o Manual da Qualidade o documento de maior hierarquia do SGQ. Por conter informações referentes à organização da Unidade Analítica e às atividades de laboratório realizadas, estabelecer os vínculos entre documentos e requisitos exigidos pela referência normativa, bem como as políticas adotadas pelo laboratório, decidiu-se por mantê-lo na documentação do SGQ mesmo que a nova versão da norma não exija a sua elaboração.

Abaixo do Manual da Qualidade, no denominado segundo nível hierárquico, estão os procedimentos. Os procedimentos são documentos que descrevem como executar os diversos processos do sistema da Unidade Analítica e são divididos em duas categorias: procedimentos gerenciais e procedimentos técnicos. Os primeiros abordam as atividades relacionadas com a gestão do laboratório, gestão da qualidade e respectivas atividades. O segundo tipo de procedimento tem como objetivo descrever as atividades de cunho técnico executadas no próprio exercício da atividade de laboratório.

Nessa lógica, no terceiro nível hierárquico estão os documentos de registro e armazenamento de informações, sendo eles os formulários e os registros. Assim como os procedimentos, existem duas categorias de formulários e registros: gerenciais e técnicos. Os formulários gerenciais são documentos vinculados aos procedimentos gerenciais e tem como finalidade registrar dados gerados por estas atividades, enquanto os formulários técnicos são vinculados aos procedimentos técnicos e registram os dados gerados pelas atividades técnicas.

Os procedimentos e os formulários se correlacionam de modo que os primeiros descrevem os processos, tornando possível a padronização do modo com que são executados e de como os registros das atividades são elaborados e armazenados, e os segundos se constituem como evidências objetivas da ocorrência dos processos, tornando-se registros a partir do momento que armazenam informação. A sistematização dos registros contribui diretamente para a rastreabilidade dos resultados obtidos pelas atividades de laboratório da Unidade Analítica.

No terceiro nível hierárquico encontram-se as listas mestras que se fizerem necessárias dentro do sistema, além de demais registros de atividades do SGQ, como registros de comunicação interna na forma de *e-mails* trocados entre os colaboradores, entre outros.

Além dos documentos elaborados pela Unidade Analítica, também fazem parte da estrutura do SGQ documentos externos. Os documentos externos são todos os documentos importantes para as atividades de laboratório da Unidade Analítica e que não foram elaborados pela própria Unidade Analítica, como a própria referência normativa (*ABNT NBR*

ISO/IEC 17025:2017) e a norma técnica da SABESP utilizada na elaboração do procedimento analítico em estudo neste trabalho (NTS 010 - *Determinação de ferro total: método da 1,10 fenantrolina*), por exemplo. Eles devem ser identificados como documentos do SGQ, armazenados e disponibilizados conforme os demais.

### 3.1.3.2 Correlação da documentação do SGQ com os requisitos da norma

De modo geral, no SGQ da Unidade Analítica os procedimentos gerenciais descrevem os processos que são implementados com o objetivo de cumprir requisitos da norma, enquanto os procedimentos técnicos descrevem processos de operações técnicas. Na Tabela 12 são indicados qual(is) requisito(s) da norma está relacionado para cada procedimento gerencial do SGQ.

Tabela 12 - Correlação entre documentos do SGQ e ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

<b>Documento</b>	<b>Requisito</b>
MQ-001 - Manual da Qualidade	5
PRG-001 - Controle de documentos e gestão da informação	7.11; 8.2; 8.3; 8.4
PRG-002 - Validação de método	7.2
PRG-003 - Incerteza de medição	7.6
PRG-004 - Garantia da validade de resultados	7.7
PRG-005 - Não conformidade e trabalho não conforme	7.10; 8.6
PRG-006 - Ações corretivas e ações preventivas	8.6; 8.7
PRG-007 - Aquisição de produtos e serviços providos externamente	6.6
PRG-008 - Auditoria interna	8.8
PRG-009 - Análise crítica pela gerência	8.9
PRG-010 - Atendimento ao cliente e reclamações	7.9
PRG-011 - Análise crítica de pedidos, propostas e contratos	7.1
PRG-012 - Gestão de risco e oportunidade	8.5
PRG-013 - Controle de instalações e condições ambientais	6.3
PRG-014 - Manuseio de itens de ensaio	7.4
PRG-015 - Manuseio de equipamentos	6.4
PRG-016 - Pessoal	6.2
PRG-017 - Emissão de resultados	7.8

Com o intuito de facilitar a compreensão entre requisitos e documentos criados para atendê-los, no Apêndice A, seção A.1 - *Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 com indicação dos requisitos*, está apresentada a representação gráfica da norma com a indicação dos números de cada requisito abordado. Ao comparar a representação no Apêndice A com a Tabela 12, é possível ter uma visão geral e mais clara de como o SGQ da Unidade Analítica procura atender às demandas da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017.

Além desta representação gráfica, no Apêndice A, seção A.2 - *Lista mestra dos documentos do SGQ*, está disponibilizada a lista mestra dos documentos do SGQ da Unidade Analítica. Na lista, estão apresentados todos os documentos que compõem o sistema até o momento, agrupados de acordo com a classificação. No texto dos procedimentos estão indicados quais formulários são utilizados para registro das atividades que descrevem, de forma que todos os formulários estão vinculados a demais documentos do sistema.

### **3.1.3.3 Controle de documentos e gestão da informação**

Os documentos do SGQ da Unidade Analítica são criados e armazenados em sistema de armazenamento na nuvem comercial por meio de uma conta eletrônica da Unidade Analítica gerida pelo Conselho de Professores e pelos colaboradores atribuídos aos cargos de Gerente da Qualidade e Gerente Técnico. Este sistema permite que os documentos sejam armazenados na nuvem, evitando que a Unidade Analítica perca documentos e informações de seu SGQ por danos em seus equipamentos de informática. Além do armazenamento na nuvem, a Unidade Analítica realiza periodicamente *backup* de todos os documentos do SGQ em um HD externo.

O sistema de armazenamento na nuvem utilizado possui uma função de rastreamento de alterações nos documentos armazenados. Este rastreamento permite verificar quando e por quem as alterações foram feitas, além de permitir acesso a versões anteriores dos documentos e a comparação entre as diferentes versões do documento.

Este sistema permite que os documentos sejam compartilhados apenas para visualização ou também para edição. Com este recurso, a pasta de documentos do SGQ é compartilhada para visualização de todos os colaboradores da Unidade Analítica e a edição de determinados formulários é autorizada para colaboradores específicos, levando em consideração suas responsabilidades.

O compartilhamento é feito por meio de convites via *e-mail* para cada colaborador e o acesso é dado com prazo de validade. Este prazo é estipulado de acordo com a situação do colaborador na Unidade Analítica e pode ser renovado quantas vezes for necessário.

Cada documento possui senha para leitura, que é de conhecimento de todos os colaboradores, e senha para edição que é de conhecimento apenas dos responsáveis e colaboradores autorizados. Com estas senhas, objetiva-se que apenas os envolvidos com as atividades da Unidade Analítica tenham acesso aos documentos e que somente pessoal autorizado edite os documentos.

Todos os colaboradores da Unidade Analítica devem assinar o termo de imparcialidade e confidencialidade, comprometendo-se com o sigilo de informações que chegam até a Unidade Analítica, informações geradas por meio das atividades de laboratório e informações fundamentais para seu funcionamento, como as senhas citadas acima. Ainda assim, o risco à imparcialidade atribuído ao sistema de controle e gestão da informação é sempre monitorado pela Unidade Analítica.

Os documentos do SGQ da Unidade Analítica estão organizados em pastas no sistema de armazenamento na nuvem. Dentro da pasta “Unidade Analítica” encontram-se subpastas de acordo com sua função no sistema: “Documentos em elaboração” para aqueles documentos que ainda estão em fase de elaboração, verificação e aprovação; “Documentos do SGQ” para documentos ativos no sistema, ou seja, todas as versões atualizadas de cada documento; “Documentos obsoletos” para armazenamento de todas as versões de documentos que foram substituídas por novas versões; “Armazenamento de registros”, para registros de anos anteriores ao ano vigente. A interface deste sistema pode ser observada na Figura 8.

Figura 8 - Interface do sistema de armazenamento na nuvem com as principais pastas do SGQ

Arquivos > Unidade Analítica 

 Nome ↑ ↓	Modificada ↓	Compartilhado com	Tamanho ↓
 Armazenamento de registros	16 de abr	 Compartilhado	
 Documentos do SGQ	20 de fev de 2018	 Compartilhado	938 KB
 Documentos em elaboração	15 de abr	 Compartilhado	4,15 MB
 Documentos obsoletos	5 de fev de 2018	 Compartilhado	962 KB

Fonte: Sistema de armazenamento na nuvem comercial.



Na pasta “Documentos em elaboração” encontram-se as pastas: “Elaboração”, “Verificação”, “Aprovação” e “Registros em aberto”. O processo de elaboração de documentos do SGQ obedece às etapas de elaboração, verificação e aprovação; logo, o armazenamento de documentos em criação deve ser realizado na respectiva pasta, de acordo com a etapa em que o documento se encontra.

A pasta “Registros em aberto” é destinada ao armazenamento de registros de determinados processos que, dada a sua natureza, não são concluídos no mesmo dia, fazendo com que o registro da atividade também não seja encerrado no mesmo dia em que é aberto. Um exemplo é a abertura de registro de não conformidade que só deve ser encerrado quando as ações propostas para solucionar a(s) causa(s) encontrada(s) forem concluídas; portanto, nesse período, o registro deve ficar armazenado nesta pasta. Na Figura 9 é apresentada essa disposição.

Figura 9 - Abertura da pasta "Documentos em elaboração"

Arquivos > Unidade Analítica > Documentos em elaboração <sup>RA</sup>

Nome ↑ ↓	Modificada ↓	Compartilhado com	Tamanho ↓
[1] Elaboração	15 de abr	<sup>RA</sup> Compartilhado	2,12 MB
[2] Verificação	19 de jun	<sup>RA</sup> Compartilhado	510 KB
[3] Aprovação	15 de abr	<sup>RA</sup> Compartilhado	1,22 MB
[4] Registros em aberto	15 de ago	<sup>RA</sup> Compartilhado	297 KB

Fonte: Sistema de armazenamento na nuvem comercial.

Todos os documentos ativos do SGQ são arquivados na pasta nomeada “Documentos do SGQ” que possui, por sua vez, subpastas contendo os procedimentos gerenciais e técnicos, os formulários gerenciais e técnicos, as listas mestras, os registros gerenciais e técnicos, documentos externos e documentos do pessoal. Cada subpasta recebe o nome do tipo de documento que armazena. Na Figura 10 é apresentada essa disposição.

Informações sobre o processo de elaboração, verificação e aprovação de documentos, incluindo formatação e codificação dos mesmos, estão descritas no documento *PRG-001-01 – Controle de documentos e gestão da informação*. Este documento também contém informações sobre o correto manuseio e controle de registros do sistema, documentos externos, documentos impressos e procedimentos para correto compartilhamento e uso de senhas para proteção nos documentos.

Figura 10 - Abertura da pasta "Documentos do SGQ"

Arquivos > Unidade Analítica > Documentos do SGQ 

 Nome ↑ ↓	Modificada ↓	Compartilhado com	Tamanho ↓
 Documentos externos	15 de abr	 Compartilhado	759 KB
 Formulários Gerenciais (FRG)	15 de abr	 Compartilhado	
 Formulários Técnicos (FRT)	15 de abr	 Compartilhado	143 KB
 Listas Mestras (LM)	5 de fev de 2018	 Compartilhado	
 Pessoal	7 de fev de 2018	 Compartilhado	
 Procedimentos gerenciais (PRG)	5 de fev de 2018	 Compartilhado	
 Procedimentos técnicos (PRT)	5 de fev de 2018	 Compartilhado	36,3 KB
 Registros Gerenciais	15 de abr	 Compartilhado	
 Registros Técnicos	15 de abr	 Compartilhado	

Fonte: Sistema de armazenamento na nuvem comercial.

### 3.1.3.4 Banco de dados sobre recursos consumíveis e equipamentos

Além dos documentos citados, elaborados a fim de atender aos requisitos da referência normativa, foi pensado em um banco de dados sobre os recursos consumíveis do laboratório e os equipamentos. O banco de dados foi criado no programa Access® e incorporado ao sistema como o formulário gerencial *FRG-022-01 – Recursos consumíveis e equipamentos*. O programa armazena dados sobre os reagentes, as vidrarias e os equipamentos da Unidade Analítica.

Para o controle de reagentes, ainda em elaboração, o programa armazena dados sobre o preparo de soluções, sendo que os registros do preparo de soluções devem ser transcritos para o programa que, automaticamente, atualiza a quantidade de reagente disponível. Para controle das vidrarias, o programa permite a entrada de dados sobre quebra de vidrarias, subtraindo do saldo de cada vidraria a quantidade quebrada. O programa permite, ainda, o armazenamento de certificados de calibração criando, assim, um histórico de calibrações de todos os equipamentos do laboratório registrados no programa.

## **3.2 ITEM DE ENSAIO RECEBIDO E PROCESSOS ESSENCIAIS PARA A PRODUÇÃO DE RESULTADOS CONFIÁVEIS**

Processos tidos como essenciais para a produção de resultados confiáveis, incluindo aqueles de garantia da validade do resultado, tiveram seus respectivos procedimentos, elaborados para a Unidade Analítica, testados. A partir disso, as atividades puderam ser registradas em documentos destinados a esta finalidade com o intuito principal de melhorar os processos elaborados.

A seguir, encontram-se os resultados obtidos para os processos de validação de método, cálculo de incerteza de medição e garantia da validade do resultado testados. Além disso, também é descrito o processo de recebimento de item de ensaio pela Unidade Analítica, a partir de uma amostra-teste.

### **3.2.1 Validação de método**

O procedimento analítico selecionado para testar o procedimento para validação de método compõe, atualmente, o quadro de ensaio da Unidade Analítica: “Determinação de ferro total em água – Método da 1,10-fenantrolina”. Como descrito na seção 2.2.1 – *Procedimento analítico*, o procedimento analítico estudado foi baseado na *Norma Técnica SABESP – NTS 010 - Determinação de ferro total: método da 1,10-fenantrolina* (SABESP, 2001).

O intuito da validação do método, nesse primeiro momento, é aplicar o procedimento elaborado e utilizar demais documentos, a fim de melhor estruturar os processos da Unidade Analítica.

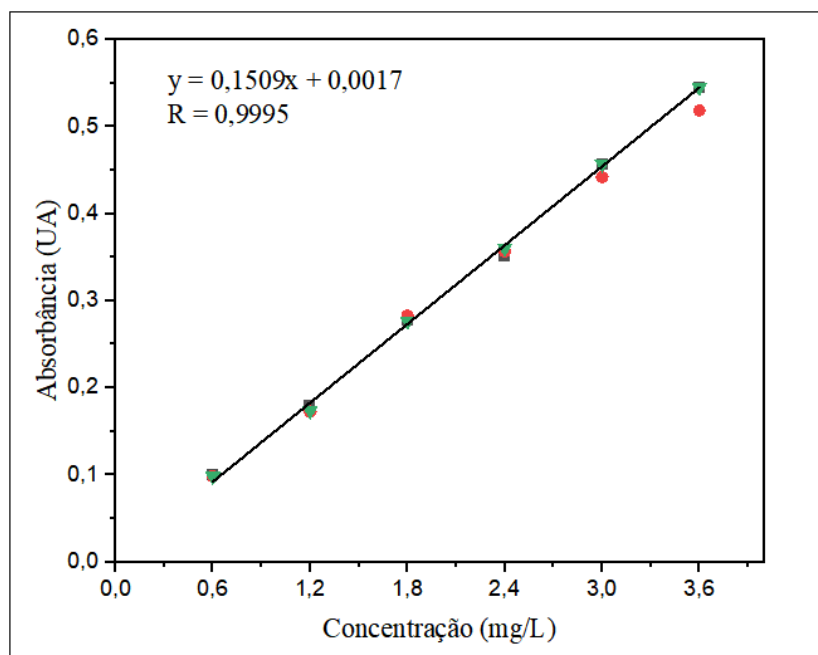
Os resultados obtidos para os estudos de validação de método foram calculados na planilha elaborada para o sistema de gestão e identificada como o formulário técnico *FRT-003-01 – Validação de método*. Os resultados obtidos pela planilha foram validados a partir do cálculo manual com auxílio de calculadora. Imagens das telas de cálculo dessa planilha estão apresentadas no Apêndice D.

### 3.2.1.1 Faixa de trabalho e linearidade

A faixa de trabalho foi definida de acordo com a Portaria 2914/2011 do Ministério da Saúde. A recomendação seguida para definição do valor central da faixa de trabalho foi aquela apresentada no Artigo 39 desta mesma Portaria que diz: em situações em que “os elementos ferro e manganês estejam complexados com produtos químicos comprovadamente de baixo risco à saúde” e “(...) os demais parâmetros do padrão de potabilidade não sejam violados”, as concentrações de ferro não devem ultrapassar 2,4 mg/L.

Portanto, o valor central da faixa de trabalho é 2,4 mg/L. Sendo assim, os níveis de concentração da faixa de trabalho são: 0,60; 1,20; 1,80; 2,40; 3,00 e 3,60 mg/L. Na Figura 11, está apresentada a curva analítica em solvente obtida pelo procedimento analítico estudado a partir de leituras no Espectrofotômetro UV-VIS.

