



“Oficinas Analíticas 2015 – Meio Ambiente”

**“Pontos críticos na avaliação
de um Laboratório Ambiental
– o ponto de vista de um
avaliador de laboratórios”**

Maria Teresa Raya Rodriguez



Este ensaio
seria
Reconhecido ?

Pontos críticos na execução de ensaios ...



Equipamentos

Itens de Ensaio

Material de Referência

Pessoal

Metodologia

Garantia da Qualidade

Ambiente Laboratorial

Resultado Final
Laudo Analítico

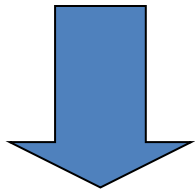




**Itens de
Ensaio**

- **Amostragem**
- **Transporte**
- **Armazenamento**

PLANO DE AMOSTRAGEM



Estudo para a
tomada da amostra

- **Preparação**
- **Equipamentos**
- **Pontos**
- **Representatividade dos Pontos**
- **Pessoas**

PLANO DE AMOSTRAGEM

Coleta, Preservação, Transporte e Armazenamento

Necessidades para cada tipo de determinação:

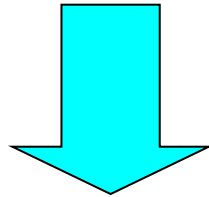
- volume mínimo representativo de amostra;
- Tipo de amostrador;
- tipo de frasco (plástico, vidro) com lavagem apropriada;
- tipo de amostragem (simples ou composta);
- preservantes adequados (ácidos, refrigeração);
- máximo tempo de armazenamento antes da determinação analítica (“in situ”, imediatamente após a coleta, horas, dias).
- Armazenamento no Laboratório sob condições especiais de temperatura, luminosidade, umidade, etc.



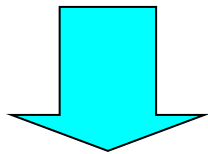
**Prevenir a contaminação
cruzada do item de ensaio!**

Acomodações do laboratório :

apropriadas ao tipo de ensaio a ser desenvolvido: espaço físico, sistemas de exaustão e suprimento de utilidades (água, gases, refrigeração, aquecimento, rede elétrica).



Validação das condições ambientais



medição e registro da fonte de variação do ensaio: temperatura, umidade, pressão, iluminação, vibrações, etc.

Boas práticas laboratoriais: possuir locais separados, ou áreas claramente designadas, para o seguinte:

- ➔ Recepção de amostras e áreas de armazenamento;
- ➔ Preparação das amostras para ensaio (por exemplo: um local separado deve ser usado para produtos em pó com possibilidade de contaminação elevada);
- ➔ Análise das amostras, incluindo a incubação;
- ➔ Manutenção dos microrganismos de referência;
- ➔ Preparação dos meios de cultura, equipamentos e vidrarias, incluindo esterilização;
- ➔ Avaliação de esterilidade, quando pertinente;
- ➔ Descontaminação.



Equipamentos

- **Calibração**
- **Verificação**
- **Descontaminação**

✓ **Programa de Calibração** para os equipamentos e planejamento das necessárias manutenções.

➤ **Frequência e Critérios de Aceitação.**

✓ **Certificado de Calibração** é o resultado de uma calibração, registrado em um documento emitido por instituição de confiança e capacitada para esta finalidade.

➤ **Analizado e Liberado para o uso com ou sem restrições.**

✓ **Verificação da Calibração** realizada pela própria equipe de analistas do laboratório para verificar a operacionalidade do equipamento.

➤ **Frequência estabelecida e Critérios de Aceitação.**



**Material de
Referência**

Rastreabilidade

**Para assegurar a rastreabilidade metrológica das
medições que realiza**



uso de materiais de referência certificados - MRC

Na falta de MRCs disponíveis uso de materiais de referência de produtores que disponibilizem informações relevantes quanto à incerteza associada e à rastreabilidade metrológica do valor atribuído ao material de referência.

Controle da exatidão da medição

Apenas materiais de referência com valores atribuídos de incerteza

Controle da precisão de medição

Materiais de referência com ou sem valores atribuídos de incerteza

Numa dada medição, um dado material de referência pode ser utilizado apenas para calibração ou para garantia da qualidade !