Figura 11 - Curva analítica em solvente obtida pelo método de determinação de ferro total em água

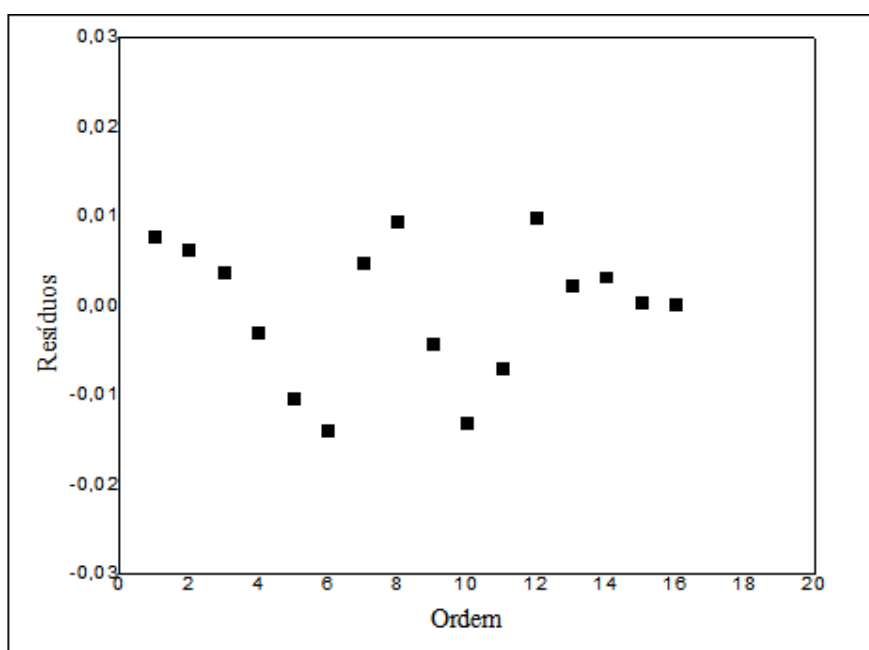


Os dados obtidos a partir das leituras de cada nível de concentração foram ajustados ao modelo linear, e a partir do ajuste, obteve-se, assim, inclinação da curva analítica (a) igual a 0,1509 e intercepto da curva analítica (b) igual a 0,0017. O coeficiente de correlação de Pearson (r) encontrado foi de 0,9995. Portanto, de acordo com o primeiro critério para

avaliação da linearidade, apresentado na seção 2.2.2 – *Validação de método/Faixa de trabalho e linearidade*, esta curva analítica apresenta linearidade satisfatória.

O segundo critério utilizado avalia o comportamento dos resíduos. Na Figura 12 é possível observar o gráfico de dispersão dos resíduos calculados para cada nível de concentração da curva analítica em estudo. A partir da avaliação visual da Figura 12, observa-se que a dispersão dos resíduos não apresenta padrão de comportamento tendencioso, mas sim comportamento aleatório.

Figura 12 - Resíduos da curva analítica obtida pelo método de determinação de ferro total em água



Outra avaliação dos resíduos foi realizada a partir da aplicação do teste estatístico de Shapiro-Wilk, cujo resultado está apresentado na Tabela 13.

Tabela 13 - Teste estatístico de Shapiro-Wilk aplicado para testar a hipótese de distribuição normal dos resíduos da curva analítica em solvente em estudo

Teste	Hipóteses	Valor calculado	Valor tabelado	Conclusão
Shapiro-Wilk	H <sub>0</sub> : DN H <sub>a</sub> : NDN	0,935	0,887	A hipótese H <sub>0</sub> não deve ser rejeitada. Logo, conclui-se que o conjunto de dados apresenta distribuição normal.

\* DN: O conjunto de dados estudados possui distribuição normal.

DNN: O conjunto de dados estudado não possui distribuição normal.

Com a aplicação do teste estatístico, entende-se que o conjunto de dados estudados, no caso os resíduos calculados para cada medição da curva analítica em solvente, apresenta distribuição normal. A partir deste resultado, entende-se que o conjunto de dados apresenta comportamento aleatório, corroborando o resultado obtido com a análise visual do gráfico de dispersão dos resíduos. Com isso, a curva analítica apresenta linearidade satisfatória de acordo com o segundo critério utilizado para avaliar a linearidade.

Dito isso, conclui-se que o método de determinação de ferro total em água apresenta linearidade satisfatória para a faixa de trabalho escolhida.

### **3.2.1.2 Limite de detecção e limite de quantificação**

Os limites de detecção e quantificação foram calculados para a curva analítica preparada para estudo da linearidade, sendo a inclinação da curva analítica,  $a = 0,1509$  ( $n=3$ ), utilizado nestes cálculos. O desvio-padrão da resposta do menor nível de concentração corresponde ao desvio-padrão para as três leituras da solução de concentração  $0,60$  mg/L. O valor encontrado foi  $s = 0,0020$ . Sendo assim, os valores encontrados para os limites foram:

$$LD = 0,04 \text{ mg/L}$$

$$LQ = 0,13 \text{ mg/L}$$

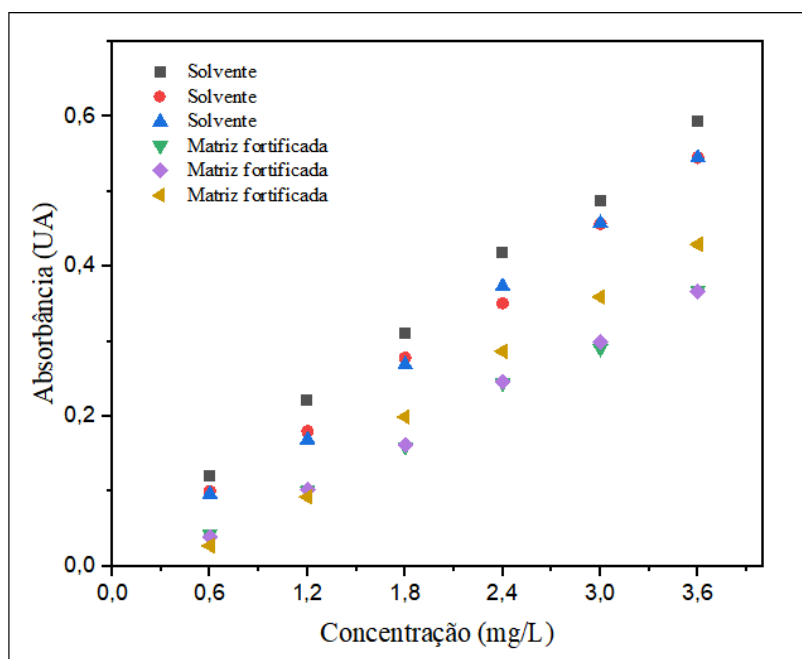
Para a escolha da faixa linear de trabalho, tem-se como fator limitante para o menor nível de concentração da curva analítica o limite de quantificação calculado. A partir desse valor determinado, conclui-se que a faixa de trabalho escolhida foi definida com valores superiores ao LQ calculado e, conseqüentemente, trabalha com valores que são quantificáveis com precisão e exatidão aceitáveis.

### **3.2.1.3 Estudo de efeito matriz**

A curva analítica em água de torneira (curva analítica em matriz branca fortificada) foi preparada na mesma faixa de trabalho da curva analítica em solvente; logo, os níveis de concentração da curva são:  $0,60 - 3,60$  mg/L. Na Figura 13 estão apresentadas as curvas analíticas em solvente (água deionizada) e em matriz branca fortificada (água de torneira)

obtida pelo procedimento analítico estudado a partir de leituras no Espectrofotômetro UV-VIS.

Figura 13 - Curva analítica em solvente e em matriz branca fortificada obtida pelo método de determinação de ferro total em água



Conforme descrito na seção 2.2.2 – *Validação de método/Estudo de efeito matriz*, três inclinações da curva analítica, a partir de três leituras de cada nível de concentração, foram calculados para cada uma das curvas. Os resultados dos testes aplicados estão apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Testes estatísticos aplicados para coeficientes angulares das curvas analíticas em solvente (1) e em matriz branca fortificada (2)

Teste	Hipóteses	Valor calculado	Valor tabelado	Conclusão
Teste F	$H_0: s^2_1 = s^2_2$ $H_a: s^2_1 \neq s^2_2$	23	19	A hipótese $H_0$ deve ser rejeitada. Logo, conclui-se que as variâncias diferem estatisticamente.

Tabela 14 - Testes estatísticos aplicados para coeficientes angulares das curvas analíticas em solvente (1) e em matriz branca fortificada (2)

Teste	Hipóteses	Valor calculado	Valor tabelado	Conclusão
Teste t de Student	$H_0: a_1 = a_2$ $H_a: a_1 \neq a_2$	3,44	4,30	A hipótese $H_0$ não deve ser rejeitada. Logo, conclui-se que as médias não diferem estatisticamente.

Calculado pela planilha *FRT-003-01 – Validação de método – Apêndice D*

Com a aplicação do teste F, entende-se que as variâncias dos conjuntos de inclinações das curvas analíticas estudadas diferem estatisticamente. Com a aplicação do teste t de Student para conjunto de dados cujas variâncias são estatisticamente iguais, entende-se que a média entre os conjuntos de inclinações das curvas analíticas estudadas não diferem significativamente.

A partir desse resultado, entende-se que não há efeito matriz quando se compara curva analítica preparada em solvente e em matriz branca fortificada. Desse modo, a matriz estudada não interfere significativamente no resultado de medição obtido ao executar o procedimento analítico em estudo.

Este estudo deve ser realizado com todos os tipos de matriz que o laboratório pretende aceitar para realizar ensaios.

#### 3.2.1.4 Veracidade, repetibilidade e precisão intermediária

Os estudos de veracidade, repetibilidade e precisão intermediária foram realizados em curva analítica em solvente. Na seção 2.2.2 – *Validação de método/Veracidade; Repetibilidade; Precisão intermediária* encontram-se as informações sobre cada um dos estudos, as equações utilizadas e os critérios adotados para avaliação. Na Tabela 15 estão os resultados obtidos para cada um desses estudos.



Tabela 15 - Resultados dos estudos de veracidade, repetibilidade e precisão intermediária em curva analítica em solvente

Nível de concentração (mg/L)	Veracidade (n = 6)			Repetibilidade (n = 6)			Precisão intermediária (n=18)
	% Recuperação			DPR (%)			DPR (%)
0,60	103	<b>64</b>	90	10	<b>30</b>	4	<b>26</b>
2,40	103	95	94	4	2	1	5
3,60	99	87	95	6	5	2	7

Calculado pela planilha *FRT-003-01 – Validação de método – Apêndice D*

De acordo com os critérios utilizados para avaliação das características de desempenho em estudo, tem-se que os resultados obtidos para veracidade e repetibilidade foram satisfatórios, exceto para o nível 0,60 mg/L, em que apresentou recuperação e repetibilidade insatisfatórias no segundo dia de validação. Conseqüentemente, a precisão intermediária para esta concentração também obteve resultado insatisfatório.

Como apenas o segundo dia apresenta valores discrepantes, entende-se que o experimento conduzido no segundo dia apresentou erros isolados. Conclui-se que os resultados obtidos para as características de desempenho avaliadas, de acordo com o procedimento proposto para validação de método da Unidade Analítica, apresentaram-se majoritariamente satisfatórios nas condições em que o estudo foi realizado.

Ressalta-se que a produção de resultados confiáveis em estudos de validação de métodos é assegurada pelo uso de materiais de referência certificados. Entretanto, como dito anteriormente, os resultados são aqui avaliados com o objetivo de testar as etapas do procedimento de validação e as respectivas funcionalidades, que, portanto, se apresentaram satisfatórias com subsequente aprovação do procedimento gerencial *PRG-002-01 – Validação de método*.

### 3.2.2 Recebimento de item de ensaio: resultado e incerteza de medição

A Unidade Analítica recebeu um item de ensaio, a amostra-teste, para ser analisado segundo o procedimento analítico estudado na validação de método. A Unidade Analítica não se responsabilizou pela amostragem do mesmo e realizou análise crítica do material recebido.

O item de ensaio seguiu o fluxo de processos proposto para as atividades de laboratório da Unidade Analítica, descrito na seção 3.1.1 – *Infraestrutura da Unidade Analítica e fluxo de processos*, e o procedimento elaborado para o processo de manuseio de item de ensaio descrito no documento PRG-014-01 – *Manuseio de itens de ensaio*. Este item foi recebido pela Unidade Analítica, analisado criticamente e, uma vez aprovado, codificado, de modo que o código atribuído a ele foi: AM-1910-001.

### **3.2.2.1 Ensaio do item AM-1910-001**

Como processo de garantia da validade do resultado, foi proposto que os ensaios realizados na Unidade Analítica sejam analisados em duplicata sempre que a quantidade de material recebido permitir e nenhuma análise for comprometida. Neste caso, a quantidade de material recebida foi suficiente para o ensaio em duplicata. Desse modo, as replicatas foram preparadas e seguiram o mesmo procedimento analítico simultaneamente.

Além das replicatas, foi preparada uma curva analítica em solvente associada ao ensaio em desenvolvimento e utilizada para cálculo das concentrações de ferro nas amostras. O uso da curva analítica em solvente, em detrimento da curva analítica preparada na mesma matriz da amostra recebida, é justificado pela divergência entre a matriz da amostra recebida e a matriz utilizada no estudo de efeito de matriz na validação de método do procedimento analítico, sendo a primeira água de lagoa de captação e a segunda, água de torneira. A divergência, por sua vez, é tolerada dado que o objetivo principal do trabalho é avaliar a funcionalidade dos procedimentos propostos para processos tidos como essenciais e o recebimento de uma amostra-teste é etapa importante para tal objetivo. Ressalta-se, novamente, que para um escopo de um SGQ devidamente implementado, são aceitas para análise somente amostras cujas matrizes foram estudadas na validação do método pelo laboratório.

De acordo com o fluxo de processos apresentado na seção 3.1.1 – *Infraestrutura da Unidade Analítica e fluxo de processos*, foram vinculados ao item de ensaio AM-1910-001 três documentos: o registro da análise crítica do item no momento que o mesmo foi recebido pela Unidade Analítica; o registro do ensaio da amostra AM-1910-001, em versão impressa e versão eletrônica; e o relatório de ensaio com o resultado obtido no ensaio a ser entregue ao solicitante.

Os valores encontrados para cada replicata são avaliados de acordo com o valor encontrado para o limite de precisão, como discutido na seção 2.2.4 – *Garantia da validade do resultado/Ensaios replicados*. Sendo assim, o desvio-padrão do ensaio ( $s_1$ ) é igual a 0,0557, fornecendo um limite de precisão ( $r$ ) igual a 0,16.

A diferença entre os valores encontrados para a replicata 1 (0,79 mg/L) e para a replicata 2 (0,87 mg/L) é inferior ao limite de precisão ( $r$ ) para este ensaio. Logo, pelo critério do limite de precisão, as replicatas estão aprovadas e o resultado deve ser dado pela média dos resultados obtidos para cada uma delas. Sendo assim, o resultado do ensaio para o item AM-1910-001 é 0,83 mg/L de ferro total.

### 3.2.2.2 Incerteza de medição

O cálculo da incerteza de medição para ensaios de “Determinação de ferro total em água” segue a metodologia apresentada na seção 2.2.3 – *Incerteza de medição*. Sendo assim, o primeiro passo foi a definição da equação do mensurando apresentada na Equação 15:

$$C = c_o \cdot \text{precisão} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] \quad \text{Equação 15}$$

De acordo com a equação do mensurando, são fontes de incerteza para o resultado obtido a concentração obtida a partir da curva analítica ( $c_o$ ) e a precisão do método. A equação do mensurando foi definida com base no cálculo do resultado obtido a partir da curva analítica, sem demais fatores, uma vez que o procedimento analítico seguido para cada replicata analisada é o mesmo de preparo da curva analítica.

A incerteza padrão da curva analítica ( $u(c_o)$ ) é calculada a partir das Equações 16, 17 e 18:

$$u(c_o) = \frac{s}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_o - c')^2}{s_{xx}}} \quad \text{Equação 16}$$

Em que:

A: resposta medida para cada padrão;

B1: coeficiente angular da curva analítica;

B0: coeficiente linear;

- $c'$ : concentração média dos padrões;  
 $c$ : concentração de cada padrão;  
 $n$ : número total de medições;  
 $c_o$ : concentração da amostra analisada;  
 $p$ : número medições para determinar  $c_o$ .

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B1 * c_j + B0)]^2}{n - 2}} \quad \text{Equação 17}$$

$s$ : desvio-padrão residual da reta

$$sxx = \sum_{j=1}^n (c_j - c')^2 \quad \text{Equação 18}$$

$sxx$ : somatório das diferenças quadráticas

A incerteza padrão da precisão ( $u_{prec}$ ) é dada pelo desvio-padrão relativo obtido pelo estudo de precisão intermediária, no processo de validação de método. Para tanto, foi adotado o desvio-padrão relativo do nível de concentração 3,60 mg/L, uma vez que este foi o maior valor entre os valores aprovados, entendendo-se que é o mais adequado para uso na incerteza de medição por ter maior margem de variação.

Sendo assim, tem-se que a incerteza padrão da curva analítica para este ensaio é:  $u(c_o) = 0,009$  mg/L; e a incerteza padrão para a precisão é:  $u_{prec} = 0,0727$ .

A partir da incerteza padrão de cada fonte de incerteza, deve-se calcular a incerteza padrão combinada. As fontes de incerteza são não correlacionadas e, como a equação do mensurando apresenta, o resultado é dado pela multiplicação delas. Logo, para calcular a incerteza combinada deve-se usar a Regra B apresentada na Equação 19:

$$u_c = C \sqrt{\left(\frac{u(c_o)}{c_o}\right)^2 + \left(\frac{u_{prec}}{prec}\right)^2} \quad \text{Equação 19}$$

Em que:

C: concentração para a qual se calcula a incerteza de medição (resultado final);  
 $c_o$ : concentração obtida pela curva analítica;  
 prec: precisão do método = 1.

Os valores obtidos para C e  $c_o$  são iguais, uma vez que o valor da concentração corresponde ao valor obtido pela curva analítica conforme apresentado pela Equação 15, sendo a precisão do método igual a 1, e para o item de ensaio AM-1019-001 corresponde a 0,83 mg/L. Sendo assim, o valor encontrado para incerteza combinada foi:  $u_c = 0,0610$  mg/L.

A incerteza expandida (U) é calculada a partir da Equação 20.

$$U = k u_c \quad \text{Equação 20}$$

Em que:

k: fator de abrangência tabelado e função do grau de liberdade efetivo e do nível de confiança.

O fator de abrangência (k) é função do grau de liberdade efetivo e do nível de confiança. O grau de liberdade efetivo é calculado conforme Equação 21.

$$\nu_{eff} = \frac{u_c^4}{\frac{(c_{co}u_{co})^4}{\nu_{co}} + \frac{(c_{prec}u_{prec})^4}{\nu_{prec}}} \quad \text{Equação 21}$$

Em que:

$c_{co}$ : coeficiente de sensibilidade em relação a  $c_o$ ;

$c_{prec}$ : coeficiente de sensibilidade em relação a prec;

$\nu_{co}$ : grau de liberdade para a regressão = n-2, sendo n número de medições independentes para determinar a regressão;

$\nu_{prec}$ : grau de liberdade para a precisão = n-1, sendo n número de medições independentes para determinar a precisão.

Os coeficientes de sensibilidade são derivadas parciais que descrevem a variação da estimativa de saída (chamada de y) a partir de pequenas alterações nos valores das estimativas

de entrada (chamada de  $x$ ). Os cálculos dos coeficientes de sensibilidade para a regressão e para a precisão estão apresentados a seguir:

Coeficiente de sensibilidade  $c_{co}$

$$c_{co} = \frac{\partial C}{\partial c_o}$$

$$c_{co} = \frac{\partial(c_o \cdot \text{precisão})}{\partial c_o}$$

$$c_{co} = \text{precisão}$$

$$c_{co} = 1$$

Coeficiente de sensibilidade  $c_{prec}$

$$c_{prec} = \frac{\partial C}{\partial \text{prec}}$$

$$c_{prec} = \frac{\partial(c_o \cdot \text{precisão})}{\partial \text{prec}}$$

$$c_{prec} = c_o$$

Para a regressão, o número de medições independentes é 18, sendo 6 níveis de concentração e 3 leituras para cada nível. Dessa forma, o grau de liberdade da regressão é 16. Para a precisão, o conjunto de dados para determinar o desvio-padrão relativo da precisão intermediária é de 18 medições independentes. Logo, o grau de liberdade da precisão é 17. A partir desses cálculos e informações, tem-se que o grau de liberdade efetivo ( $v_{\text{eff}}$ ) é 18.

O fator de abrangência ( $k$ ) é tabelado. O nível de confiança adotado é 95%. Portanto, para grau de liberdade efetivo igual a 18, a 95% de confiança, o fator de abrangência  $k$  é igual 2,10. Foi utilizada a Tabela G2 do ISO GUM (2008).

Portanto, a incerteza expandida calculada para este ensaio é 0,13 mg/L. A incerteza de medição foi calculada pela planilha correspondente ao formulário técnico *FRT-002-01 – Determinação de ferro total em água*. Imagens da tela de cálculo desta planilha estão apresentadas no Apêndice D.

O resultado é relatado conforme ilustrado abaixo:

$$C = c_o \pm U \left[ \frac{mg}{l} \right]$$

Para este ensaio, com a amostra-teste, a correta representação do mesmo com a incerteza de medição calculada seria:

$$C = 0,83 \pm 0,13 \left[ \frac{mg}{l} \right]$$

### **3.2.3 Garantia da validade dos resultados**

Os procedimentos de garantia da validade do resultado propostos para a Unidade Analítica neste momento foram os ensaios replicados e a checagem de equipamentos. O procedimento para aplicação de ensaios replicados foi demonstrado com o ensaio do item AM-1910-001, apresentado na seção 3.2.2 – *Recebimento de item de ensaio: resultado e incerteza de medição*. O procedimento para checagem de equipamentos proposto também foi testado, considerando que os processos de garantia da validade do resultado são tidos como essenciais para a produção de resultados confiáveis.

#### **3.2.3.1 Checagem de equipamentos**

A checagem de equipamentos é um processo de garantia da validade do resultado que tem como objetivo monitorar a resposta de equipamentos para medições críticas em procedimento analítico. Assim, por meio da checagem, laboratórios visam assegurar que equipamentos utilizados em medições para produção de resultados estão operando em condições adequadas de trabalho.

Uma vez que o procedimento para checagem de equipamento foi testado sem utilizar materiais de referência certificados e sem ter os equipamentos envolvidos calibrados, os resultados obtidos a partir da execução dos procedimentos foram analisados com o objetivo principal de conhecer a resposta dos equipamentos utilizados para determinadas medições, dentro das condições de realização do estudo.

Para tanto, foram construídas cartas controle X-barra e R com os dados coletados para cada equipamento, em cada condição, para facilitar a compreensão das oscilações das respostas dos equipamentos. As cartas controle estão apresentadas a seguir.

##### **3.2.3.1.1 Balança analítica**

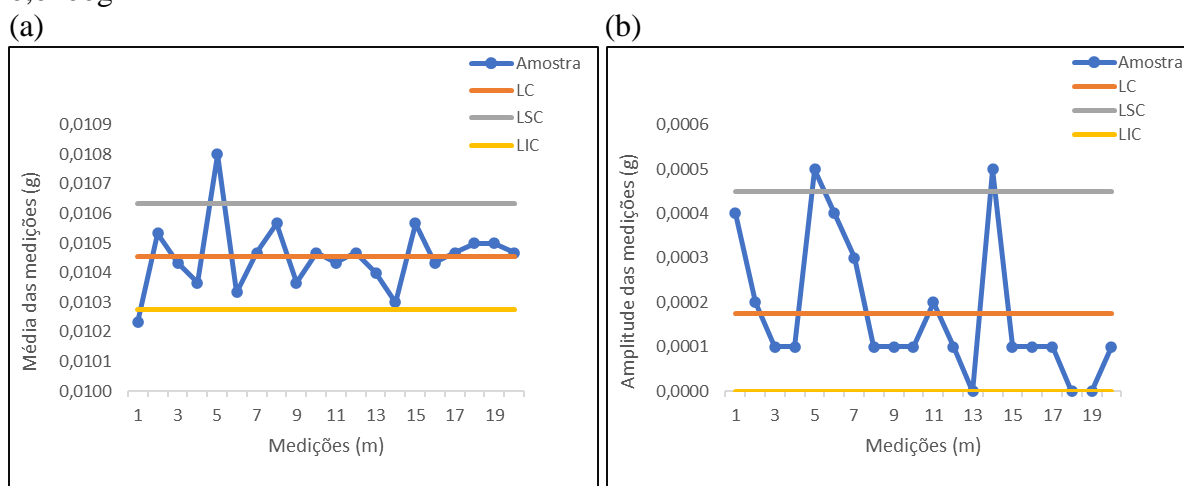
Para a balança analítica, pode-se ver na Tabela 16 os principais parâmetros de todas as cartas controle para todas as medições verificadas. Na Figura 14, estão apresentadas as cartas controle elaboradas para o peso 0,0100 g, uma vez que esta é a medição mais próxima do valor a ser pesado de cloreto de ferro (III) para preparo da solução estoque. Demais cartas

controle da balança analítica estão disponíveis no Apêndice E, seção *E.1 – Cartas controle da balança analítica*.

Tabela 16 - Parâmetros das cartas controle da balança analítica

Peso verificado	Carta X-barra				Carta R			
	Média	LC	LSC	LIC	Amplitude média	LC	LSC	LIC
0,5000 g	0,4970	0,4970	0,4971	0,4968	0,0001	0,0001	0,0003	0,0000
0,1000 g	0,1063	0,1063	0,1064	0,1061	0,0001	0,0001	0,0004	0,0000
0,0500 g	0,0508	0,0508	0,0510	0,0506	0,0002	0,0002	0,0004	0,0000
0,0200 g	0,0201	0,0201	0,0202	0,0199	0,0002	0,0002	0,0005	0,0000
0,0100 g	0,0105	0,0105	0,0106	0,0103	0,0002	0,0002	0,0005	0,0000

Figura 14 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem da balança analítica no peso 0,0100g



Fonte: Excel ®

Observando as cartas controle apresentadas acima, é possível notar que a maior parte das médias das respostas obtidas para as pesagens se manteve entre os limites de controle. Para a carta R, as amplitudes (diferenças entre os extremos de uma medição) também se mantiveram, na grande maioria, entre os limites de controle. Nota-se ainda que pontos fora dos limites de uma carta apresentam comportamento similar na outra carta, podendo um justificar o outro e, por sua vez, serem justificados por erros isolados de alguma medição. As cartas controle para demais pesos verificados apresentam comportamento semelhante.



Sobre os valores obtidos, tem-se que os limites de controle são bastante rígidos. Além disso, médias de medições fora do limite de controle distanciaram-se da média por pequenas diferenças. O mesmo pode ser dito das amplitudes, sendo que as médias obtidas para as amplitudes calculadas (LC das cartas R) foram satisfatoriamente baixas.

Diante disso, entendeu-se que a balança analítica utilizada pelo laboratório oferece resultados de medição satisfatórios, operando satisfatoriamente dentro das condições em que o estudo foi realizado. Como os pesos de verificação utilizados não possuem certificado de calibração, a análise é restrita à precisão, apresentando valores coerentes entre um mesmo grupo de medição, sem ser possível concluir sobre exatidão e rastreabilidade.

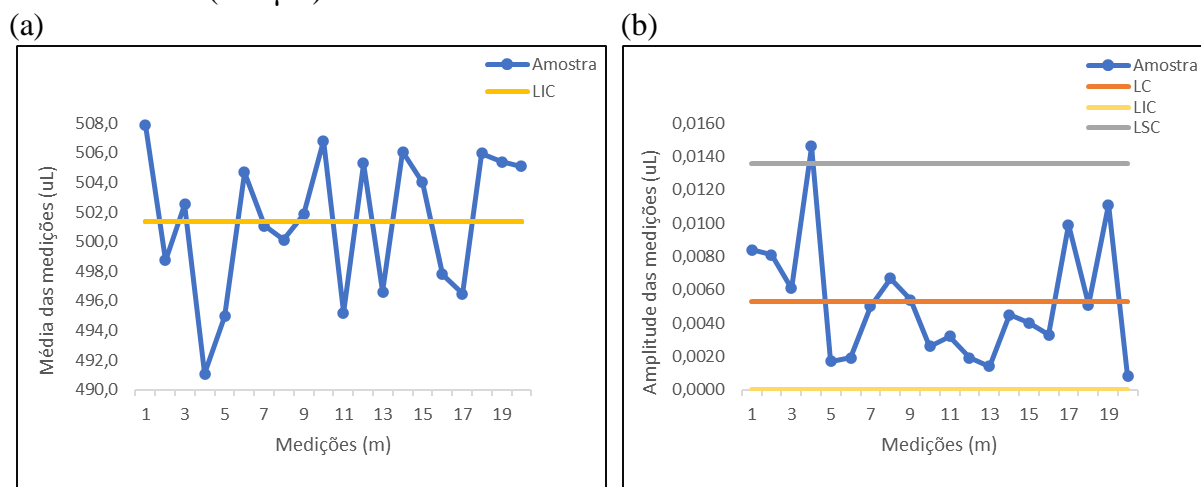
### 3.2.3.1.2 Micropipetas

Foram monitoradas as duas micropipetas utilizadas nas atividades de laboratório da Unidade Analítica: uma com medições de volume entre 10 e 100  $\mu\text{L}$  e outra com medições de volume entre 100 e 1000  $\mu\text{L}$ . Na Tabela 17, estão apresentados os principais parâmetros de todas as cartas controle para as micropipetas, calculados a partir do volume. Na Figura 15, estão apresentadas as cartas controle elaboradas para o volume 500  $\mu\text{L}$ , sendo este o volume medido para o reagente 1-10-fenantrolina no procedimento analítico implementado. Demais cartas controle das micropipetas estão disponíveis no Apêndice E, seção *E.2 – Cartas controle das micropipetas*.

Tabela 17 - Parâmetros das cartas controle das micropipetas calculados a partir do volume

Volume verificado ( $\mu\text{L}$ )	Carta X-barra				Carta R			
	Média	LC	LSC	LIC	R média	LC	LSC	LIC
<b>Micropipeta 10-100 <math>\mu\text{L}</math></b>								
10	13	13	13	13	0,0014	0,0014	0,0037	0,0000
50	52	52	52	52	0,0021	0,0021	0,0053	0,0000
100	102	102	102	102	0,0021	0,0021	0,0055	0,0000
<b>Micropipeta 100-1000 <math>\mu\text{L}</math></b>								
100	102	102	102	102	0,0061	0,0061	0,0157	0,0000
500	501	501	501	501	0,0053	0,0053	0,0136	0,0000
1000	1000	1000	1000	1000	0,0050	0,0050	0,0129	0,0000

Figura 15 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem da micropipeta 100-1000  $\mu\text{L}$  no volume central (500  $\mu\text{L}$ )



Fonte: Excel ®

Assim como os limites calculados para as cartas controle da balança analítica, os limites calculados para as cartas controle das micropipetas apresentaram pequena margem de diferença entre eles, tornando o critério bastante rígido. Aliado a esse fato, pode-se observar que, para todos os volumes verificados das duas micropipetas monitoradas, as médias obtidas para as medições diferiram bastante entre si. Assim, as linhas dos limites central, superior e inferior se sobrepõem nas cartas controle X-barra para todos os volumes estudados, não sendo possível distingui-los.

Ao observar os dados da carta, verifica-se que as médias das medições estavam fora do limite de controle e distantes do valor esperado; logo, as micropipetas não tiveram bom desempenho quando se trata de exatidão de medições.

As informações fornecidas pela análise da amplitude das medições corroboram com a divergência obtida entre as médias e com o distanciamento destas da área entre os limites de controle: os valores de amplitude entre as medições são altos, incluindo as médias obtidas para limite central das cartas R. Isso significa que para uma mesma medição, a micropipeta forneceu valores distintos, de modo que suas medições não se mostraram precisas.

Para o procedimento analítico estudado, os problemas de exatidão e precisão apresentados pelas micropipetas são críticos para o preparo dos níveis de concentração das curvas analíticas. Para os volumes de reagente não são críticos, uma vez que todos os volumes utilizados no procedimento foram estipulados considerando excesso significativo. Diante disso, em um SGQ devidamente implementado, recomenda-se a abertura de uma não

conformidade a fim de investigar os problemas apresentados pelo equipamento e apresentar ações que possam solucioná-los.

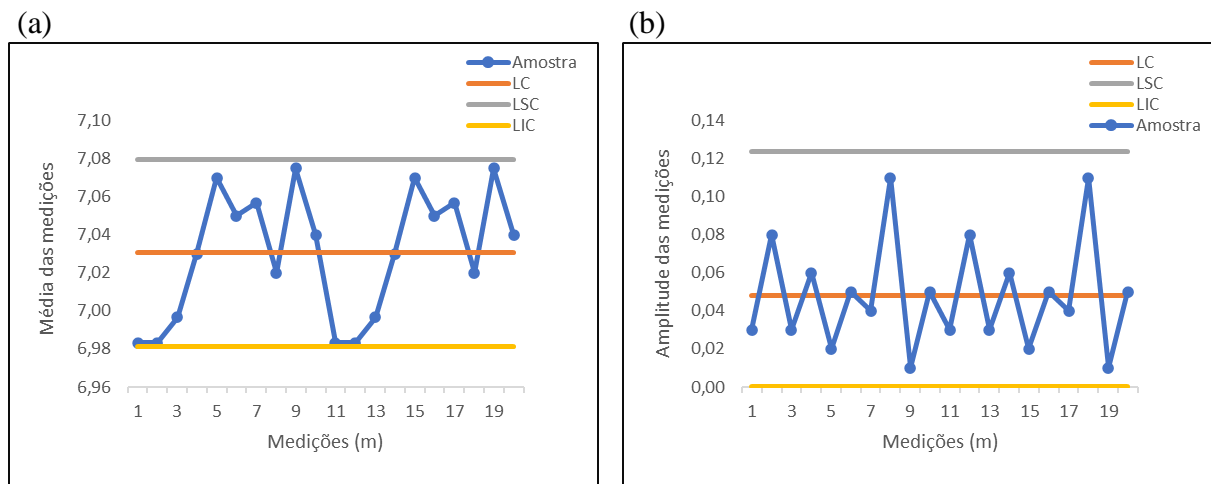
### 3.2.3.1.3 Medidor de pH

Para o medidor de pH, na Tabela 18 estão apresentados os principais parâmetros de todas as cartas controle para o medidor de pH. Na Figura 16, estão apresentadas as cartas controle elaboradas para o valor de pH 7,00. Demais cartas controle da balança analítica estão disponíveis no Apêndice E, seção E.3 – *Cartas controle do medidor de pH*.

Tabela 18 - Parâmetros das cartas controle do medidor de pH

Valor de pH	Carta X-barra				Carta R			
	Média	LC	LSC	LIC	Amplitude média	LC	LSC	LIC
4,00	4,06	4,06	4,13	3,98	0,07	0,07	0,18	0,00
7,00	7,03	7,035	7,08	6,98	0,05	0,05	0,12	0,00
9,00	8,92	8,92	8,95	8,89	0,03	0,03	0,07	0,00

Figura 16 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do medidor de pH no valor de pH 7,00



Fonte: Excel ®

Sobre as cartas controle elaboradas para o medidor de pH, observa-se que as médias e as amplitudes das medições se mantiveram dentro dos limites de controle. Entretanto, os valores obtidos para as amplitudes foram altos, resultando em uma média alta, o que permitiu

que os limites superior e inferior se distanciassem e a área de controle fosse maior que nos casos vistos acima. Pode-se dizer que o equipamento não foi preciso, embora tenha sido exato.

Tendo em vista o uso do medidor de pH no procedimento analítico (apenas medição do valor de pH da solução tampão), entende-se que o equipamento apresentou desenvolvimento satisfatório, embora recomende-se fortemente que monitoramentos envolvendo soluções tampão padrão, de preferência materiais de referência certificados, sejam realizados, além da própria calibração do equipamento.