❑ Avaliação dos Certificados de Qualidade dos MRCs

-- Atender aos requisitos da ISO GUIA 34

-- Analisados e Liberados pelo Laboratório

❑ Avaliação dos Certificados de Qualidade dos MRs

- -Analisados e Liberados pelo Laboratório

➤ Para liberar necessariamente devem existir
Critérios de Aceitação pelo Laboratório !

Cuidados especiais para os MR e MRC:

- armazenamento: controle de temperatura, umidade, luz, choques;
- embalagem: resistente, vedada e inerte;
- manipulação: ambiente, contaminação por instrumentos de fracionamento;
- profissionalismo: responsabilidade do analista na conservação e comunicação de qualquer alteração visual.
- **Validade do Material de Referência !**



Metodologia

MÉTODO NÃO NORMALIZADO

MÉTODO NORMALIZADO

MÉTODO NÃO NORMALIZADO

É aquele desenvolvido pelo próprio laboratório ou outras partes, ou adaptado a partir de métodos normalizados e validados.

Por exemplo, métodos publicados em revistas técnicas, métodos de fabricantes de equipamentos, métodos utilizando “kits” de ensaio e instrumentos portáteis.



VALIDAÇÃO

MÉTODO NORMALIZADO

É aquele desenvolvido por um organismo de normalização ou outras organizações, cujos métodos são aceitos pelo setor técnico em questão.

Por exemplo, ABNT, ASTM, ANSI, APHA *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*



CONFIRMAÇÃO DE DESEMPENHO

Fontes de variabilidade de um Processo de Medição Analítica

- ✓ **Amostragem**
- ✓ **Ambiente**
- ✓ **Utilidades**
- ✓ **Instrumental Analítico**
- ✓ **Reagentes Químicos**
- ✓ **Pessoal**
- ✓ **Métodos de Ensaio**



**Estimativa da
Incerteza de
Medição**



**Estudo das Fontes e
Procedimento Específico**



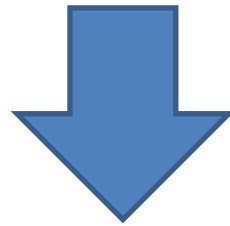
- ✓ Competência Técnica do Analista
- ✓ Programa **Contínuo** de Treinamento



com Metas e Comprovação da Eficácia !

Confiabilidade:

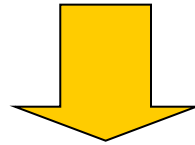
permanência da exatidão e da precisão ao longo do tempo



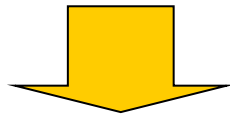
**Garantia da
Qualidade**

**“Nada é constante no mundo exceto a
VARIABILIDADE”**

**Conhecer a variabilidade natural de um
processo analítico é mantê-lo CONTROLADO!**



Controle estatístico do processo



**Ensaio intralaboratoriais e Cartas Controle-
Característica Interna do Laboratório**

Programa de Qualidade Interlaboratorial

Ensaio de Proficiência por Comparações Interlaboratoriais determinam o **desempenho** de laboratórios individuais para determinados ensaios Propostos.

- **Análise Crítica do Desempenho Registrada**
- **Monitoramento das Ações Implementadas**

Resultado Final

Laudo Analítico

➤ Procedimento deve estabelecer como será o Relatório de Ensaio

- Identificações pertinentes;
- Inclusão de TODA a informação solicitada pelo **cliente** e necessária para a **interpretação** dos resultados do ensaio ;
- Inclusão de TODA a informação requerida pela **Amostragem** quando realizada pelo Laboratório;
- Inclusão de TODA a informação requerida pelo **Método** (referência da metodologia, LQ, faixa de trabalho, incerteza, unidades)
- Assinatura do **SIGNATÁRIO** Autorizado – **Autorizações**



Este ensaio
seria
Reconhecido ?

Após aplicar
Medidas
Corretivas para
as NCs
visíveis e talvez
outras mais...

Obrigada !

mayteraya@hotmail.com