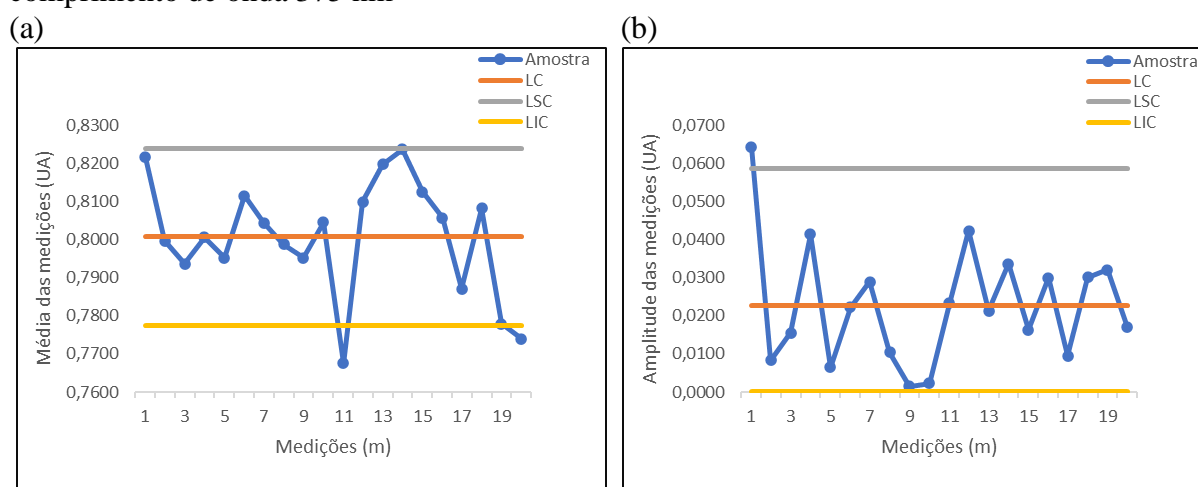
### 3.2.3.1.4 Espectrofotômetro

Para a espectrofotômetro UV-VIS, estão apresentados, na Tabela 19, os principais parâmetros da carta controle para verificação do espectrofotômetro. A carta controle elaborada para o comprimento de onda 375 nm está apresentada na Figura 17.

Tabela 19 - Parâmetros das cartas controle do espectrofotômetro

Leitura	Carta X-barra				Carta R			
	Média	LC	LSC	LIC	R média	LC	LSC	LIC
375 nm	0,8007	0,8007	0,8240	0,7774	0,0228	0,0228	0,0587	0,0000

Figura 17 - Cartas controle X-barra (a) e R (b) para checagem do espectrofotômetro no comprimento de onda 375 nm



Fonte: Excel ®

Tendo em vista que o valor esperado de absorvência para o comprimento de onda monitorado era 0,9872 UA, observa-se que a média obtida para as medições não é tão próxima do valor esperado e a amplitude alcança valores altos para o tipo de medição realizada. Logo, tem-se que as medições do espectrofotômetro não se mostraram precisas, nem exatas, sugerindo que um plano de ação para verificação deste equipamento deve ser elaborado.

Embora o equipamento tenha sido utilizado para fazer medições críticas no procedimento analítico, o resultado final do ensaio foi dado a partir da curva analítica preparada no mesmo dia de ensaio da amostra. Como a curva analítica é preparada a partir de da média de três medições para cada nível de concentração e o analito é quantificado também pela média de três medições, acredita-se que o erro quanto a precisão do equipamento tenha sido suprimido. Recomenda-se a elaboração de um plano para este equipamento que envolva medições confiáveis e rastreáveis, com uso de materiais certificados, para o controle do mesmo, uma vez que os resultados das medições deste equipamento são críticos para o procedimento analítico estudado.

De forma geral, ao analisar as cartas controle obtidas para todos os equipamentos monitorados, é possível observar que a dispersão entre as medições é grande e pontua-se que este não é o comportamento recomendado para as respostas dada por esses equipamentos. A causa dessa disposição das medições pode estar diretamente relacionada à falta de calibração destes equipamentos e de um plano de manutenção dos mesmos. Ressalta-se, novamente, a importância de tais processos, incluindo o uso de material adequado para procedimentos de checagem, como material de referência certificado, para o correto atendimento ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica* e as implicações decorrentes das respostas obtidas por estes equipamentos para a confiabilidade dos resultados emitidos pelo laboratório.

### **3.3 DISCUSSÃO**

O conceito Unidade Analítica consiste em um projeto que visa a estruturação de um laboratório cuja atividade principal se resume à atividade de prestação de serviço em análises químicas, a fim de atender demandas da comunidade interna e externa ao ambiente universitário. O projeto prevê que este laboratório esteja instalado no Departamento de Química da Universidade Federal de Viçosa.

O funcionamento do laboratório idealizado possui uma rotina estabelecida e, como este laboratório será responsável pela emissão de dados que podem ser utilizados para tomadas de decisão importantes, torna-se necessário e responsável a gestão e o controle de suas atividades. Nesse sentido, foi escolhido o Sistema de Gestão da Qualidade proposto pela ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 para que se pudesse gerir as atividades de laboratório, bem como comprovar a competência técnica da Unidade Analítica.

Entretanto, o laboratório ainda não se encontra em operação. Este trabalho preocupou-se em criar a base para a implementação do SGQ, descrevendo em seus procedimentos a rotina que se espera para a Unidade Analítica e a forma como os processos devem acontecer no contexto no qual o laboratório está inserido, pautados na garantia da qualidade dos resultados produzidos.

Os documentos necessários para atender a requisitos da norma foram elaborados. Uma ressalva importante a ser pontuada é que todos os processos foram elaborados para serem implementados conforme descritos e seus procedimentos foram escritos como se estivesse descrevendo a rotina real em operação. Contudo, está claro para todos os envolvidos no projeto que as descrições feitas nestes documentos podem ser alteradas à medida que o laboratório entrar em operação, a fim de ajustar-se melhor à rotina implementada e ter processos condizentes e consistentes com o que de fato é realizado. Salienta-se que seja possível que algumas definições propostas no trabalho apresentem falhas quando em operação e necessitem aprimoramento, não sendo definitivas e imutáveis e sim adaptáveis de acordo com as exigências.

Além da elaboração de todos os documentos, como foi apresentado na seção 3.2 - *Item de ensaio recebido e processos essenciais para a produção de resultados confiáveis*, determinados processos que estão diretamente relacionados com a confiabilidade do resultado fornecido tiveram seus procedimentos propostos testados. O intuito, além de permitir criticar o procedimento e demais documentos elaborados, foi estabelecer a rotina de procedimentos essenciais para a produção de resultados confiáveis e rastreáveis, mesmo sem todos os recursos necessários para pleno atendimento das exigências da referência normativa.

### **3.3.1 Infraestrutura e requisitos de estrutura**

Está previsto que, em um primeiro momento, a Unidade Analítica entrará em operação com o espaço físico disponível para desenvolvimento de suas atividades em sua condição

atual, ou seja, sem as alterações propostas. Entende-se o risco envolvido em não ter o espaço adaptado ao processo, especialmente quando se diz respeito ao isolamento das atividades da Unidade Analítica. Entretanto, também se compreende as dificuldades de alteração do espaço e a necessidade de que o projeto comece a se desenvolver para que se tenha a possibilidade de implementação de melhorias.

O procedimento analítico estudado neste trabalho foi escolhido com o objetivo de testar procedimentos elaborados para o SGQ da Unidade Analítica. Não necessariamente este procedimento analítico fará parte do conjunto de análises prestadas pela Unidade Analítica. As análises que serão realmente oferecidas terão seus procedimentos analíticos submetidos aos processos estudados neste trabalho, atentando-se para as ressalvas quanto ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica*. Neste cenário, entende-se que o próximo procedimento analítico estudado será aquele que tenha demanda no ambiente interno da UFV, desde que a Unidade Analítica possua os recursos técnicos necessários para executá-lo, de modo que o conjunto de atividades oferecido será construído à medida que o projeto se desenvolva.

### **3.3.2 Elaboração dos documentos**

Os documentos da Unidade Analítica foram elaborados conforme apresentado na seção 3.1.3 – *Documentação do Sistema de Gestão da Qualidade da Unidade Analítica*. A ordem de elaboração seguida foi: o primeiro documento elaborado foi aquele que tratava da elaboração e gestão de documentos e do armazenamento e gestão de informações, o *PRG-001-01 - Controle de documentos e gestão da informação*.

Após este documento, foi elaborado o procedimento de validação de método, o *PRG-002-01 - Validação de método*. A partir deste documento, iniciaram-se as atividades de validação do procedimento analítico em estudo. Com isso, tornou-se necessária a elaboração de procedimentos técnicos envolvendo o preparo de soluções, uso de equipamentos e do próprio procedimento analítico. Além dos procedimentos, elaborou-se também os formulários técnicos para registro do preparo de soluções e dos dados gerados pelos ensaios do processo de validação de método.

Vale ressaltar que a elaboração dos formulários técnicos nesse momento foi fundamental para a funcionalidade e, conseqüentemente, melhoria dos mesmos. Uma vez que estavam envolvidos nos processos cujos procedimentos foram testados ao longo do trabalho, foi possível que correções fossem realizadas prontamente. Espera-se que situações

semelhantes (identificar a melhoria e corrigir do documento prontamente) aconteçam quando os processos forem implementados a partir do início das operações da Unidade Analítica.

Concluindo esses documentos, seguiu-se para a elaboração dos demais documentos dos processos indicados no círculo lilás, da representação apresentada no Apêndice 1, seção A.1 - *Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 com indicação dos requisitos*. Sendo assim, foram elaborados os documentos: *PRG-005-01 - Não conformidade e trabalho não conforme*, *PRG-006-01 - Ações corretivas e ações preventivas*, *PRG-008-01 - Auditoria interna*, *PRG-009-01 - Análise crítica pela gerência*, *PRG-010-01 - Atendimento ao cliente e reclamações* e *PRG-012-01 - Gestão de risco e oportunidade*.

Além dos procedimentos gerencias, foram elaborados os formulários gerencias que têm como objetivo registrar as atividades descritas por estes procedimentos, de acordo com as exigências da norma. Os formulários foram elaborados concomitantemente aos procedimentos com que estavam relacionados, uma vez que o vínculo entre eles é bastante claro.

Após a descrição destes processos, foram elaborados os procedimentos sobre os requisitos de recursos, identificados na cor azul na representação apresentada no Apêndice 1, seção A.1. Foram elaborados os procedimentos: *PRG-007-01 - Aquisição de produtos e serviços providos externamente*, *PRG-015-01 - Manuseio de equipamentos*, *PRG-013-01 - Controle de instalações e condições ambientais*, *PRG-016-01 - Pessoal*. Simultaneamente à elaboração do procedimento sobre pessoal, foi elaborado o termo de imparcialidade e confidencialidade.

Novamente, os formulários gerenciais foram elaborados concomitantemente aos procedimentos com que estavam vinculados.

Com os procedimentos de recursos elaborados, iniciou-se a elaboração dos procedimentos que atendem aos requisitos de processos. Foram elaborados os documentos: *PRG-011-01 - Análise crítica de pedidos, propostas e contratos* e *PRG-014 - Manuseio de itens de ensaio*.

A partir da descrição do manuseio de itens de ensaio, foi elaborado o registro técnico para ensaios segundo o procedimento analítico validado. Vale ressaltar que a elaboração do registro se deu após a conclusão do processo de validação do procedimento analítico. O registro técnico foi elaborado em planilhas Excel, sendo que cada um tem uma aba destinada ao relatório de ensaio. Assim, as instruções para o modo correto de emissão de resultados foi descrito no procedimento *PRG-017-01 - Emissão de resultados*.



Com o procedimento analítico validado, definiu-se o procedimento a ser utilizado pela Unidade Analítica para cálculo da incerteza de medição de seus resultados com a escrita do *PRG-003-01 - Incerteza de medição*. Por último, foi elaborado o *PRG-004-01 - Garantia da validade de resultados* com os procedimentos de garantia da validade do resultado adotados pela Unidade Analítica. Após a elaboração desse documento, os procedimentos nele descritos puderam ser implementados, repetindo a dinâmica de aplicação e melhoria dos documentos.

Os procedimentos e os formulários que dizem respeito aos processos centrais vinculados à atividade de laboratório propriamente dita, envolvidos no fluxo de processos, também puderam ser avaliados e tiveram melhorias implementadas a fim de torná-los o mais funcional possível.

Por fim, foi elaborado o *Manual da Qualidade* com informações sobre a estrutura da Unidade Analítica e apontando os requisitos que cumprem a norma com os respectivos documentos. O *Manual da Qualidade*, para cada procedimento gerencial ou técnico, deixa claro quais são os formulários vinculados e, por se apresentar como um guia do SGQ, optou-se por sua elaboração mesmo não sendo mais exigido pela versão publicada em 2017 da ABNT NBR ISO/IEC 17025.

Na Figura 18, está apresentada uma esquematização da ordem de elaboração dos documentos utilizando os itens que compõem a representação gráfica da norma, de forma a correlacionar a ordem de elaboração dos documentos/implementação dos requisitos com as exigências da norma.

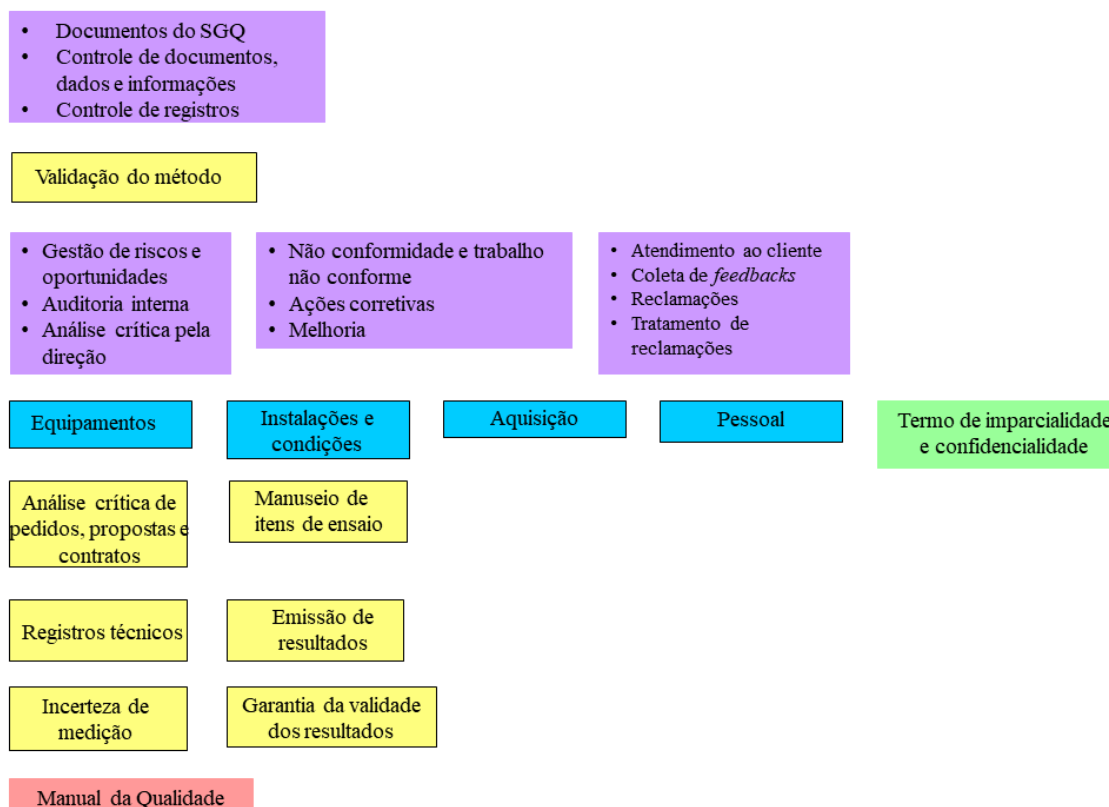
A ordem de elaboração dos documentos seguida neste trabalho foi avaliada como satisfatória diante do objetivo do trabalho: criar uma base para a implementação de um SGQ segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017. A elaboração dos documentos teve como intuito principal o mapeamento dos processos que serão executados pelo laboratório quando o mesmo estiver em operação e o alinhamento destes com as exigências da referência normativa.

A elaboração dos documentos aconteceu simultaneamente aos testes de procedimentos considerados essenciais para a produção de resultados rastreáveis. Esta dinâmica mostrou-se muito positiva, ao considerar que os testes de procedimentos vinculados a operações técnicas contribuíram diretamente para identificar quais documentos técnicos seriam necessários e construção destes documentos de modo funcional.

Portanto, a ordem de elaboração dos documentos apresentada mostrou-se um ponto de partida eficaz para um laboratório que almeja a devida implementação de um SGQ segundo a

referência normativa citada e o pleno atendimento a todos os requisitos da norma, criando uma rotina, em que o laboratório possa se pautar, condizente com a garantia da qualidade.

Figura 18 - Ordem de elaboração dos documentos



Fonte: A autora

### 3.3.3 Processos essenciais para produção de dados confiáveis

Os processos considerados essenciais para produção de dados confiáveis cujos procedimentos foram testados são: validação do método, cálculo da incerteza de medição e garantia da validade do resultado, mais especificamente ensaios replicados e checagem de equipamentos.

A ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 possui requisito de recursos que aborda a rastreabilidade metrológica das medições do laboratório (Requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica*). O requisito prevê o uso de equipamentos calibrados e materiais de referência certificados (MRC), de modo que seja estabelecida a rastreabilidade metrológica de seus resultados de medição, ou seja, garantir que o resultado seja relacionado, por meio de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, a uma referência apropriada.

Embora tenha ficado claro ao longo do trabalho que a Unidade Analítica ainda não possui equipamentos calibrados e não utiliza MRC, e, portanto, não atende ao requisito 6.5 – *Rastreabilidade metrológica*, compreende-se a importância fundamental do mesmo e a imperativa necessidade de atendê-lo. Os procedimentos testados foram elaborados com a perspectiva de absorver a calibração de equipamentos e o uso de MRC à medida que forem implementados.

Assim, os MRC irão substituir as soluções estoque preparadas no próprio laboratório nos procedimentos de validação de método. Além disso, MRC também será utilizado em procedimentos de checagem de equipamentos, que assim irão verificar, de fato, se os equipamentos estão operando em condições adequadas. Estes equipamentos, por sua vez, serão devidamente calibrados com obtenção dos certificados de calibração.

O procedimento de incerteza de medição prevê o cálculo da incerteza padrão de fontes de incerteza vinculadas a medições fornecidas por equipamentos a partir dos certificados de calibração fornecidos (incerteza tipo B) e será aprimorado a partir do momento que o laboratório dispuser destas informações.

Entende-se, portanto, que à medida que a Unidade Analítica estiver em operação, melhorias serão realizadas em seus processos, incluindo a execução de um plano de calibração de equipamentos e a aquisição de materiais de referência certificados, necessários para o pleno atendimento do requisito 6.5 e para assegurar a rastreabilidade e confiabilidade dos dados produzidos.

## 4 CONCLUSÃO

Este trabalho teve como objetivo criar a base para a implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) segundo os requisitos da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, em um laboratório de Química Analítica que ainda se encontra em fase de estruturação. O laboratório tem como objetivo a prestação de serviço na área de análises físico-químicas, caracterizando-se como um laboratório de ensaio.

Os resultados obtidos no trabalho comprovam que nesta fase de estruturação é possível definir o fluxo de processos e o mapeamento de processos segundo a referência normativa escolhida, a fim de que a rotina a ser implementada quando o laboratório estiver em operação seja pautada na garantia da qualidade e produção de resultados confiáveis.

A documentação que compõe o SGQ foi elaborada, de modo que os processos mapeados foram descritos em procedimentos e os formulários, necessários para registro de evidência objetiva da execução dos procedimentos, elaborados conforme as demandas dos processos e exigências da referência normativa.

Além do mapeamento, processos tidos como essenciais para a produção de resultados confiáveis tiveram seus procedimentos testados dentro das condições e recursos disponíveis para a execução do trabalho. Mesmo sem atender plenamente aos requisitos da norma, os testes destes procedimentos mostraram-se positivos e que é possível incorporar à rotina de laboratórios que almejam a devida implementação do SGQ procedimentos de garantia da qualidade. Todavia, compreende-se a necessidade de que melhorias sejam incorporadas aos processos, para cumprimento das exigências da referência normativa e produção de resultados que sejam rastreáveis e confiáveis.

Compreende-se também que ajustes serão necessários aos procedimentos propostos à medida que os processos forem implementados, tanto quanto à funcionalidade quanto à fidelidade com a real execução dos processos. Estes ajustes são interpretados como ações de melhoria contínua e corroboram a dinamicidade proposta pela referência normativa para o SGQ, assumindo, desde sua origem, postura de análise crítica.

A partir dos resultados alcançados, portanto, conclui-se que a criação da base para a implementação de um SGQ segundo a norma citada em um laboratório que ainda não se encontra em operação é possível, ressaltando, especialmente, o intuito de alinhar a rotina a ser implementada no laboratório em operação às demandas do SGQ e da referência normativa.

## 5 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros, considerando que o laboratório ainda não esteja em operação, sugere-se uma auditoria interna do material elaborado para avaliação, especialmente, dos procedimentos gerenciais e a funcionalidade dos respectivos formulários gerenciais.

O banco de dados elaborado no programa Access, identificado como o formulário gerencial *FRG-022-01 – Recursos consumíveis e equipamentos*, seja melhorado para que fique mais dinâmico e cumpra, efetivamente, a ideia inicial pensada para o programa: atualizar, a cada novo registro, os recursos disponíveis do laboratório e manter registrado as informações sobre os equipamentos, incluindo histórico de calibração.

Algumas planilhas de registros, como a planilha utilizada para validação de método (*FRT-003-01 – Validação de método*) e as planilhas utilizadas para checagem de equipamentos (*FRG-021-01 – Checagem de equipamentos*), embora já estejam funcionais, podem ser ainda mais automatizadas para situações um pouco distintas daquelas já registradas. Além disso, a complexidade de alguns procedimentos gerenciais pode ser elevada à medida que os processos são implementados.

Sugere-se que seja realizado um levantamento de custo da implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade segundo a ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, bem como de sua manutenção e da acreditação junto à CGCRE do INMETRO.

Por fim, sugere-se que novos procedimentos analíticos, mais alinhados às demandas internas da UFV, sejam incorporados ao Sistema de Gestão da Qualidade e validados segundo o procedimento em vigência no sistema.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANVISA. RDC Nº 166, de 24 de julho de 2017. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, v. 2017, p. 22, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2001. 20 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005. 31 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2017. 32 p.

BERHE, L.; GIDEY, T. Assessing the Awareness and Usage of Quality Control Tools with Emphasis to Statistical Process Control (SPC) in Ethiopian Manufacturing Industries. **Intelligent Information Management**, v. 08, n. 06, p. 143–169, 2016.

BODNAR, M.; NAMIEŚNIK, J.; KONIECZKA, P. Validation of a sampling procedure. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 51, p. 117–126, 2013.

CARVALHO, M. M.; PALADINI, E. P. **Gestão da Qualidade**: Teoria e Casos. 2. ed. Rio de Janeiro: Elsevier: ABEPRO, 2012. 456 p.

CHRISTELSOHN, M.; MEYER, J. C. Accreditation and/or certification for laboratories?. **Accred Qual Assur**, v. 2, p. 82–85, 1997.

DIZADJI, F.; ANKLAM, E. Strategic views of accreditation: The case of an analytical food research laboratory. **Accreditation and Quality Assurance**, v. 9, n. 6, p. 317–322, 2004.

DOS SANTOS, L. L.; MAINIER, F. B. **A evolução do sistema de gestão da qualidade em laboratórios de ensaio e calibração e sua importância para as relações comerciais**. VI Congresso Nacional de Excelência em Gestão. **Anais**. Niterói, Rio de Janeiro: 2010.

EURACHEM/CITAC. **Guia Eurachem/CITAC - Determinando da incerteza na medição analítica**, 2002.

EURACHEM. **The fitness for purpose of analytical methods - A laboratory guide to method validation and related topics**. 2nd. ed. [s.l.] EURACHEM, 2014.

FDA-U.S. DEPARTMENT OF HEALTH AND HUMAN SERVICES. **Analytical procedures and methods validation for drugs and biologics** Guidance for Industry, 2015.

GOMES, P. J. P. **A evolução do conceito de qualidade : serviços de informação**. Cadernos BAD, v. 2, p. 6–18, 2004.

ICH. **Validation of analytical procedures: text and methodology Q2(R1)**. International

Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceutical for Human Use. 2005.

IEC. About the IEC. **International Electrotechnical Commission**. Disponível em: <<https://www.iec.ch/about/?ref=menu>>. Acesso em 01 nov. 2018.

ILAC. About ILAC. **International Laboratory Accreditation Cooperation**. Disponível em: <<https://ilac.org/about-ilac/>>. Acesso em 01 nov. 2018.

INMETRO. **GUM 2008 - Guia para a expressão de incerteza de medição**. [s.l: s.n.]. 2008.

INMETRO. DOQ-CGCRE-008 - Orientação sobre validação de métodos analíticos. 2018.

INSTITUTO PORTUGUÊS DA QUALIDADE; INMETRO. **Vocabulário Internacional de Metrologia**. [s.l: s.n.]. 2012.

ISO. All about ISO. **International Organization for Standardization**. Disponível em: <<https://www.iso.org/about-us.html>>. Acesso em 01 nov. 2018.

MAPA. **Manual de garantia da qualidade analítica**. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. 2011.

MASSON, P. Quality control techniques for routine analysis with liquid chromatography in laboratories. **Journal of Chromatography A**, v. 1158, n. 1–2, p. 168–173, 2007.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Portaria Nº 2914/2011Diário Oficial da União**, 2011.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Orientações técnicas para coleta, acondicionamento e transporte de amostras de água para consumo humano. p. 1–18, 2013.

OLIVARES, I. R. B. **Gestão da Qualidade em Laboratórios**. 2. ed. Campinas, SP: Editora Átomo, 2009. 148 p.

OLIVARES, I. R. B.; LOPES, F. A. Essential steps to providing reliable results using the Analytical Quality Assurance Cycle. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 35, n. October 1993, p. 109–121, 2012.

OLIVEIRA, C. C. et al. **Incerteza de medição em ensaios físico-químicos: uma abordagem prática**. 1ª Edição ed. São Paulo: [s.n.]. 2015.

OLIVEIRA, C. C. et al. **Manual para elaboração de cartas de controle para monitoramento de processos de medição quantitativos em laboratórios de ensaio**. 1ª Edição ed. São Paulo: [s.n.]. 2013.

QUALIDADE. In: Michaelis. **Dicionário Brasileiro da Língua Portuguesa**. Disponível em: <<http://michaelis.uol.com.br/moderno-portugues/busca/portugues-brasileiro/qualidade/>>. Acesso em: 01 de nov. de 2018.

RIBANI, M. et al. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 771–780, 2004.

RMMG. Interpretação e Aplicação da ABNT ISO/IEC 17025:2017. **Rede Metrológica de Minas Gerais**. Belo Horizonte, 2018.

ROZET, E. et al. Total error and uncertainty: Friends or foes? **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 30, n. 5, p. 797–806, 2011.

SABESP. **Norma Técnica SABESP - NTS 010 - Determinação de ferro total: método da 1,10-fenantrolina**. São Paulo, 2001.

SQUIRRELL, A. Conformity assessment: Providing confidence in testing and calibration. **Accreditation and Quality Assurance**, v. 13, n. 9, p. 543–546, 2008.

STAATS, G. Accreditation in analytical laboratories: a critical assessment of its impact on human beings and techniques. **Fresenius' Journal of Analytical Chemistry**, v. 345, n. 12, p. 739–743, 1993.

TAVERNIERS, I.; DE LOOSE, M.; VAN BOCKSTAELE, E. Trends in quality in the analytical laboratory. I. Traceability and measurement uncertainty of analytical results. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 23, n. 7, p. 480–490, 2004.

THOMPSON, M.; ELLISON, S. L. R.; WOOD, R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis (**IUPAC Technical Report**). **Pure Appl. Chem**, v. 74, n. 5, p. 835–855, 2002.

UNIDO. **Complying with ISO 17025: A practical guidebook for meeting the requirements of laboratory accreditation schemes based on ISO 17025:2005 or equivalent national standards**. Vienna: [s.n.]. 2009.

VALCÁRCEL, M.; RÍOS, A. Traceability in chemical measurements for the end users. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 18, n. 9–10, p. 570–576, 1999.

VAN DE LEEMPUT, P. J. H. A. M. ISO/IEC 17025 : 1999 – The new Standard for Laboratories. **Accreditation and Quality Assurance**, v. 5, n. 9, p. 394–397, 2000.

WONG, S. KAY. Risk-based thinking for chemical testing. **Accreditation and Quality Assurance**, v. 22, n. 2, p. 103–108, 2017.



## APÊNDICE A – SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE E ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017

### A.1 – Representação gráfica da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 com indicação dos requisitos



Fonte: A autora.

**A.2 – Lista mestra dos documentos do SGQ**

<b>UNIDADE ANALÍTICA</b>	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	<i>Documento</i> LM-001-01	
		<i>Revisão</i> 01	Página 1 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

## OBJETIVO

Esta Lista Mestra tem como objetivo listar todos os documentos do Sistema de Gestão da Qualidade da Unidade Analítica e qual a versão que está em vigor, devendo, portanto, ser atualizada sempre que novas versões de documentos forem emitidas.

## LISTA MESTRA

Nome do documento	Código do documento	Data da última revisão	Cópia impressa	Localização da cópia impressa
<b>MANUAL DA QUALIDADE</b>				
Manual da Qualidade	MQ-001-01	05/11/2019	Não	Não se aplica
<b>PROCEDIMENTOS GERENCIAIS</b>				
Controle de documentos e gestão da informação	PRG-001-01	08/05/2019	Não	Não se aplica
Validação de método	PRG-002-01	25/06/2019	Não	Não se aplica
Incerteza de medição	PRG-003-01	27/09/2019	Não	Não se aplica
Garantia da validade de resultados	PRG-004-01	18/10/2019	Não	Não se aplica
Não conformidade e trabalho não conforme	PRG-005-01	13/09/2019	Não	Não se aplica
Ações corretivas e ações preventivas	PRG-006-01	17/09/2019	Não	Não se aplica
Aquisição de produtos e serviços providos externamente	PRG-007-01	10/10/2019	Não	Não se aplica
Auditoria interna	PRG-008-01	12/09/2019	Não	Não se aplica
Análise crítica pela gerência	PRG-009-01	12/09/2019	Não	Não se aplica
Atendimento ao cliente e reclamações	PRG-010-01	08/10/2019	Não	Não se aplica
Análise crítica de pedidos, propostas e contratos	PRG-011-01	09/10/2019	Não	Não se aplica

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019

<b>UNIDADE ANALÍTICA</b>	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	<i>Documento</i> LM-001-01	
		<i>Revisão</i> 01	Página 1 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

Gestão de risco e oportunidade	PRG-012-01	23/09/2019	Não	Não se aplica
Controle de instalações e condições ambientais	PRG-013-01	17/09/2019	Não	Não se aplica
Manuseio de itens	PRG-014-01	07/10/2019	Não	Não se aplica
Manuseio de equipamentos	PRG-015-01	24/09/2019	Não	Não se aplica
Pessoal	PRG-016-01	01/10/2019	Não	Não se aplica
Emissão de resultados	PRG-017-01	15/10/2019	Não	Não se aplica
<b>FORMULÁRIOS GERENCIAIS</b>				
Ação corretiva	FRG-001-01	17/09/2019	Não	Não se aplica
Ação preventiva	FRG-002-01	17/09/2019	Não	Não se aplica
Auditoria interna	FRG-003-01	12/09/2019	Não	Não se aplica
Reunião de análise crítica pela gerência	FRG-004-01	12/09/2019	Não	Não se aplica
Cadastro de pessoal	FRG-005-01	01/10/2019	Não	Não se aplica
Metas para treinamentos	FRG-006-01	01/10/2019	Não	Não se aplica
Solicitação de treinamentos	FRG-007-01	01/10/2019	Não	Não se aplica
Treinamentos realizados	FRG-008-01	01/10/2019	Não	Não se aplica
Não conformidade	FRG-009-01	13/09/2019	Não	Não se aplica
Trabalho não conforme	FRG-010-01	13/09/2019	Não	Não se aplica
Reclamações	FRG-011-01	08/10/2019	Não	Não se aplica
Feedback de cliente	FRG-012-01	08/10/2019	Não	Não se aplica
Aquisição planejada de produtos e serviços	FRG-013-01	10/10/2019	Não	Não se aplica
Aquisição não planejada de produtos ou serviços	FRG-014-01	09/10/2019	Não	Não se aplica
Conformidade do produto ou serviço	FRG-015-01	09/10/2019	Não	Não se aplica
Banco de fornecedores	FRG-016-01	10/10/2019	Não	Não se aplica
Análise crítica de pedidos e propostas	FRG-017-01	09/10/2019	Não	Não se aplica
Condições ambientais	FRG-018-01	17/09/2019	Sim (*)	Próximo a cada equipamento de medição das condições.

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	Documento LM-001-01	
		Revisão 01	Página 1 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

Gestão de risco	FRG-019-01	23/09/2019	Não	Não se aplica
Termo de imparcialidade	FRG-020-01	01/10/2019	Sim	Impresso para cada colaborador.
Checagem de equipamentos	FRG-021-01	18/10/2019	Sim (*)	Próximo a cada equipamento monitorado.
Recursos consumíveis e equipamentos	FRG-022-01	23/10/2019	Não	Não se aplica
<b>PROCEDIMENTOS TÉCNICOS</b>				
Determinação de Fe <sup>2+</sup> em água	PRT-001-01	08/07/2019	Sim	Pasta de PRT para métodos na bancada
Solução de sulfato ferroso 100 mg/L	PRT-002-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução de 1,10-fenantrolina 0,3%	PRT-003-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução tampão acetato de sódio 0,1 M	PRT-004-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução de ácido clorídrico 1 mol/L	PRT-005-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Balança analítica SHIMADZU	PRT-006-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Micropipetas monocanal de volume variável	PRT-007-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	Documento LM-001-01	
		Revisão 01	Página 1 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

Agitador magnético com aquecimento Solab	PRT-008-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
pHmetro LAB1000	PRT-009-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Espectrofotômetro UV-VIS e software	PRT-010-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Chapa de aquecimento	PRT-011-01	04/06/2019	Sim	Pasta de PRT para equipamentos na bancada
Determinação de ferro total em água	PRT-012-01	16/09/2019	Sim	Pasta de PRT para métodos na bancada
Solução de cloreto férrico 100 mg/L	PRT-013-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução de cloridrato de hidroxilamina	PRT-014-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução tampão acetato de sódio 0,5 M	PRT-015-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução de hidróxido de potássio	PRT-016-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
Solução de cromato de potássio	PRT-017-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	Documento LM-001-01	
		Revisão 01	Página 1 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

Solução de hidróxido de sódio 1 mol/L e demais concentrações	PRT-018-01	06/08/2019	Sim	Pasta de PRT para soluções na bancada
<b>FORMULÁRIOS TÉCNICOS</b>				
Análise crítica de item de ensaio recebido	FRT-001-01	07/10/2019	Não	Não se aplica
Determinação de ferro total	FRT-002-01	01/10/2019	Sim	Impresso para cada ensaio
Validação de método	FRT-003-01	25/06/2019	Sim	Impresso para cada estudo de validação
Preparo de soluções	FRT-004-01	05/06/2019	Sim	Caderno “Preparo de soluções” localizado na bancada.
Relatório de validação de método	FRT-005-01	25/06/2019	Não	Não se aplica
<b>LISTA MESTRA</b>				
Controle de documentos	LM-001-01	31/10/2019	Não	Não se aplica
Calendário	LM-002-01	31/10/2019	Não	Não se aplica
Diagrama dos processos	LM-003-01	31/10/2019	Não	Não se aplica

\* Cópia impressa de abas de dados brutos dos formulários

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	<i>Documento</i> LM-001-01	
		<i>Revisão</i> 01	Página 111 de 132
Lista Mestra: Controle de documentos			

### HISTÓRICO DE REVISÕES

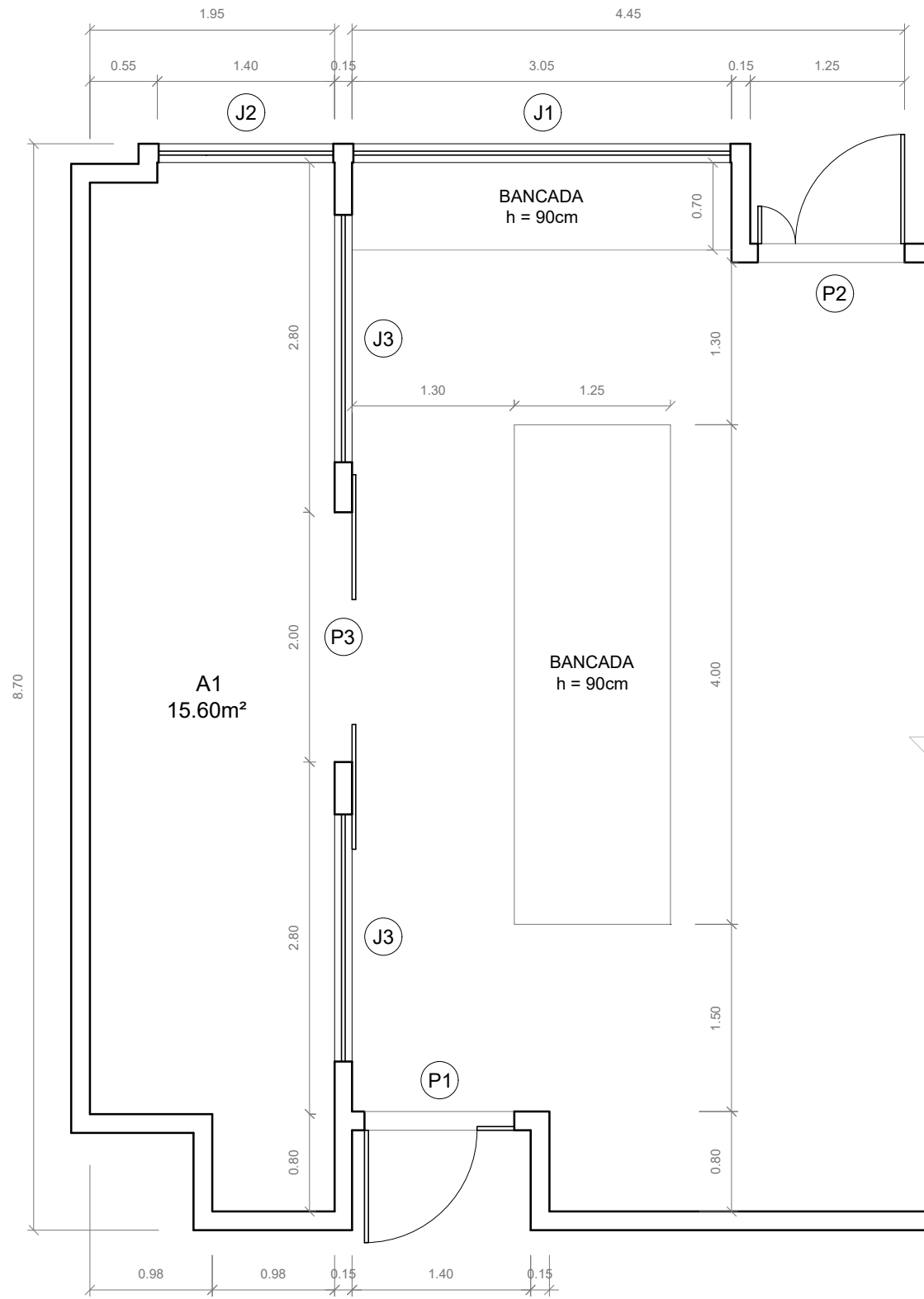
Revisão	Data da revisão	Modificações
01	31/10/2019	Primeira versão da lista mestra sobre controle de documentos.

Elaborado por	Anna Luísa R. Miguel	Data da elaboração	15/10/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	21/10/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	31/10/2019



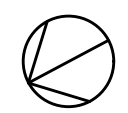
## APÊNDICE B – *LAYOUTS* DO LABORATÓRIO

### **B.1 – Layout da estrutura atual do laboratório sede da Unidade Analítica**



ESQUADRIAS				
	Largura (cm)	Altura (cm)	Peitoril (cm)	Tipo
P1	120	210	-	Abrir
P2	120	250	-	Abrir
P3	200	250	-	Correr
J1	300	100	150	Correr
J2	140	100	150	Correr
J3	200	100	150	Correr

**1** Planta baixa  
ESC 1:100



UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

ASSUNTO: PLANTA BAIXA - LABORATÓRIO 224 DEQ UFV

DATA: 15/11/2019

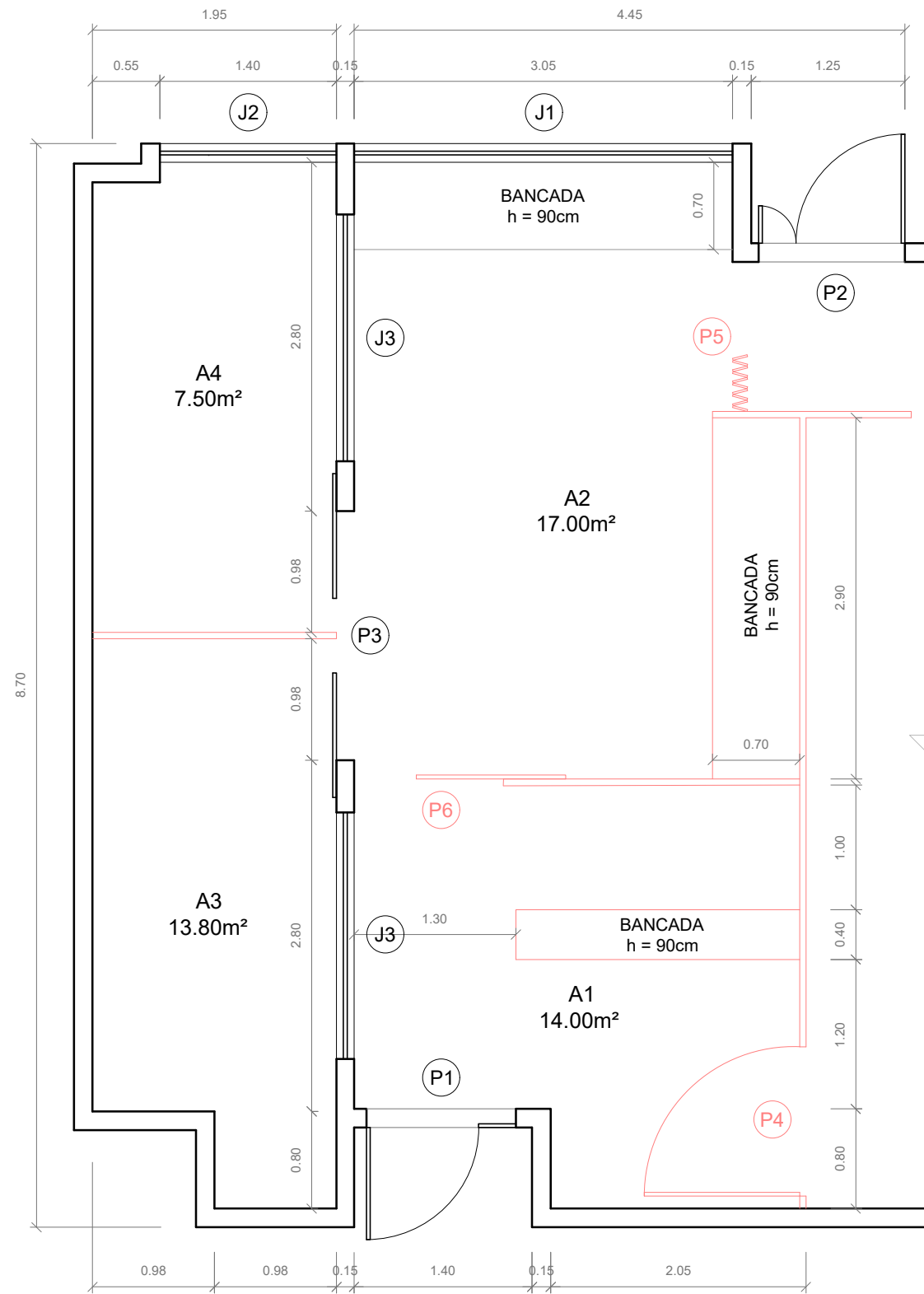
CURSO: MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ESCALA: 1:100

DISCENTE: ANNA LUÍSA RIBEIRO MIGUEL

FOLHA: 01

## **B.2 – Layout proposto para o laboratório sede da Unidade Analítica**



**2** Planta de reforma  
ESC 1:100

ESQUADRIAS				
	Largura (cm)	Altura (cm)	Peitoril (cm)	Tipo
P1	120	210	-	Abrir
P2	120	250	-	Abrir
P3	200	250	-	Correr
P4	120	210	-	Abrir
P5	120	210	-	Sanfonada
P6	120	210	-	Correr
J1	300	100	150	Correr
J2	140	100	150	Correr
J3	200	100	150	Correr

UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

ASSUNTO: PLANTA BAIXA - LABORATÓRIO 224 DEQ UFV

DATA: 15/11/2019

CURSO: MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ESCALA: 1:100

DISCENTE: ANNA LUÍSA RIBEIRO MIGUEL

FOLHA: 02

## **APÊNDICE C – EXEMPLOS DE DOCUMENTOS**

### **C.1 – Exemplo de procedimento técnico**

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	Documento PRT-003-01	
		Revisão 01	Página 117 de 132
Procedimento Técnico: Solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v)			

## OBJETIVO

O objetivo deste documento é descrever o procedimento de preparo de solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v). O volume sugerido neste preparo é de 25 mL.

## CAMPO DE APLICAÇÃO

Este procedimento se aplica às atividades de laboratório realizadas pela Unidade Analítica. A solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v) é utilizada no procedimento analítico para determinação de Fe<sup>2+</sup> em água, não limitando seu uso apenas a esta análise.

## RESPONSABILIDADES

Os procedimentos aqui descritos são de responsabilidade de todos os colaboradores envolvidos com o preparo de soluções para o desenvolvimento das atividades de laboratório da Unidade Analítica.

## SIGLAS E DEFINIÇÕES

### Siglas

- LABPIM: Laboratório de Processos Industriais e Materiais
- LANAQUA: Laboratório de Nanomateriais e Química Ambiental
- LAQUA: Laboratório de Química Analítica

## DESCRIÇÃO DE ATIVIDADES

### 1 Preparo de solução de 1,10-fenantrolina 0,3% m/v - Volume de 25 mL

A concentração da solução cujo preparo é descrito neste procedimento é 0,3% (m/v) e deve ser preparado volume de 25 mL. Para preparo de soluções de 1,10-fenantrolina em outras concentrações e/ou volumes, os passos aqui descritos devem ser seguidos com as devidas

Elaborado por	Gabriela Camila Pinto	Data da elaboração	24/06/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	01/08/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	06/08/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	Documento PRT-003-01	
		Revisão 01	Página 118 de 132
Procedimento Técnico: Solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v)			

correções de massa e volume de reagentes gastos. Os cálculos para nova concentração e/ou novo volume devem ser realizados antes de se iniciar o preparo da solução.

### 1.1 Reagentes, materiais e equipamentos

#### Reagentes

- 1,10-fenantrolina ( $C_{12}H_8N_2$ );
- Água deionizada.

#### Materiais e vidrarias

- Espátula;
- Béquer 10,00 mL;
- Bastão de vidro;
- Balão volumétrico 25,00 mL;
- Pipeta de Pasteur;
- Frasco opaco.

#### Equipamentos

- Balança analítica.

### 1.2 Procedimento

Em um béquer de 10,00 mL previamente tarado, pesar **0,0754 g de 1,10-fenantrolina ( $C_{12}H_8N_2$ )** com auxílio de uma espátula. Adicionar água deionizada e em seguida 2,00 mL de solução estoque de HCl  $1 \text{ mol.L}^{-1}$  ao béquer, agitando com o bastão de vidro, até que o sal esteja completamente dissolvido. Verter a solução no balão volumétrico de 25,00 mL. Completar o volume com água deionizada com auxílio da pipeta de Pasteur.

Transferir a solução para frasco opaco e armazenar. Identificar corretamente o frasco contendo a solução.

### REFERÊNCIAS / REFERÊNCIA DO MÉTODO

Não se aplica.

Elaborado por	Gabriela Camila Pinto	Data da elaboração	24/06/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	01/08/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	06/08/2019

UNIDADE ANALÍTICA	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	<i>Documento</i> PRT-003-01	
		<i>Revisão</i> 01	Página 119 de 132
Procedimento Técnico: Solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v)			

## REGISTROS

FRT-004-01 – Preparo de soluções

## ANEXOS

Não se aplica.

Elaborado por	Gabriela Camila Pinto	Data da elaboração	24/06/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	01/08/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	06/08/2019



<b>UNIDADE ANALÍTICA</b>	Universidade Federal de Viçosa Centro de Ciências Exatas Departamento de Química LABPIM – LANAQUA – LAQUA Unidade Analítica	<i>Documento</i> PRT-003-01	
		<i>Revisão</i> 01	Página 120 de 132
Procedimento Técnico: Solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v)			

### HISTÓRICO DE REVISÕES

Revisão	Data da revisão	Modificações
01	06/08/2019	Primeira versão do procedimento técnico para preparo de solução de 1,10-fenantrolina 0,3% (m/v).

Elaborado por	Gabriela Camila Pinto	Data da elaboração	24/06/2019
Verificado por	Renata Pereira	Data da verificação	01/08/2019
Aprovado por	André Fernando de Oliveira	Data da aprovação	06/08/2019

## C.2 – Exemplo de formulário técnico

UNIDADE ANALÍTICA			
Nome do documento	Preparo de soluções		
Código	FRT-004	Revisão	1
Código do registro			
Solução preparada		Código da solução	
Concentração		PRT	
Armazenamento		Volume	
Responsável pelo preparo			
Data do preparo		Data de validade	

REAGENTES UTILIZADOS					
Nome	Quantidade	Fabricante	Validade	Lote	Código

EQUIPAMENTOS UTILIZADOS		
Nome	Fabricante	Código

VIDRARIAS UTILIZADAS		
Nome	Volume	Código

Vidrarias quebradas	
---------------------	--

Observações sobre o preparo	
-----------------------------	--

## APÊNDICE D – PLANILHAS DE CÁLCULO

### D.1 – Tela do formulário técnico *FRT-003-01* – *Validação de método* indicando os cálculos para repetibilidade, recuperação e precisão intermediária

Arquivo   Página Inicial   Inserir   Layout da Página   Fórmulas   Dados   **Revisão**   Exibir   Desenvolvedor   Ajuda   [Compartilhar](#)   [Comentários](#)

Verificar Ortografia   Verificar Acessibilidade   Pesquisa Inteligente   Traduzir   Novo Comentário   Excluir Comentário   Comentários Anterior   Comentários Próximos   Comentários   Anotações   Proteger Planilha   Proteger Pasta de Trabalho   Permitir a Edição de Intervalos   Descompartilhar Pasta de Trabalho   Ocultar Tinta

K40   Teste de Grubs

<b>Ensaio</b>	REPETITIVIDADE, RECUPERAÇÃO E PRECISÃO INTERMEDIÁRIA				<b>Faixa de trabalho</b>	Entre 0,6 mg/L e 4,2 mg/L	<b>Unidade</b>	mg/L
<b>Data do ensaio</b>	05/09/2019				<b>Mínimo</b>	0,60	<b>Máximo</b>	4,20
<b>Colaborador respo</b>	Gabriela Camila				<b>Número de níveis de concentração</b>	7		
					<b>Níveis de concentração</b>	0,60   1,20   1,80   2,40   3,00		
						3,60   4,20   -   -   -		

CURVA ANALÍTICA EM SOLVENTE						
Níveis de concentração	Respostas obtidas			Média	Concentrações	Resíduo
	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3			
0,60	0,1170	0,1189	0,1180	0,1180	0,50	0,0970
1,20	0,2540	0,2463	0,2528	0,2510	1,16	0,0442
1,80	0,3887	0,4100	0,4014	0,4000	1,89	0,0875
2,40	0,5547	0,5184	0,5294	0,5342	2,55	0,1458
3,00	0,8585	0,6379	0,6495	0,6486	3,11	0,1077
3,60	0,7101	0,7020	0,7126	0,7082	3,40	0,1998

ESTUDOS DE PRECISÃO						
Níveis de concentração	Respostas obtidas					Média absorvâncias
	1	2	3	4	5	
0,60	0,1358	0,1676	0,1423	0,1566	0,1474	0,1011
2,40	0,5305	0,5143	0,5011	0,4981	0,5138	0,5571
3,60	0,6782	0,7390	0,7228	0,7732	0,7784	0,7132

Níveis de concentração	Concentrações obtidas					Concentração média
	1	2	3	4	5	
0,60	0,5905	0,7466	0,6224	0,6926	0,6475	0,4202
2,40	2,5278	2,4483	2,3835	2,3688	2,4459	2,6584
3,60	3,2528	3,8457	3,4717	3,7191	3,7446	3,4246

REPETITIVIDADE				
Níveis de concentração	Desvio padrão	DPR(%)	Parâmetro	Status
0,60	0,0612	9,86	11	APROVADO
2,40	0,1073	4,34	7,3	APROVADO
3,60	0,2280	6,38	7,3	APROVADO

RECUPERAÇÃO			
Níveis de concentração	Recuperação	Parâmetro	Status
0,60	103,33	80 - 110	APROVADO
2,40	103,01	80 - 110	APROVADO
3,60	99,34	80 - 110	APROVADO

AJUSTE LINEAR				
Coefficiente angular	Coefficiente linear	Coefficiente de correlação linear		
0,2037	0,0155	0,9928		

**Equação da reta**  $y = 0,2037x + 0,0155$

**GRÁFICO**

Instruções   Dados brutos   Curvas em solvente e em matriz   Efeito matriz   **1ª repetição**   2ª repetição   3ª repetição   Precisão intermediária ...

Arquivo **Página Inicial** Inserir Layout da Página Fórmulas Dados Revisão Exibir Desenvolvedor Ajuda Compartilhar Comentários

Colar Calibri 11 N I S Fonte Alinhamento Número Estilos Células Edição

19

Ensaio	PRECISÃO INTERMEDIÁRIA				
Data do ensaio	11/09/2019				
Colaborador respo	Gabriela Camila				

Faixa de trabalho	Entre 0,6 mg/L e 4,2 mg/L				Unidade	mg/L
Mínimo	0,60				Máximo	4,20
Número de níveis de concentração	7					
Níveis de concentração	0,60	1,20	1,80	2,40	3,00	
	3,60	4,20	-	-	-	

CURVA ANALÍTICA EM SOLVENTE						
Níveis de concentração	Respostas obtidas			Média	Concentrações	Resíduo
	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3			
0,60	0,1048	0,1176	0,1202	0,1142	0,58	0,0162
1,20	0,2083	0,2163	0,2209	0,2152	1,21	0,0062
1,80	0,3172	0,3257	0,3100	0,3176	1,84	0,0357
2,40	0,4255	0,4052	0,4177	0,4161	2,44	0,0419
3,00	0,4939	0,4760	0,4868	0,4856	2,87	0,1308
3,60	0,6204	0,6304	0,5935	0,6148	3,66	0,0642

ESTUDOS DE PRECISÃO						
Níveis de concentração	Respostas obtidas					Média absorvâncias
	0,60	1,20	1,80	2,40	3,00	
0,60	0,0947	0,0859	0,0790	0,1013	0,0865	0,0466
2,40	0,4035	0,3951	0,3827	0,3867	0,3889	0,1755
3,60	0,5353	0,5643	0,5019	0,5528	0,5009	0,5227

Níveis de concentração	Concentrações obtidas					Concentração média
	0,60	1,20	1,80	2,40	3,00	
0,60	0,4638	0,4097	0,3672	0,5045	0,4134	0,1678
2,40	2,3641	2,3124	2,2361	2,2608	2,2743	-
3,60	3,1752	3,3537	2,9697	3,2829	2,9635	3,0977

REPETITIVIDADE				
Níveis de concentração	Desvio padrão	DPR(%)	Parâmetro	Status
0,60	0,1178	30,37	11	REPROVADO
2,40	0,0500	2,18	7,3	APROVADO
3,60	0,1608	5,12	7,3	APROVADO

RECUPERAÇÃO			
Níveis de concentração	Recuperação	Parâmetro	Status
0,60	64,62	80 - 110	REPROVADO
2,40	95,40	80 - 110	APROVADO
3,60	87,23	80 - 110	APROVADO

AJUSTE LINEAR			
Coeficiente angular	Coeficiente e linear	Coeficiente de correlação linear	
0,1625	0,0193	0,9981	

Equação da reta:  $y = 0,1625x + 0,0193$

GRÁFICO

Instruções | Dados brutos | Curvas em solvente e em matriz | Efeito matriz | 1ª repetição | **2ª repetição** | 3ª repetição | Precisão intermediária ...

Arquivo Página Inicial Inserir Layout da Página Fórmulas Dados **Revisão** Exibir Desenvolvedor Ajuda Compartilhar Comentários

Verificar Ortografia Verificar Acessibilidade Pesquisa Inteligente Traduzir Novo Comentário Excluir Comentário Anterior Comentar Próximo Comentário Mostrar Comentários Anotações Planilha Proteger Pasta de Trabalho Permitir a Edição de Intervalos Descompartilhar Pasta de Trabalho Ocultar Tinta

Revisão de Texto Acessibilidade Ideias Idioma Comentários Anotações Proteger

P40

<b>Ensaio</b>	REPETITIVIDADE, RECUPERAÇÃO E PRECISÃO INTERMEDIÁRIA		
<b>Data do ensaio</b>	05/09/2019		
<b>Colaborador resp</b>	Gabriela Camila		

<b>Faixa de trabalho</b>	Entre 0,6 mg/L e 4,2 mg/L				<b>Unidade</b>	mg/L
<b>Mínimo</b>	0,60				<b>Máximo</b>	4,20
<b>Número de níveis de concentração</b>	7					
<b>Níveis de concentração</b>	0,60	1,20	1,80	2,40	3,00	
	3,60	4,20	-	-	-	

ANÁLITICA EM SOLVENTE						
Níveis de concentração	Respostas			Média	Concentrações	Resíduo
	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3			
0,60	0,1001	0,0985	0,0961	0,0982	0,64	0,0398
1,20	0,1799	0,1725	0,1688	0,1737	1,14	0,0598
1,80	0,2781	0,2827	0,2691	0,2766	1,82	0,0223
2,40	0,3507	0,3568	0,3737	0,3604	2,38	0,0225
3,00	0,4566	-	0,4576	0,4571	3,02	0,0185
3,60	0,5452	-	0,5450	0,5451	3,60	0,0018

ESTUDOS DE PRECISÃO							
Níveis de concentração	Respostas obtidas						Média absorvâncias
0,60	0,0868	0,0835	0,0874	0,0808	0,0829	0,0789	0,0834
2,40	0,3407	0,3513	0,3386	0,3008	0,3493	0,3481	0,3381
3,60	0,5300	0,5287	0,5001	0,5315	0,5032	0,5274	0,5202

Níveis de concentração	Concentrações obtidas					Concentração média
0,60	0,5640	0,5421	0,5680	0,5242	0,5381	0,5116
2,40	2,2469	2,3172	2,2330	-	2,3039	2,2960
3,60	3,5017	3,4931	3,3035	3,5116	3,3240	3,4844

REPETITIVIDADE					
Níveis de concentração	Desvio padrão	DPR(%)	Parâmetro	Status	
0,60	0,0219	4,05	11	APROVADO	
2,40	0,0371	1,63	7,3	APROVADO	
3,60	0,0956	2,78	7,3	APROVADO	

RECUPERAÇÃO			
Níveis de concentração	Recuperação	Parâmetro	Status
0,60	90,22	80 - 110	APROVADO
2,40	94,38	80 - 110	APROVADO
3,60	95,46	80 - 110	APROVADO

Ajuste linear					
Coefficiente angular	0,1509	Coefficiente linear	0,0017	Coefficiente de correlação linear	0,9995
Equação da reta	$y = 0,1509x + 0,0017$				

**GRÁFICO**

Instruções | Dados brutos | Curvas em solvente e em matriz | Efeito matriz | 1ª repetição | 2ª repetição | **3ª repetição** | Precisão intermediária ...

Arquivo **Página Inicial** Inserir Layout da Página Fórmulas Dados Revisão Exibir Desenvolvedor Ajuda Compartilhar Comentários

Colar Calibri 11 Fontes Alinhamento Número Estilos Células Edição

U1 TESTE DE GRUBS

PRECISÃO INTERMEDIÁRIA											
Níveis de concentração	Concentrações obtidas						Média absorvâncias	Desvio padrão	DPR (%)	Parâmetro	Status
0,60	0,5905	0,7466	0,6224	0,6926	0,6475	0,4202	0,5164	0,133286725	25,81	11	REPROVADO
	0,4638	0,4097	0,3672	0,5045	0,4134	0,1678					
	0,5640	0,5421	0,5680	0,5242	0,5381	0,5116					
2,40	2,5278	2,4483	2,3835	2,3688	2,4459	2,6584	2,3548	0,117018695	4,97	7,3	APROVADO
	2,3641	2,3124	2,2361	2,2608	2,2743	-					
	2,2469	2,3172	2,2330	-	2,3039	2,2960					
3,60	3,2528	3,8457	3,4717	3,7191	3,7446	3,4246	3,3844	0,246082182	7,27	7,3	APROVADO
	3,1752	3,3537	2,9697	3,2829	2,9635	3,0977					
	3,5017	3,4931	3,3035	3,5116	3,3240	3,4844					

Dados brutos | Curvas em solvente e em matriz | Efeito matriz | 1ª repetição | 2ª repetição | 3ª repetição | **Precisão intermediária** | Incerteza ...

## D.2 – Tela do formulário técnico FRT-002-01 – Determinação de ferro total em água indicando os cálculos da incerteza de medição

Arquivo Página Inicial Inserir Layout da Página Fórmulas Dados Revisão Exibir Desenvolvedor Ajuda [Compartilhar](#) [Comentários](#)

K47

CÁLCULO INCERTEZA DE MEDIÇÃO DO RESULTADO										
Equação do mensurando $C = c_o \cdot \text{precisão} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right]$										
CÁLCULO DA INCERTEZA PADRÃO ASSOCIADA À REGRESSÃO DA CURVA ANALÍTICA COM AJUSTE LINEAR										
Dados			Cálculo do desvio padrão residual da reta (s)				Cálculo do somatório das diferenças entre a			
Curva analítica	$y = 0,1473x + 0,0049$		Concentração (c)	Leitura	$(B1 \cdot c + B0)$	$[A - (B1 \cdot c + B0)]$	$[A - (B1 \cdot c + B0)]^2$	Concentração (c)	$(c - c')$	$(c - c')^2$
Coefficiente angular (B1)	0,147265079		0,60	0,0755	0,0834857	-0,007985714	6,37716E-05	0,60	-1,50	2,25
Coefficiente linear (B0)	-0,004873333		0,60	0,0955	0,0834857	0,012014286	0,000144343	0,60	-1,50	2,25
Concentração média da solução padrão (c')	2,10		0,60	0,0728	0,0834857	-0,010685714	0,000114184	0,60	-1,50	2,25
Número total de medições (n)	18		1,20	0,1701	0,1718448	-0,001744762	3,04419E-06	1,20	-0,90	0,81
Desvio padrão residual da reta (s)	0,0019		1,20	0,1818	0,1718448	0,009955238	9,91068E-05	1,20	-0,90	0,81
Somatório das diferenças quadráticas (sxx)	18,90		1,20	0,1605	0,1718448	-0,011344762	0,000128704	1,20	-0,90	0,81
Concentração da amostra analisada (co)	0,83		1,80	0,2683	0,2602038	0,00809619	6,55483E-05	1,80	-0,30	0,09
Número medições para determinar co (p)	3		1,80	0,2559	0,2602038	-0,00430381	1,85228E-05	1,80	-0,30	0,09
			1,80	0,2625	0,2602038	0,00229619	5,27249E-06	1,80	-0,30	0,09
			2,40	0,3594	0,3485629	0,010837143	0,000117444	2,40	0,30	0,09
			2,40	0,3646	0,3485629	0,016037143	0,00025719	2,40	0,30	0,09
			2,40	0,3555	0,3485629	0,006937143	4,8124E-05	2,40	0,30	0,09
			3,00	0,427	0,4369219	-0,009921905	9,84442E-05	3,00	0,90	0,81
			3,00	0,4227	0,4369219	-0,014221905	0,000202263	3,00	0,90	0,81
			3,00	0,421	0,4369219	-0,015921905	0,000253507	3,00	0,90	0,81
			3,60	0,5171	0,525281	-0,008180952	6,6928E-05	3,60	1,50	2,25
			3,60	0,5376	0,525281	0,012319048	0,000151759	3,60	1,50	2,25
			3,60	0,5311	0,525281	0,005819048	3,38613E-05	3,60	1,50	2,25
						Soma	0,0019		Soma	18,90
	CÁLCULO DA INCERTEZA PADRÃO ASSOCIADA À PRECISÃO									
Dados da validação do método			Cálculo de u(prec)							
Maior desvio padrão relativo (DPR)	7,27		u(prec) = 0,0727							
Nível de concentração (mg/L)	3,60		Unidade -							
Média	0,5164									
Desvio padrão	0,1333									
Número de medições (n')	18									
CÁLCULO DA INCERTEZA PADRÃO COMBINADA										
Dados para cálculo incerteza padrão combinada			Incerteza padrão combinada - Grandezas não							
			$\sqrt{u_{(co)}^2 + u_{(prec)}^2}$							

Incerteza padrão associada à regressão da curva analítica (u(co))  $u(c_o) = \frac{s}{B1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_o - \bar{c})^2}{s_{xx}}}$

Cálculo de u(co)  
u(co) = 0,009  
Unidade mg/L

Instruções | Dados brutos | Curva analítica e resultado | **Incerteza de medição** | Relatório de ensaio | Comparação intralaboratorial | Ensaio de amostra cega ...

Arquivo Página Inicial Inserir Layout da Página Fórmulas Dados Revisão Exibir Desenvolvedor Ajuda Compartilhar Comentários

U60

INCERTEZA EXPANDIDA			
Dados para cálculo da incerteza expandida			
Grau de liberdade para precisão	$n-1$		17
Grau de liberdade par co	$n-2$		16
Coeficiente de sensibilidade co (Cco)	$c_{co} = \frac{\partial C}{\partial c_o}$		1
	$c_{co} = \frac{\partial(c_o \text{ precisão})}{\partial c_o}$		
	$c_{co} = \text{precisão}$		
	$c_{co} = 1$		
Coeficiente de sensibilidade prec (Cprec)	$c_{prec} = \frac{\partial C}{\partial \text{prec}}$		0,83
	$c_{prec} = \frac{\partial(c_o \text{ precisão})}{\partial \text{prec}}$		
	$c_{prec} = c_o$		
Grau de liberdade efetivo	$\nu_{eff} = \frac{u_c^4}{\frac{(c_{co} u_{co})^4}{n-2} + \frac{(c_{prec} u_{prec})^4}{n-2}}$		17,7148
Fator de abrangência	$k(18; 95\%)$		2,10

Incerteza expandida	$U_c = k u_c$
Cálculo incerteza expandida	
	$U_c = 0,13$

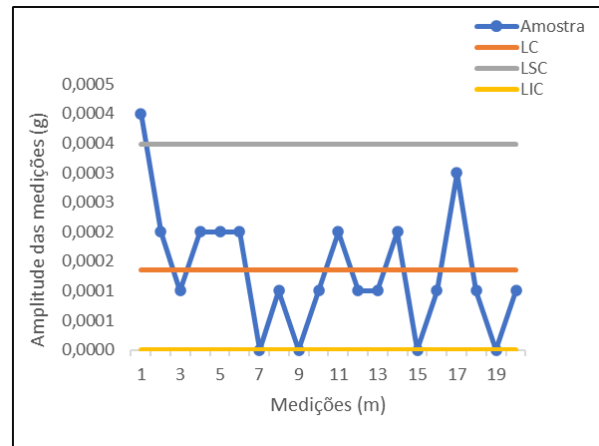
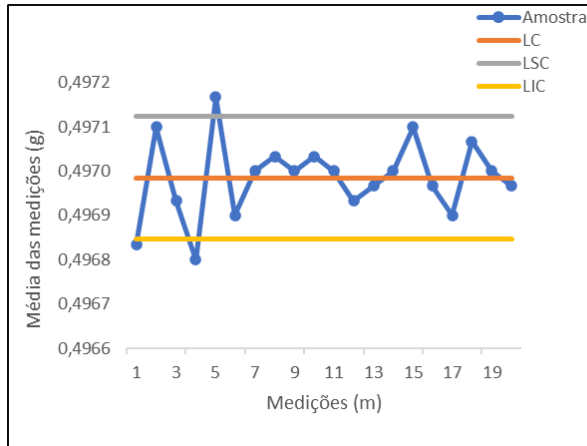
Instruções | Dados brutos | Curva analítica e resultado | **Incerteza de medição** | Relatório de ensaio | Comparação intralaboratorial | Ensaio de amostra cega ...



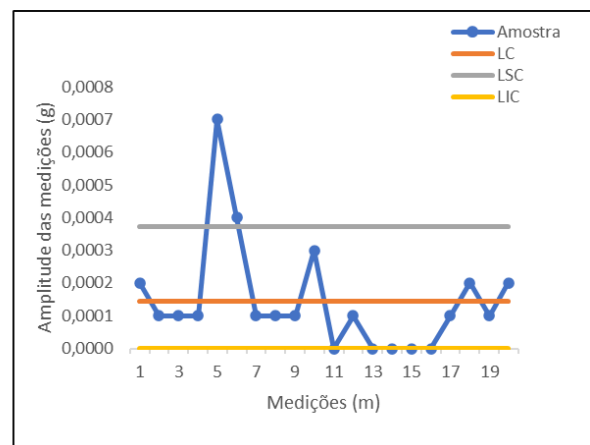
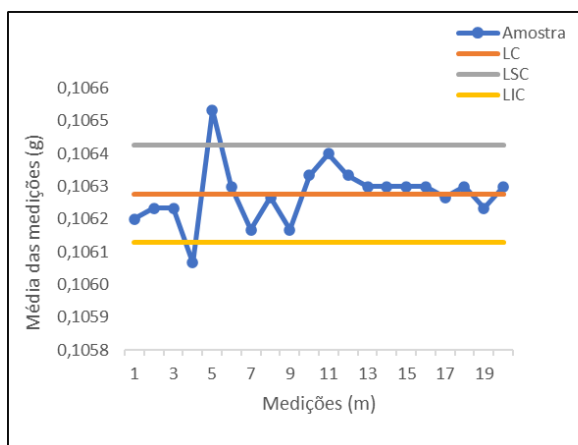
## APÊNDICE E – CARTAS CONTROLE

### E.1 – Cartas controle da balança analítica

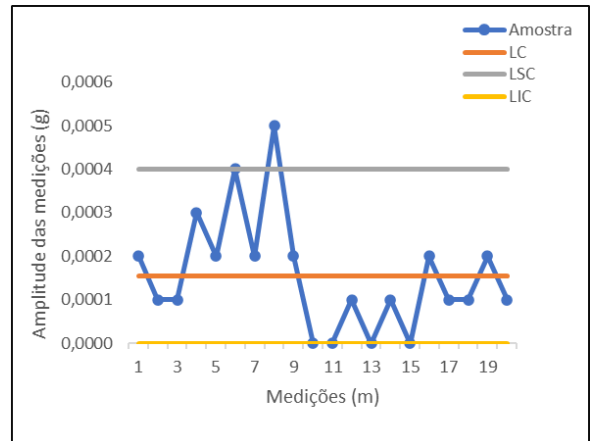
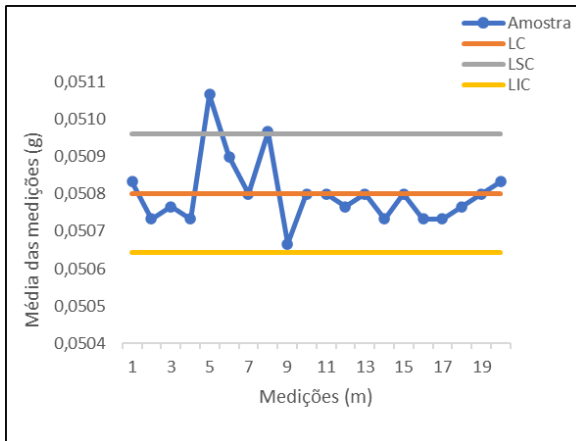
Para peso 0,5000 g:



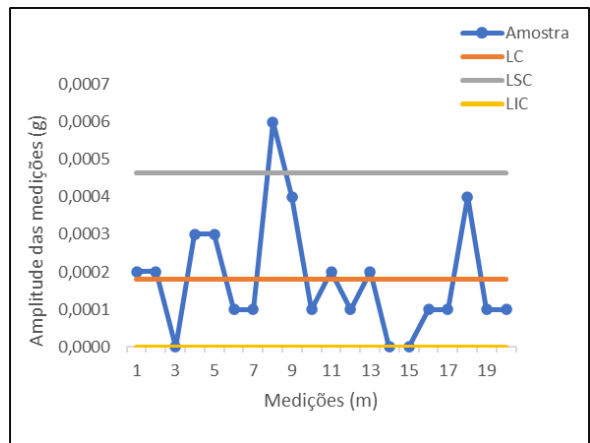
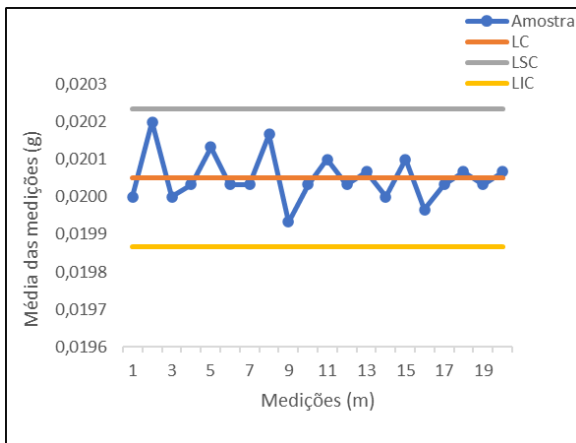
Para peso 0,1000 g:



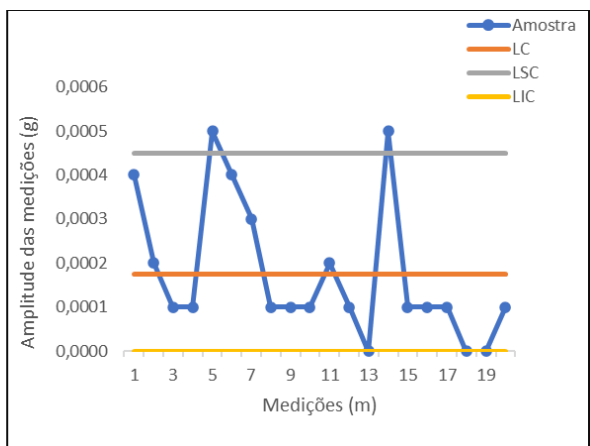
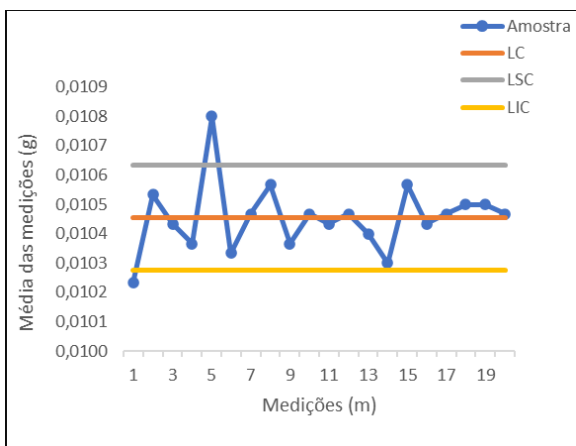
Para peso 0,0500 g:



Para peso 0,0200 g:



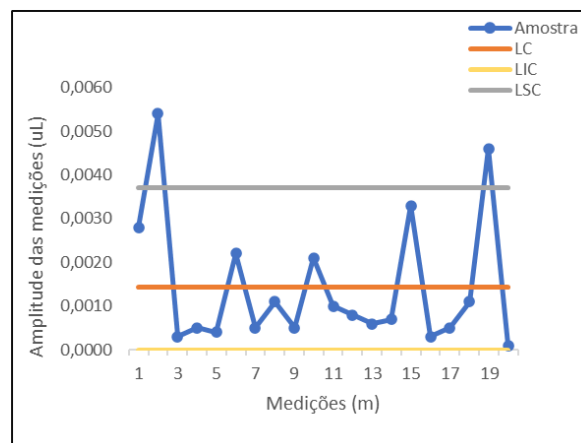
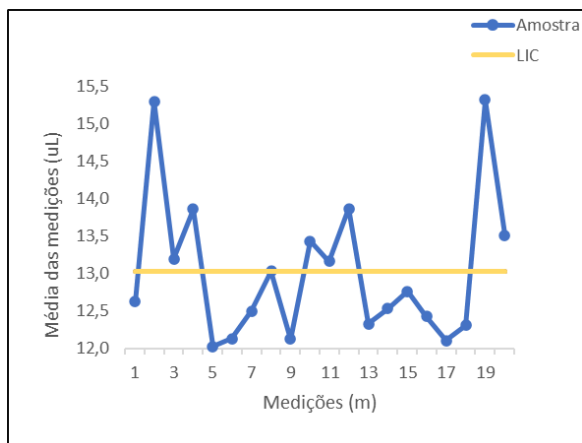
Para peso 0,0100 g:



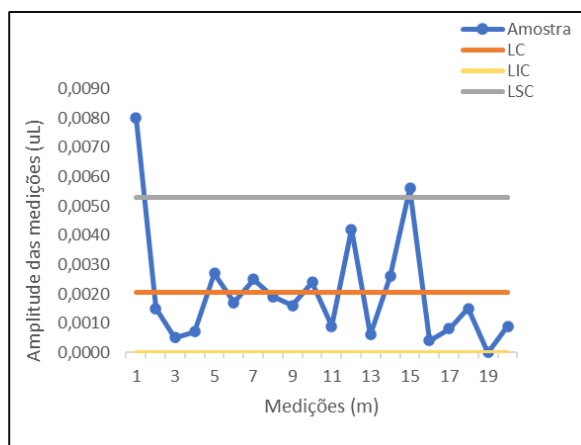
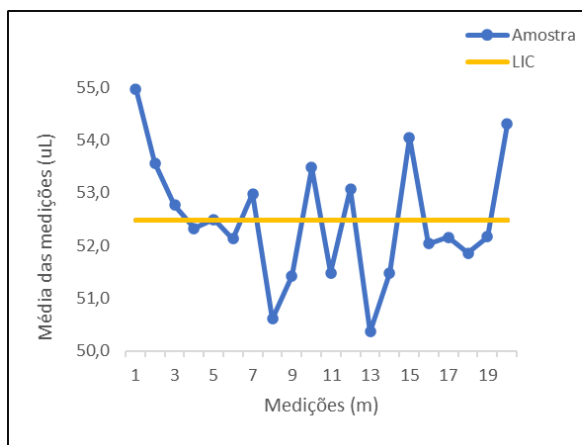
## E.2 – Cartas controle das micropipetas

### Cartas controle – Micropipetas / Micropipeta 10-100 $\mu\text{L}$

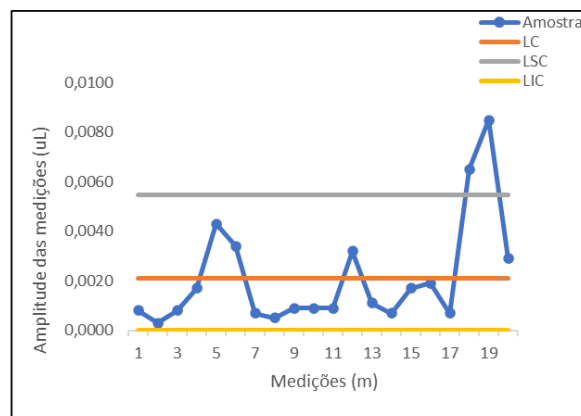
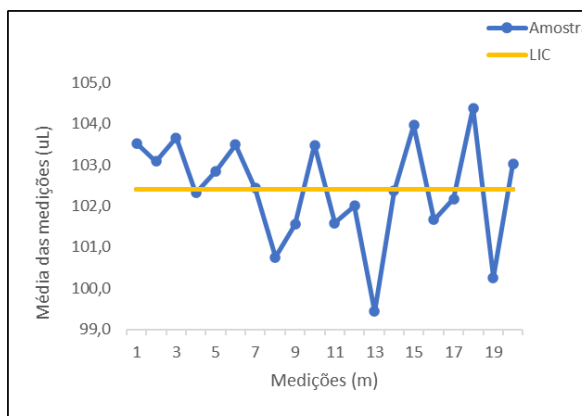
Para volume 10  $\mu\text{L}$ :



Para volume 50  $\mu\text{L}$ :

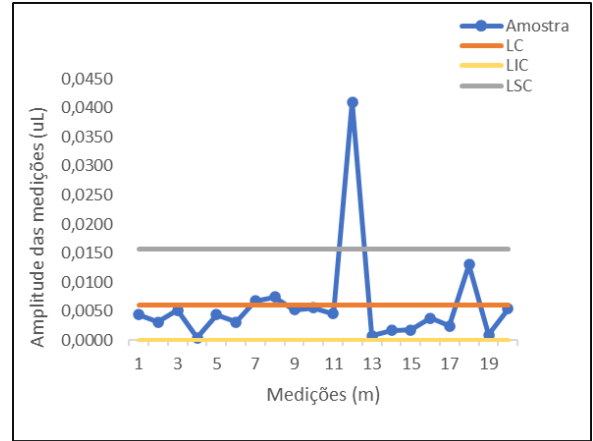
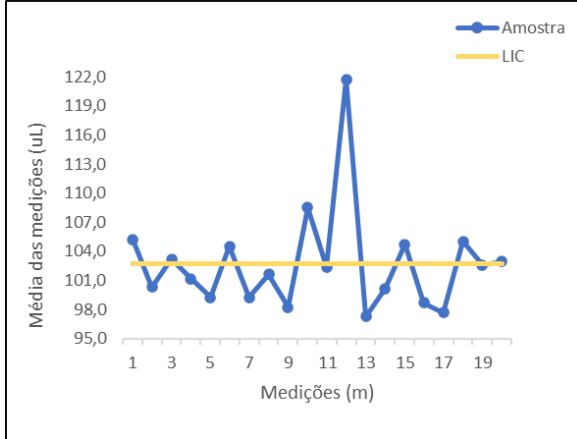


Para volume 100  $\mu\text{L}$ :

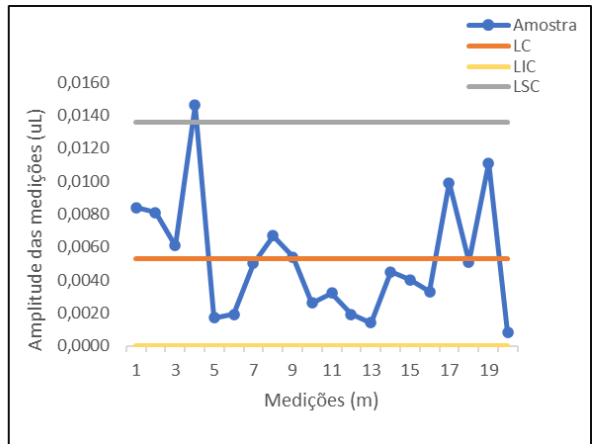
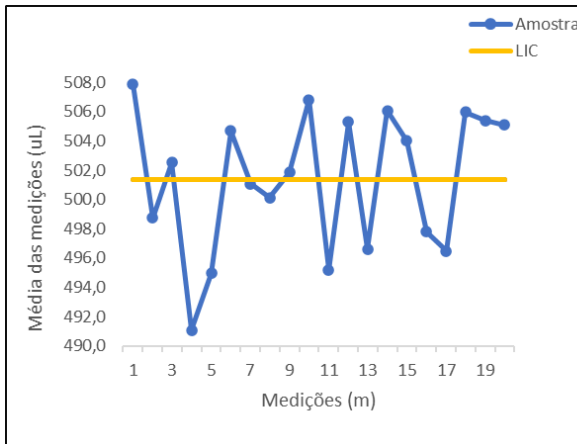


Cartas controle – Micropipetas / Micropipeta 100-1000  $\mu$ L

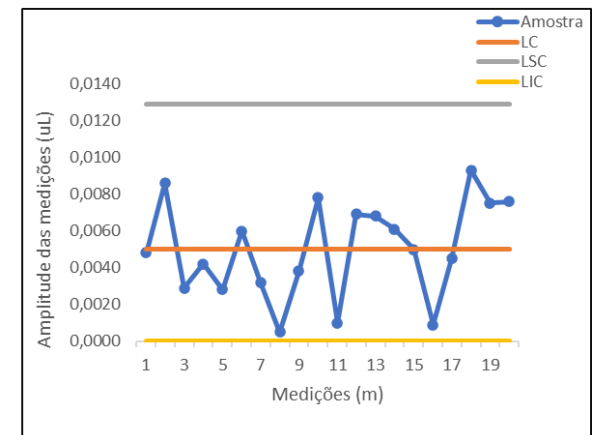
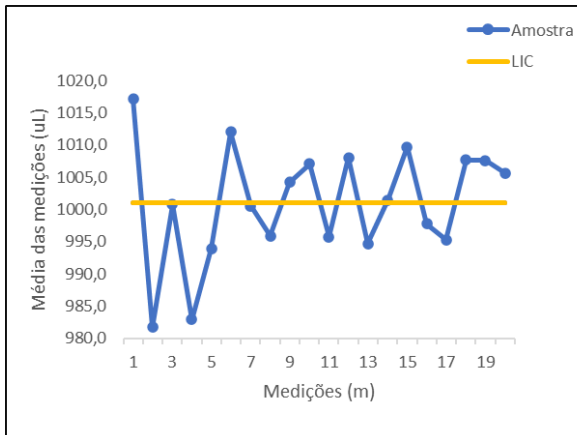
Para volume 100  $\mu$ L:



Para volume 500  $\mu$ L:

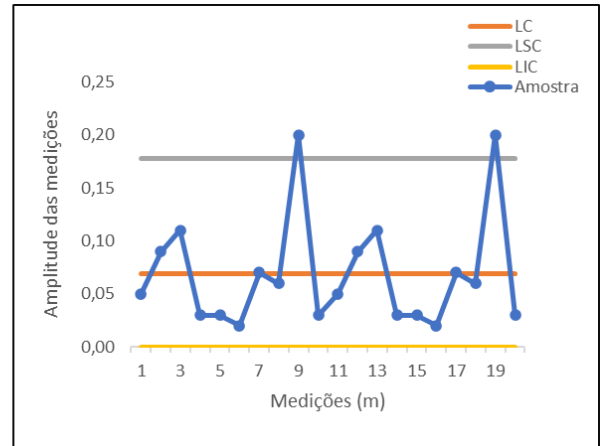
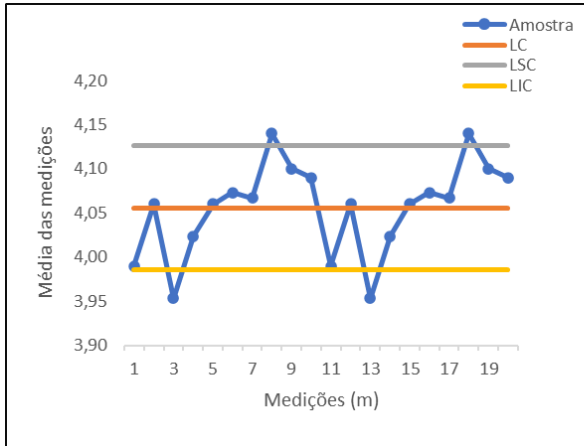


Para volume 1000  $\mu$ L:

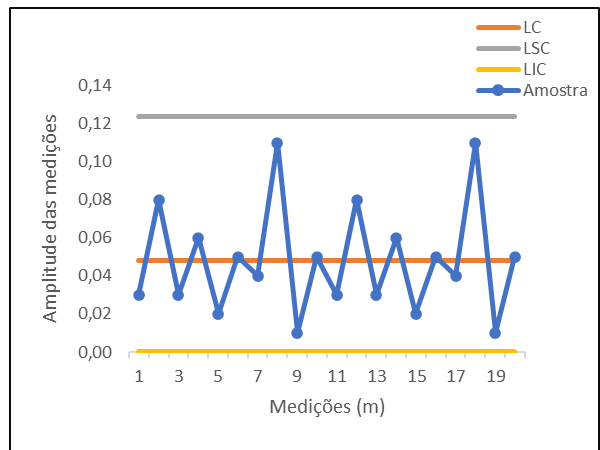
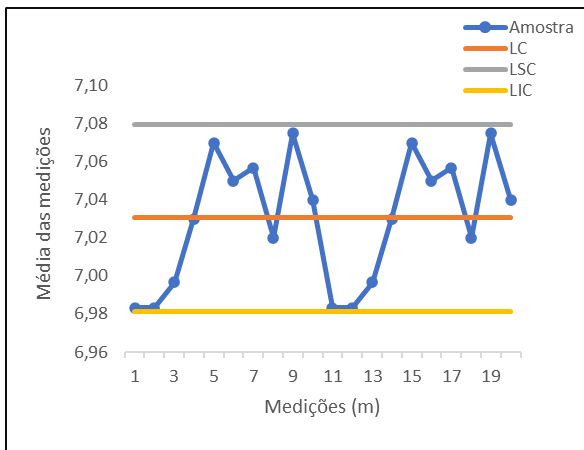


### E.3 – Cartas controle do medidor de pH

Para valor de pH 4,00:



Para valor de pH 7,00:



Para valor de pH 9,00:

