

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

**AVALIAÇÃO CRÍTICA DO PROCESSO DE IMPLEMENTAÇÃO E
AMADURECIMENTO DE UM SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE
INTEGRADO BPL (BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO) E ISO/IEC 17025**

PATRÍCIA REGINA PRADA

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE PROFISSIONAL EM QUÍMICA.

Área de concentração: QUÍMICA TECNOLÓGICA.

Orientador: Prof. Dr. Tiago Venâncio

**SÃO CARLOS - SP
2013**

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

P896ac Prada, Patrícia Regina.
Avaliação crítica do processo de implementação e amadurecimento de um sistema de gestão da qualidade integrado BPL (Boas Práticas de Laboratório) e ISO/IEC 17025 / Patrícia Regina Prada. -- São Carlos : UFSCar, 2013.
76 f.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2013.

1. Laboratórios químicos. 2. Boas práticas de laboratório. 3. ISO/IEC 17025. 4. Gestão da qualidade. 5. Estudos de validação. 6. Incerteza. I. Título.

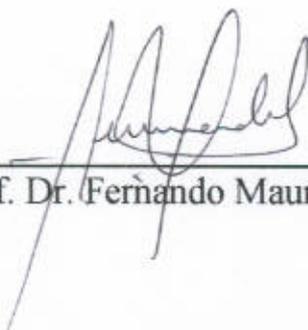
CDD: 542.1 (20^a)

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Departamento de Química
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA
Curso de Mestrado Profissional

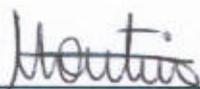
*Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a defesa de dissertação de Mestrado Profissional da candidata **Patrícia Regina Prada**, realizada em 07 de junho de 2013:*



Prof. Dr. Tiago Venâncio



Prof. Dr. Fernando Mauro Lanças



Prof. Dr. Marcos Roberto Monteiro

Dedico este trabalho à minha mãe, Angela, que tanto me incentivou... que a cada conquista me retribuía com um brilho no olhar impossível de ser esquecido e é e sempre será o meu maior exemplo de alegria e amor ao próximo.

AGRADECIMENTOS

- À Deus, que nunca me deixou faltar força para que eu sempre pudesse dar o melhor de mim;
- Ao meu pai, que sempre me apoiou e me ensinou a importância de fazer o bem, de ter humildade e caráter;
- À minha irmã, por estar sempre ao meu lado, nos bons e maus momentos, e nunca me faltar com uma palavra de incentivo;
- Ao meu noivo, Cesar, por toda compreensão e amor;
- À minha companheira de trabalho e amiga, Carla, que nunca mediu esforços para me ajudar em tudo que precisei;
- Ao meu companheiro de trabalho e amigo, Oscar, por suas valiosas contribuições profissionais, ensinamentos e conselhos;
- Ao meu orientador, Tiago, por ter aceitado esse desafio e me apoiar nas tomadas de decisão durante todo o período de realização desse trabalho;
- Aos profissionais que tiveram grande participação na minha formação na área de qualidade, Prof. Dr. Fernando Mauro Lanças, Prof. Dr. Igor Renato Bertoni Olivares e Prof. Dr. Vitor Hugo Polisél Paccès;
- Aos colegas do Laboratório de Cromatografia da USP que estiveram no grupo de pesquisa ou de prestação de serviços de 2009 a 2013. Agradeço à todos, sem exceção, por todas as discussões científicas e momentos de descontração;
- Aos amigos da graduação, Pós-graduação e república que fiz em São Carlos;
- À Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) e Universidade de São Paulo (USP) por fornecerem toda a estrutura e auxílios necessários.

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

A2LA	<i>The American Association for Laboratory Accreditation</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AC	Ação Corretiva
ANA	Agência Nacional das Águas
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
BPL	Boas Práticas de Laboratório
CGCRE	Coordenação Geral de Acreditação
CQA	Controle de Qualidade de Alta concentração
CQB	Controle de Qualidade de Baixa concentração
CQD	Controle de Qualidade de Diluição
CQM	Controle de Qualidade de Média concentração
CV	Coefficiente de Variação
DE	Diretor de Estudo
DICLA	Divisão de Acreditação de Laboratórios
DOQ	Documentos Orientativos da Qualidade
DPR	Desvio Padrão Relativo
EPR	Erro Padrão Relativo
EQP	Equipamento
EUA	Estados Unidos da América
FDA	<i>Food and Drug Administration</i>
FMN	Fator de matriz normalizado
FOR	Formulário
GIT	Gerente da Instalação de Teste
GQ	Gerente da Qualidade
GUT	Gerente da Unidade de Teste
IBAMA	Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis
IEC	<i>International Electrotechnical Commission</i>
ILAC	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LC	<i>Liquid Chromatography</i>
LD	Limite de Detecção

LIQ	Limite Inferior de Quantificação
LQ	Limite de Quantificação
LSQ	Limite Superior de Quantificação
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MET	Metodologia
MS	<i>Mass Spectrometry</i>
NBR	Norma Brasileira
NC	Não Conformidade
NIE	Norma Inmetro Específica
NIT	Norma Inmetro Técnica
OECD	<i>Organisation for Economic Co-operation and Development</i>
PE	Plano de Estudo
PNCRC	Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes
POP	Procedimento Operacional Padrão
PP	Pesquisador Principal
RAV	Relatório de Avaliação
RBC	Rede Brasileira de Calibração
RBLE	Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada
RE	Relatório de Estudo
RED	Relatório de Análise da Documentação
RIB	Relatório de Inspeção BPL
SGQ	Sistema de Gestão da Qualidade
SI	Sistema Internacional de Unidades
SMA	Secretaria do Meio Ambiente do Estado de São Paulo
TEC	Técnico
UGQ	Unidade da Garantia da Qualidade
US-FDA	<i>United States Food and Drug Administration</i>
UT	Unidade de Teste
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia

LISTA DE TABELAS

TABELA 4.1 – Requisitos das BPL (NIT-DICLA-035)	9
TABELA 4.2 – Requisitos da NBR ISO/IEC 17025	13
TABELA 4.3 – Exigências específicas de cada sistema (BPL e ISO/IEC 17025) e as comuns.....	18
TABELA 4.4 – Parâmetros avaliados em diferentes guias de validação.....	21
TABELA 5.1 – Dados avaliados sobre os sistemas BPL, ISO/IEC 17025 e integrado	36
TABELA 6.1 – Volume de procedimentos antes e após a implementação do sistema integrado	42
TABELA 6.2 – Teste de Grubbs para soluções padrão de sulfito	46
TABELA 6.3 – Teste de Cochran para soluções padrão de sulfito.....	46
TABELA 6.4 – Período de implementação e reconhecimento do sistema BPL.....	57
TABELA 6.5 – Dados das avaliações BPL.....	58
TABELA 6.6 – Não conformidades evidenciadas nas avaliações BPL	59
TABELA 6.7 – Período de implementação e acreditação do sistema ISO/IEC 17025 no Laboratório em estudo	62
TABELA 6.8 – Tempo de acreditação concedida de 2000 à 2003.....	62
TABELA 6.9 – Dados das avaliações ISO/IEC 17025.....	63
TABELA 6.10 – Não conformidades evidenciadas nas avaliações ISO/IEC 17025 ..	63

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 4.1 – Temporalidade de um estudo BPL.....	7
FIGURA 4.2 – Ciclo PDCA (<i>Plan, Do, Check, Act</i>).....	12
FIGURA 4.3 – Requisitos da ISO/IEC 17025 com maior número de não conformidades.....	19
FIGURA 4.4 – Representação do erro e incerteza de uma medida	25
FIGURA 4.5 – Estado de bem estar ao longo de um processo de implementação de sistema da qualidade	27
FIGURA 4.6 – Situação de maturidade e de não maturidade de um sistema da qualidade.....	28
FIGURA 4.7 – Fluxograma resumido do processo de acreditação/reconhecimento do INMETRO.....	29
FIGURA 4.8 – Evolução do número de laboratórios brasileiros acreditados ISO/IEC 17025 e reconhecidos BPL	32
FIGURA 6.1 – Estrutura documental do sistema integrado.....	41
FIGURA 6.2 – Etapas de preparo da solução padrão diluída do primeiro ponto da curva de calibração	48
FIGURA 6.3 – Contribuição de diferentes fontes na incerteza do preparo da solução padrão	49
FIGURA 6.4 – Incerteza padrão referente ao preparo da solução padrão, curva e precisão.....	50
FIGURA 6.5 – Maiores dificuldades do processo de implementação da ISO/IEC 17025	53
FIGURA 6.6 – Maiores benefícios do processo de implementação da ISO/IEC 17025	55
FIGURA 6.7 – Porcentagem de não conformidades identificadas no sistema em cada requisito da NIT-DICLA-035 (BPL).....	61
FIGURA 6.8 – Requisitos do Laboratório com maior incidência de não conformidades e comparação com dados de outros laboratórios	65
FIGURA 6.9 – Tempo para eliminar as não conformidades do RAV.....	66

RESUMO

AVALIAÇÃO CRÍTICA DO PROCESSO DE IMPLEMENTAÇÃO E AMADURECIMENTO DE UM SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE INTEGRADO BPL (BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO) E ISO/IEC 17025

Os laboratórios de estudo e/ou ensaios tem buscado a implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade (SGQ) como forma de obter um diferencial, que reside na maior confiabilidade e aceitação de seus resultados. Os dois principais sistemas adotados em laboratórios são as Boas Práticas de Laboratório (BPL), cujas diretrizes são definidas na NIT-DICLA-035, e a ISO/IEC 17025, conforme NBR ISO/IEC 17025. Comparativamente, as diretrizes de ambas as normas, no que se refere à etapa experimental do laboratório, possuem o mesmo objetivo, a garantia da qualidade dos resultados obtidos. Os sistemas se diferem na medida em que a ISO/IEC 17025 atua nas atividades rotineiras do laboratório como um todo, já o foco das BPL é dar embasamento a um estudo realizado. Uma análise dos elementos das normas evidencia que há grande sobreposição dos requisitos exigidos em ambas, o que torna possível manter um sistema único e integrado. Assim, o presente trabalho tem como objetivo analisar criticamente o processo de implementação e amadurecimento de um SGQ integrado conforme as BPL e a ISO/IEC 17025 implementado em um Laboratório que realiza análises de resíduos de agrotóxicos e produtos veterinários por cromatografia. A implementação do sistema foi realizada em etapas, sendo que as atividades realizadas em cada uma delas foram avaliadas. A primeira etapa consistiu na definição da equipe de garantia da qualidade. Na sequência foi definido o escopo de trabalho, seguida das etapas: análise das similaridades entre as normas e estruturação de um sistema; adaptação e elaboração de documentação para atendimento ao sistema integrado, com destaque para os procedimentos de validação de métodos e estimativa da incerteza; treinamentos; auditorias; reunião de análise crítica pela direção e por fim a montagem da documentação para envio ao INMETRO. Durante o processo de implementação foi feita uma pesquisa entre os colaboradores a respeito das dificuldades e benefícios do processo. Além disso, foi avaliado o período necessário para implementar o sistema, o período para obter o reconhecimento formal e dados das avaliações, tais como as não conformidades evidenciadas e as ações corretivas tomadas. Esses dados foram comparados com os de laboratórios no Brasil e nos EUA.

Palavras-chave: BPL, ISO/IEC 17025, Sistema de Gestão da Qualidade Integrado, Validação, Incerteza, Acreditação e Reconhecimento.

ABSTRACT

CRITICAL ASSESSMENT OF THE IMPLEMENTATION AND MATURING PROCESS OF AN INTEGRATED QUALITY MANAGEMENT SYSTEM GLP (GOOD LABORATORY PRACTICE) AND ISO/IEC 17025

The tests and/or study laboratories have sought the implementation of Quality Management Systems (QMS) in order to obtain a differential, which is the greater reliability and acceptance of their results. The two main systems adopted in laboratories are the Good Laboratory Practices (GLP), which guidelines are defined in NIT-DICLA-035, and ISO/IEC 17025, according to NBR ISO/IEC 17025. Comparatively, the guidelines of both standards, in respect to the experimental stage of laboratory, have the same goal, to guarantee the quality of the results. The systems differ in that the ISO/IEC 17025 operates in the laboratory routine activities as a whole, in contrast GLP focus is to serve as a base to a study that is accomplished. An analysis of the elements of the standards shows that there is substantial overlap in both of the requirements, which makes it possible to maintain a single and integrated system. Thus, this paper aims to analyze critically the implementation and maturation process of an integrated QMS according to GLP and ISO/IEC 17025 implemented in a Laboratory that performs tests of pesticides and veterinary products residues using chromatography. The system implementation was done in stages, and the activities performed in each one were evaluated. The first step consisted in defining the quality assurance team. Next it was defined the work scope, followed by the steps: analysis of the similarities between the standards and structuring of a system; adaptation and elaboration of documentation to comply with the integrated system, with emphasis on the methods validation and uncertainty estimation procedures; training; audits; critical analysis meeting by management and finally organize the documentation for submission to INMETRO. During the implementation process it was conducted a survey among collaborators about the difficulties and benefits of the process. In addition, it was evaluated the time required to implement the system, the period to get the formal recognition and audit data, such as noncompliance highlighted and corrective actions taken. These data were compared with those obtained in Brazil and the USA laboratories.

Keywords: GLP, ISO/IEC 17025, Integrated Quality Management System, Validation, Uncertainty, Accreditation and Recognition.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS.....	4
3. JUSTIFICATIVAS	5
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
4.1. Boas Práticas de Laboratório (BPL)	6
4.2. Sistema ISO/IEC 17025	10
4.3. Comparação BPL e ISO/IEC 17025	16
4.4. Requisitos com alta incidência de não conformidades	19
4.4.1. Validação de métodos.....	20
4.4.2. Estimativa da incerteza	24
4.5. A importância do comprometimento da alta direção.....	26
4.6. A maturidade de um sistema de gestão da qualidade.....	26
4.7. O sistema brasileiro de acreditação ISO/IEC 17025 e reconhecimento BPL ..	28
4.8. Perfil dos laboratórios no Brasil.....	32
4.9. Apresentação do Laboratório em Estudo	34
5. METODOLOGIAS.....	35
5.1. Etapas de implementação do sistema integrado.....	36
5.2. Pesquisa sobre a implementação do sistema integrado	37
5.3. Perfil da equipe de trabalho do Laboratório.....	37
5.4. Período de implementação.....	37
5.5. Análise das avaliações/inspeções.....	37
5.6. Formalização do sistema.....	38
6. RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
6.1. Etapa 1: Definição da equipe de garantia da qualidade	39
6.2. Etapa 2: Definição do escopo de trabalho.....	40
6.3. Etapa 3: Análise das similaridades entre as normas e estruturação de um sistema.....	40
6.4. Etapa 4: Adaptação e elaboração de documentação para atendimento ao Sistema Integrado	41
6.4.1. Procedimentos adaptados.....	42
6.4.1.1. Manual da qualidade.....	42
6.4.1.2. Treinamentos	43
6.4.1.3. Validação de métodos	43
6.4.2. Procedimentos elaborados.....	47
6.4.2.1. Análise crítica pela direção.....	47

6.4.2.2. Atendimento às exigências do cliente	47
6.4.2.3. Estimativa da incerteza	47
6.5. Etapa 5: Treinamentos	50
6.6. Etapa 6: Auditorias	51
6.7. Etapa 7: Reunião de análise crítica pela direção.....	52
6.8. Etapa 8: Montagem do dossiê	52
6.9. Pesquisa sobre a implementação do sistema integrado	53
6.10. Análise crítica do processo de reconhecimento BPL	57
6.11. Análise crítica do processo de acreditação ISO/IEC 17025	61
6.12. A maturidade do Sistema de Gestão da Qualidade no Laboratório em estudo... ..	66
7. PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS	68
8. CONCLUSÕES.....	69
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	70

1. INTRODUÇÃO

No momento atual, no que se refere a laboratórios de ensaios ou estudos, no âmbito de prestação de serviços, tem-se observado uma concorrência acirrada, principalmente para atendimento às legislações nacionais e internacionais e busca de novos mercados. É consenso que o diferencial entre tais laboratórios reside em maior confiabilidade e aceitação de seus resultados, o que tem levado tais organizações a buscar a implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade. A tendência é que com o passar do tempo essa busca das organizações pela qualidade deixe de ser uma estratégia de diferenciação no mercado, e alguns autores já defendem que esta seja uma condição de preexistência ^[1].

A literatura apresenta uma variedade de definições para o termo qualidade, em que se destacam:

- Adequação ao uso ^[2];
- Conjunto de características, propriedades, atributos ou elementos que compõem bens e serviços ^[3];
- Atendimento às especificações ^[4];
- Condição de excelência que implica ótima qualidade ou buscar o padrão mais alto ao invés de se contentar com o mal feito ou fraudulento ^[5].

De forma geral, e partindo do pressuposto que a definição apresentada a seguir incorpora as demais, Qualidade pode ser definida como:

- Capacidade em atender as necessidades e expectativas do cliente ^[6].

No contexto geral de atendimento a estas necessidades e expectativas, faz-se necessário direcionar e padronizar todos os processos da organização e também melhorá-los continuamente. Estes objetivos são alcançados por meio da implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade.

Um sistema pode ser visualizado como um conjunto de partes que interagem entre si formando um todo com objetivos comuns; já o conceito de gestão da qualidade pode ser entendido como um conjunto de atividades destinadas a viabilizar a política da qualidade e os objetivos da organização em termos da qualidade ^[3]. Assim, a implementação de um sistema de gestão da qualidade em

laboratórios de ensaios busca incessantemente atingir os objetivos da qualidade, de forma a obter excelência na prestação do serviço, em atendimento aos anseios e características da organização e com foco nas necessidades e expectativas do cliente. É importante ressaltar que qualidade é um trabalho de todos, e quando se fala em serviços e sua excelência, está sendo feita referência essencialmente a pessoas e suas competências. Dessa forma, se caracteriza a importância do elemento humano, sua qualidade e efetivo envolvimento como um grande diferencial para o sucesso do negócio ^[7].

Por ser a qualidade uma ação que requer dedicação, esforço e foco, foi desenvolvido um modelo geral que visa envolver os recursos humanos no esforço pela qualidade ^[3]. As etapas do processo se dividem em dois grupos: Pré-requisitos e Ações.

São Pré-requisitos Básicos do Programa de Envolvimento definir os objetivos, detalhando a ação das pessoas em termos da qualidade. É importante buscar conciliar os objetivos individuais com os da organização. Os meios adequados também devem estar disponíveis, a fim de viabilizar as ações. Além disso, o ambiente deve ser adequadamente estruturado, pois ambiente físico e organizacional são fatores que influenciam na execução do trabalho.

Entre as Ações Básicas do Programa está a criação de referenciais para as ações das pessoas. Esta fase inclui exemplos pessoais (relacionamento interpessoal) e institucionais (plano de cargos e salários bem caracterizado e conhecido; modelos transparentes de gestão e mecanismos de reconhecimento) e é decisiva na obtenção do comprometimento da equipe. Já a etapa de treinamento consiste em transferir o “como fazer”, gerando-se assim as competências. A terceira ação refere-se à motivação, que é quando ficam explícitos o “por que fazer”, sendo que o foco é o empenho das pessoas no “fazer”, por uma atitude motivadora. Finalmente, o esforço deve estar associado a uma vantagem bem definida, e é importante que exista reciprocidade entre as partes, que deve ser negociada.

No universo de laboratórios, os dois sistemas amplamente adotados são as Boas Práticas de Laboratório (BPL), cujas diretrizes são definidas na norma NIT-DICLA-035 ^[8], e a ISO/IEC 17025, conforme NBR ISO/IEC 17025 ^[9]. A NBR ISO/IEC 17025 é uma norma específica para atestar a competência de laboratórios. Já a NIT-DICLA-035 é uma norma abrangente que compreende todas as etapas de um

estudo. No entanto, o foco do presente trabalho está apenas em apresentar os requisitos gerais da NIT-DICLA-035 aplicados no laboratório.

Assim, ao direcionar os requisitos gerais da NIT-DICLA-035 para aplicação no laboratório é possível encontrar as semelhanças com os requisitos da NBR ISO/17025 e aplicá-los de forma integrada no laboratório.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como principal objetivo analisar criticamente o processo de implementação e amadurecimento do Sistema de Gestão da Qualidade integrado conforme Boas Práticas de Laboratório (BPL) e ISO/IEC 17025 em um Laboratório que realiza análises cromatográficas e propor melhorias que tornassem o sistema mais eficiente.

Mais especificamente o objetivo foi fazer um levantamento das condições iniciais do laboratório para início das atividades da implementação do sistema integrado até a obtenção da acreditação ISO/IEC 17025 e manutenção do reconhecimento BPL junto à Cgcre/INMETRO.

3. JUSTIFICATIVAS

O mercado de trabalho tem exigido de seus profissionais o conhecimento de sistemas de gestão; seja para atuar diretamente no setor da Garantia da Qualidade, ou para realizar as atividades que são atribuídas conforme sistemáticas definidas pelos sistemas implementados. Neste contexto, faz-se necessário que toda a equipe envolvida (alta direção, técnica e da qualidade) não apenas conheça os requisitos das normas de qualidade, mas seja capaz de atuar de forma crítica, participativa e comprometida tanto no processo de implementação quanto de manutenção de um sistema. Assim, esse trabalho busca, a partir de uma análise crítica de todo o processo de implementação e manutenção dos sistemas, auxiliar a equipe do Laboratório em estudo à obter essas habilidades e também visa auxiliar gerentes da qualidade e equipes que estejam passando ou buscam passar por processos semelhantes.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1. Boas Práticas de Laboratório (BPL)

Os princípios BPL foram desenvolvidos pela OECD (*Organisation for Economic Co-operation and Development*) em 1978, que utilizou como referência os princípios estabelecidos pelo US-FDA (*United States Food and Drug Administration*) em 1976. Após o desenvolvimento dos requisitos, a BPL passou a ser formalmente recomendada para ser utilizada pelos países membros da OECD em 1981 ^[6].

As diretrizes BPL (FDA) foram escritas devido à necessidade de um melhor controle dos dados gerados, desde o planejamento dos estudos, documentação de dados e sua retenção, até a emissão do relatório final e sua submissão às autoridades competentes. Tais controles inibiriam as fraudes e contribuiriam para o aumento dos cuidados com o planejamento, condução e dados do estudo ^[10]. Na comunidade europeia (OECD), várias foram as razões da adoção desta norma, entre elas, evidência de que os estudos apresentados apresentavam planejamento inadequado dos experimentos, gerenciamento ou condução impróprios, alterações em dados sem justificativa, documentação incompleta e pessoal desqualificado ou com formação questionável ^[11].

No Brasil, o programa de monitoramento BPL foi desenvolvido em 1995 pela Cgcre (Coordenação Geral de Acreditação) do INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia), que utilizou a versão de documentos publicados pela OECD para estabelecer procedimentos e documentos normativos para serem utilizados no reconhecimento da conformidade de instalações/unidades de teste aos princípios das BPL. Essa iniciativa se deu em virtude de uma demanda do IBAMA (Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis), que em 1994 estabeleceu, por meio da Portaria nº 139/94, que estudos toxicológicos, ecotoxicológicos e físico-químicos para avaliação de agrotóxicos, componentes e afins, com fins de registro destes produtos, deveriam ser realizados por laboratórios acreditados pelo INMETRO segundo as Boas Práticas de Laboratório ^[12].

Em 2009 o programa brasileiro BPL passou por uma avaliação realizada pela OECD, obtendo em 2011 a adesão plena aos atos dessa Organização relacionada ao sistema de aceitação mútua de dados BPL. Dessa forma, as instalações de teste

brasileiras reconhecidas pela Cgcre passaram a ter, após essa avaliação, os seus testes em produtos "agrotóxicos, seus componentes e afins" e "produtos químicos industriais" aceitos pelos países membros da OECD e não membros com adesão plena. Posteriormente, o INMETRO espera ampliar a aceitação de testes de demais substâncias, tais como produtos farmacêuticos, cosméticos, aditivos de alimentos e de rações, produtos veterinários, entre outros [12].

A BPL é definida na NIT-DICLA-035 como um "Sistema de gestão de qualidade que abrange o processo organizacional e as condições nas quais estudos não-clínicos de saúde e de segurança ao meio ambiente são planejados, desenvolvidos, monitorados, registrados, arquivados e relatados". Este sistema é aplicado principalmente nos casos em que o patrocinador, que pode ser representado por uma Instituição ou indivíduo, tem interesse em submeter um estudo às autoridades regulamentadoras para obtenção do registro de produtos.

A NIT-DICLA-035 é uma norma abrangente, que compreende todas as etapas de um estudo. O estudo inicia-se com a assinatura do plano de estudo (PE), na sequência é realizada a fase de campo, posteriormente a fase de laboratório e o estudo termina com a assinatura do relatório de estudo (RE). Essa temporalidade pode ser visualizada na Figura 4.1.

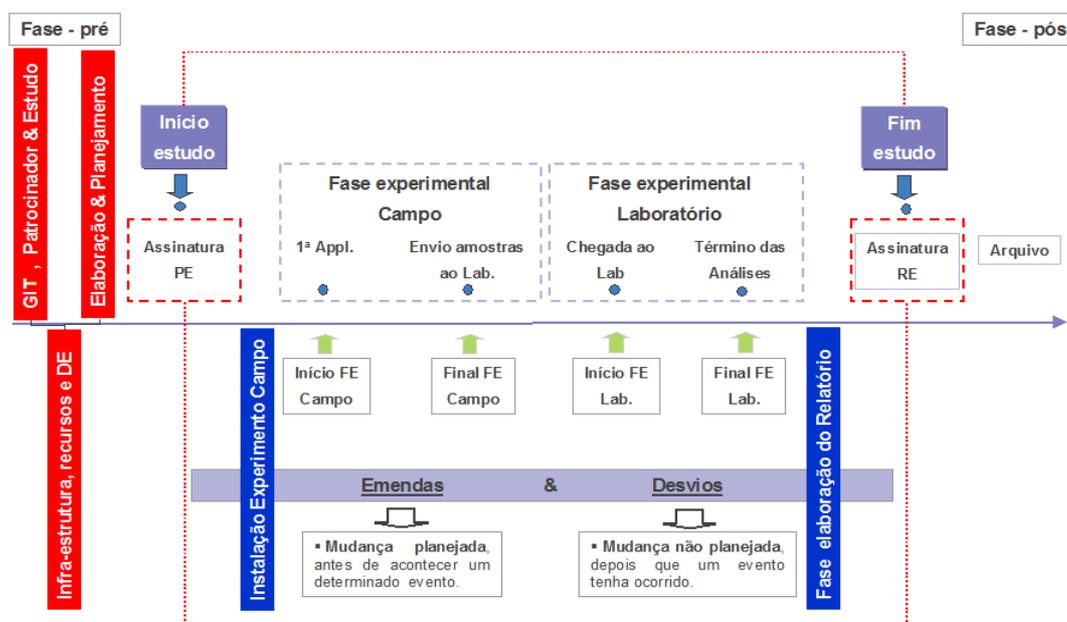


FIGURA 4.1 – Temporalidade de um estudo BPL (adaptado de BAHIA FILHO [11]).

Quando um laboratório particular é subcontratado para a realização da etapa experimental de laboratório, o primeiro aspecto a ser considerado é que este deve

seguir as diretrizes do Plano de Estudo (PE), previamente elaborado pelo Diretor de Estudo (DE). Esse plano é enviado ao laboratório já aprovado pelo Patrocinador, Gerente da Instalação de Teste (GIT), Unidade da Garantia da Qualidade (UGQ) e Diretor de Estudo (DE). O laboratório atua como uma das Unidades de Teste (UT) do estudo e o gerente do laboratório se constitui como um Gerente da Unidade de Teste (GUT), conforme nomenclatura usada na norma, e tem as mesmas responsabilidades do GIT para aquela Unidade de Teste. Além disso, há a presença do Pesquisador Principal (PP), que representa o DE. Outro aspecto a ser considerado é que além da UGQ da Instalação de Teste, há a UGQ do laboratório (Unidade de Teste), que deve realizar as inspeções das fases críticas da etapa de laboratório e reportar as constatações observadas ao GUT e PP, que estão alocados na Unidade de Teste, e ao GIT, DE e sua UGQ, alocados na Instalação de Teste.

Uma segunda possibilidade ocorre quando o laboratório é contratado para realizar a etapa experimental de laboratório, mas apenas essa etapa será conduzida conforme as BPL. Nesse caso, o laboratório é denominado como Instalação de Teste, há a presença do GIT e do DE, e deve ser elaborado tanto um plano de estudo da etapa de laboratório quanto um relatório final dessa etapa. Além disso, a UGQ do laboratório é a única UGQ do estudo e a mesma deve conduzir as inspeções das etapas críticas do estudo e também inspeções das instalações e de processo.

Para que o laboratório demonstre que opera conforme as Boas Práticas de Laboratório, devem ser atendidos os requisitos da NIT-DICLA-035, representados na Tabela 4.1 e detalhados na sequência.

Vale ressaltar que o presente trabalho está focado apenas em apresentar como foi feita a adaptação e aplicação dos requisitos gerais da NIT-DICLA-035 no laboratório, o qual é responsável pela condução da fase experimental de laboratório.

TABELA 4.1 – Requisitos das BPL (NIT-DICLA-035) ^[8]

Item da norma (Seção II)	Assunto
1	Organização e pessoal da Instalação de Teste
2	Programa da Garantia da Qualidade
3	Instalações
4	Equipamentos, materiais e reagentes
5	Sistema Teste
6	Substância Teste e Substância de Referência
7	Procedimentos Operacionais Padrão
8	Execução do estudo
9	Relatando os resultados do estudo
10	Armazenamento e retenção de registros e materiais

É apresentado a seguir um breve resumo dos principais assuntos abordados em cada requisito da NIT-DICLA-035.

- 1) **Organização e pessoal da Instalação de Teste:** especifica as responsabilidades da Gerência da Instalação de Teste (GIT), do Diretor de Estudo (DE) e do Pessoal do Estudo. Cabe ao GIT prover estrutura adequada, designar pessoal qualificado para cada cargo e aprovação e manutenção do sistema. O DE tem a responsabilidade global pela condução do estudo e pelo relatório final. Já o pessoal do estudo deve conhecer os princípios BPL, registrar prontamente os dados brutos, além de ser responsável pela qualidade dos dados produzidos.
- 2) **Programa da Garantia da Qualidade:** o programa da garantia da qualidade tem como principal responsabilidade assegurar que os estudos executados estão em conformidade com os princípios BPL, por meio de inspeções de estudo, instalações e processo.
- 3) **Instalações:** as instalações devem se adequadas ao tipo de trabalho, com separação efetiva entre as áreas que apresentem diferentes tipos de atividades.
- 4) **Equipamentos, materiais e reagentes:** os equipamentos devem ser calibrados e inspecionados periodicamente e os materiais e reagentes devem estar devidamente identificados e dentro do prazo de validade.

- 5) **Sistema Teste:** devem ser registradas as condições de recebimento das amostras e a sua procedência; as mesmas devem possuir identificação unívoca e serem rastreáveis durante todo o processo.
- 6) **Substância Teste e Substância de Referência:** deve haver rastreabilidade do recebimento e uso correto das substâncias, conforme procedimentos. Além disso, as substâncias devem ser identificadas, caracterizadas e possuir data de validade.
- 7) **Procedimentos Operacionais Padrão:** os procedimentos devem ser aprovados, estar disponíveis, vigentes e serem adequados às atividades realizadas.
- 8) **Execução do estudo:** para cada estudo deve ser elaborado um plano de estudo, que deve conter um conjunto mínimo de informações; a identificação de um estudo é única e deve ser carregada por todos os itens que disserem respeito a ele; todos os dados gerados devem ser registrados diretamente, prontamente, exatamente e legivelmente, pela pessoa que gerou os dados e os registros devem ser assinados/rubricados e datados.
- 9) **Relatando os resultados do estudo:** os resultados devem ser reportados em um relatório final, que deve conter alguns itens mínimos, tais como: título descritivo, identificação da substância teste e de referência, informações sobre o patrocinador e o laboratório, datas de início e término dos experimentos, descrição dos materiais e métodos, resultados e local de armazenamento do plano de estudo, dados brutos e relatório final.
- 10) **Armazenamento e retenção de registros e materiais:** os registros e materiais devem ser retidos em arquivo, por período definido por autoridades apropriadas; deve haver controle de entradas e retiradas de materiais do arquivo, o que é responsabilidade do arquivista, que deve ser designado para a função.

4.2. Sistema ISO/IEC 17025

A ISO (*International Organization for Standardization*) é uma entidade não governamental formada por organismos nacionais de normalização. Fundada em 1947, com o objetivo de desenvolver normas técnicas internacionais, já desenvolveu mais de 19500 normas. Dentre as mais conhecidas estão a ISO 9001, aplicável para empresas em geral, e a ISO 14001, referente à Gestão Ambiental. A ABNT

(Associação Brasileira de Normas Técnicas) é a representante oficial brasileira da entidade ISO ^[13].

No Brasil, a atividade de acreditação iniciou-se em 1983, mas não havia ainda no país uma disseminação da cultura metrológica e da qualidade ^[14]. Em dezembro de 1999 a ISO publicou a Norma ISO/IEC 17025 (Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração), sendo a versão brasileira publicada pela ABNT em 2001 e posteriormente revisada em 2005. A ISO/IEC 17025 de 2001 substituiu a ISO/IEC Guia 25 (ABNT ISO/IEC Guia 25:1993), que era utilizada pelo INMETRO como requisito para o credenciamento de laboratórios ^[15]. Com o objetivo de permitir que os laboratórios credenciados ou postulantes ao credenciamento tivessem tempo hábil para se adequar às alterações que se fizessem necessárias, o INMETRO estabeleceu uma política de transição, estabelecendo que ao final de 2002 todos os laboratórios estivessem adequados à nova norma, conforme orientação do ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*) ^[16].

A norma NBR ISO/IEC 17025 apresenta os requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaios e/ou calibração. O termo competência está relacionado à maneira como o laboratório é avaliado: em auditoria ISO/IEC 17025 para obtenção da acreditação há a presença de um avaliador especialista, que possui conhecimentos técnicos na área de atuação do laboratório. A presença deste avaliador especialista é específico de auditorias ISO/IEC 17025. Em auditorias BPL não há, necessariamente, avaliadores familiarizados com as técnicas presentes no laboratório.

Assim como outros sistemas estabelecidos por normas ISO, a NBR ISO/IEC 17025 é baseada no ciclo PDCA (*Plan-Do-Check-Act*), criado por Deming ^[17]. Este ciclo é um instrumento que visa promover uma melhoria contínua do processo, independente de sua natureza, com o objetivo de garantir o alcance das metas necessárias à sobrevivência e crescimento das organizações. É relevante mencionar que até mesmo processos tidos como satisfatórios podem ser constantemente aperfeiçoados, adequando-se às necessidades presentes e futuras da organização e dos clientes. Assim, parece coerente dizer que a qualidade sempre será buscada, mas nunca alcançada.

A Figura 4.2 ilustra o ciclo PDCA, que consiste das seguintes etapas:

- Etapa 1 (*Plan*/Planejar): São determinadas as metas e a maneira de alcançá-las. O planejamento deve ser difundido por toda a organização, o que pode ser feito por meio de uma declaração denominada de política da qualidade.
- Etapa 2 (*Do*/Executar): Execução do que foi planejado. É importante prover treinamento aos envolvidos para que as atividades sejam realizadas com eficiência e realizar verificações constantes a fim de propor ações corretivas caso sejam necessárias.
- Etapa 3 (*Check*/Verificar): O pessoal envolvido com a garantia da qualidade desempenha papel principal nessa etapa. Esta equipe da qualidade será responsável por analisar criticamente o processo executado e relatar as observações e conclusões.
- Etapa 4 (*Act*/Agir): Partindo do pressuposto de que a melhoria contínua é feita a partir do momento em que as metas são atingidas, duas possibilidades devem ser consideradas: se a meta foi atingida deve-se reiniciar o ciclo, propondo novos desafios; se o que foi executado não estiver de acordo com o planejado, devem ser elaborados planos de ação.

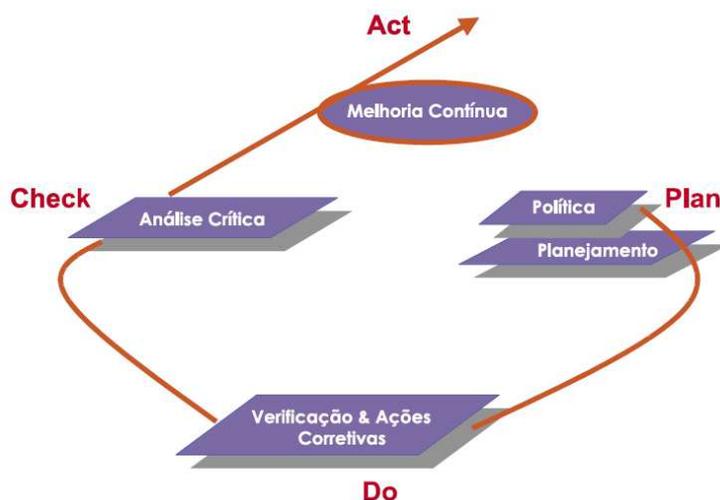


FIGURA 4.2 – Ciclo PDCA (*Plan, Do, Check, Act*)^[18].

Os requisitos da NBR ISO/IEC 17025 são divididos em dois blocos: os requisitos da direção (seção 4) e os técnicos (seção 5), conforme apresentado na Tabela 4.2.

TABELA 4.2 – Requisitos da NBR ISO/IEC 17025 ^[9]

Requisitos da Direção	Requisitos Técnicos
4.1. Organização;	5.1. Generalidades;
4.2. Sistema de gestão;	5.2. Pessoal;
4.3. Controle de documentos;	5.3. Acomodações e condições ambientais;
4.4. Análise crítica de pedidos, propostas e contratos;	5.4. Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos;
4.5. Subcontratação de ensaios e calibração;	5.5. Equipamentos;
4.6. Aquisição de serviços e suprimentos;	5.6. Rastreabilidade de medição;
4.7. Atendimento ao cliente;	5.7. Amostragem;
4.8. Reclamações;	5.8. Manuseio de itens de ensaio e calibração;
4.9. Controle de trabalhos de ensaio e/ou calibração não conforme;	5.9. Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração;
4.10. Melhoria;	5.10. Apresentação de resultados.
4.11. Ação Corretiva;	
4.12. Ação Preventiva;	
4.13. Controle de registros;	
4.14. Auditorias internas;	
4.15. Análise crítica pela direção.	

Segue abaixo um breve resumo dos principais assuntos abordados e exigidos em cada requisito da Seção 4 ^[9].

4.1) Organização: todo o contexto desse item está relacionado com a estrutura organizacional do laboratório que irá conduzir os ensaios, com destaque para as seguintes exigências: a entidade deve ser legalmente responsável, deve haver uma estrutura organizacional e gerencial e a direção e pessoal devem ser livres de pressões que possam afetar a qualidade.

4.2) Sistema de gestão: o sistema de gestão adotado pelo laboratório deve ser apropriado ao escopo das atividades realizadas, há a necessidade do estabelecimento de uma política da qualidade e comprometimento da alta direção.

4.3) Controle de documentos: todos os documentos que fazem parte do sistema de gestão, internos e externos, devem ser controlados; deve haver um mecanismo de controle para que todos os documentos pertinentes estejam disponíveis e não sejam utilizados documentos inválidos.

4.4) Análise crítica de pedidos, propostas e contratos: deve ser verificada a capacidade e recursos do laboratório para atendimento ao pedido do cliente e a análise crítica realizada deve cobrir trabalhos subcontratados.

4.5) Subcontratação de ensaios e calibração: o subcontratado deve ser competente, a subcontratação deve ser informada ao cliente e deve haver um cadastro dos subcontratados.

4.6) Aquisição de serviços e suprimentos: deve ser estabelecida uma sistemática de compra de suprimentos que afetem a qualidade dos ensaios e os itens adquiridos devem ser inspecionados antes do uso.

4.7) Atendimento ao cliente: deve haver cooperação com o cliente ou seus representantes, com permissão de acesso ao laboratório; deve ser feita pesquisa, buscando realimentação por parte do cliente, positiva ou negativa, para que ações de melhoria possam ser tomadas.

4.8) Reclamações: deve ser estabelecida política e procedimento para solucionar as reclamações dos clientes.

4.9) Controle de trabalhos de ensaio e/ou calibração não conforme: devem ser designadas autoridades pelo gerenciamento de trabalhos não conformes e é necessária a avaliação da importância e tomada de ações imediatas relacionadas ao trabalho.

4.10) Melhoria: devem ser utilizadas ferramentas e dados para aprimorar continuamente a eficácia do sistema de gestão.

4.11) Ação Corretiva: ações corretivas devem ser implementadas quando forem identificadas não conformidades, assim como devem ser evidenciadas as tomadas de ações imediatas, análise da causa raiz do problema e ações que impessam reincidências.

4.12) Ação Preventiva: planos de ação devem ser implementados quando forem identificadas melhorias ou potenciais fontes de não conformidades.

4.13) Controle de registros: o controle de registros deve garantir a manutenção de registros legíveis, prontamente recuperáveis e retidos pelo tempo especificado.

4.14) Auditorias internas: devem ser organizadas auditorias para verificar se as operações do laboratório atendem os requisitos do sistema de gestão e estas devem ser realizadas por pessoal treinado e qualificado.

4.15) Análise crítica pela direção: reuniões de análise crítica pela alta direção devem ser realizadas periodicamente, a fim de garantir a contínua adequação e eficácia do sistema de gestão e introduzir mudanças e melhorias.

É apresentado a seguir, um resumo dos principais assuntos abordados em cada requisito da Seção 5 ^[9].

5.1) Generalidades: este item de generalidades tem como finalidade introduzir os fatores que determinam a correção e confiabilidade dos ensaios, sendo eles: fatores humanos; acomodações e condições ambientais; métodos de ensaio e validação de métodos; equipamentos; rastreabilidade da medição; amostragem e manuseio de itens de ensaio. Cada fator será discutido em detalhes nos itens específicos dentro dessa mesma seção.

5.2) Pessoal: deve ser garantida a competência de todo o pessoal envolvido com o ensaio e há necessidade de supervisão para o pessoal em treinamento.

5.3) Acomodações e condições ambientais: necessidade de controle das condições ambientais que possam invalidar os resultados e medidas devem ser tomadas para evitar a contaminação cruzada.

5.4) Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos: devem ser utilizados métodos e procedimentos apropriados para os ensaios do escopo e que atendam o cliente; os métodos devem ser preferencialmente publicados em normas, mas também podem ser desenvolvidos pelo laboratório, desde que sejam validados; há a necessidade de estimar a incerteza do método.

5.5) Equipamentos: os equipamentos devem ser calibrados, avaliados criticamente e operados por pessoal autorizado.

5.6) Rastreabilidade de medição: as calibrações realizadas devem ser rastreáveis às unidades de medida SI (Sistema Internacional de Unidades) e deve haver verificação da manutenção da situação da calibração.

5.7) Amostragem: o plano de amostragem, quando aplicável, deve ser baseado em métodos estatísticos, para seleção representativa de determinado material.

5.8) Manuseio de itens de ensaio e calibração: necessidade de procedimentos para identificação, transporte, recebimento, manuseio, proteção, armazenamento, retenção e remoção dos itens de ensaio.

5.9) Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração: devem ser estabelecidos procedimentos para monitorar a validade dos ensaios, o que inclui uso de materiais de referência, participação em ensaios de proficiência e reensaio.

5.10) Apresentação de resultados: os resultados devem ser reportados em um relatório de ensaio, que deve conter algumas informações mínimas, tais como: título, nome e endereço do laboratório e do cliente, método utilizados, condição dos itens ensaiados, assinatura do pessoal autorizado pela emissão, entre outros; deve ser estabelecido um mecanismo para a transmissão eletrônica de resultados e emendas ao relatório devem ser feitas em caso de necessidade de alteração após a sua emissão.

4.3. Comparação BPL e ISO/IEC 17025

As diretrizes preconizadas tanto pelas Boas Práticas de Laboratório, no tocante à etapa experimental do laboratório, como pela ISO/IEC 17025, tem como um dos objetivos comuns a garantia da confiabilidade dos dados experimentais obtidos^[19]. A principal diferença entre ambas, no entanto, é que os resultados para a ISO/IEC 17025 atestam algum evento rotineiro enquanto que os resultados das BPL são para dar embasamento à um estudo realizado.

Outra diferença entre as BPL e a ISO/IEC 17025 está na forma de condução das atividades. Nos projetos BPL todos os experimentos a serem realizados são pré-definidos antes do início de cada estudo, por meio de um plano de estudo ou plano de estudo da etapa de laboratório. Quaisquer mudanças em relação ao que foi planejado devem ser registradas e aprovadas antes da continuidade das atividades. Já os ensaios ISO/IEC 17025 costumam ser executados aplicando-se métodos já bem estabelecidos e conhecidos pelo laboratório para a análise de amostras desconhecidas^[20]. Além disso, devido ao caráter repetitivo dos ensaios acreditados, a ISO/IEC 17025 define detalhadamente os mecanismos para assegurar a garantia da qualidade dos resultados obtidos.

Uma outra característica que difere os dois sistemas, é que o reconhecimento BPL possui caráter compulsório, já a acreditação ISO/IEC 17025 é de caráter

voluntário. Apesar disso, tem sido observada uma compulsoriedade de ambos os sistemas. No caso da BPL, em virtude dos estudos serem submetidos para obtenção de registro de produtos. Já a pressão pela acreditação dos laboratórios ocorre por parte de diferentes órgãos do governo, tais como ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), IBAMA (Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis), ANA (Agência Nacional das Águas), MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento) e SMA (Secretaria do Meio Ambiente do Estado de São Paulo) [6].

ENGELHARD e colaboradores fizeram uma estimativa grosseira e estimaram que há aproximadamente 70% de sobreposição entre os requisitos das BPL e da ISO/IEC 17025 [20]. Tomando-se como base uma organização que conduz apenas a parte experimental de laboratório em um estudo BPL, as etapas desta organização não diferem muito das usadas para a ISO/IEC 17025, desta forma, é possível manter um sistema único e integrado. Isso pode trazer muitas facilidades para um laboratório que almeja atender aos dois sistemas, não havendo necessidade de manter dois sistemas separados. Nesse contexto, receber uma avaliação única por parte do Órgão de acreditação/reconhecimento também seria muito vantajoso para os laboratórios. No Brasil, as avaliações são feitas separadamente, sendo que o laboratório que deseja tanto o reconhecimento quanto a acreditação devem entrar com pedidos independentes.

Com o objetivo de elucidar quais são os assuntos específicos tratados apenas pelas BPL, os presentes unicamente na ISO/IEC 17025 e os itens comuns, foi elaborada a Tabela 4.3 [21].

TABELA 4.3 – Exigências específicas de cada sistema (BPL e ISO/IEC 17025) e as comuns ^[21]

Exigências específicas BPL	Exigências comuns	Exigências específicas ISO/IEC 17025
Diretor de Estudo; Arquivista; Agenda Mestra; Plano de Estudo.	Ações corretivas; Controle de documentos; Controle de registros; Capacitação/Treinamento do Pessoal; Validação; Calibração/inspeção de equipamentos; Padroniza a apresentação dos resultados; Auditorias/inspeções; Substância/padrões de referência; Cadeia de Custódia das amostras; Definição de responsabilidades.	Manual da Qualidade; Análise crítica de pedidos, propostas e contratos; Prevê subcontratação; Aquisição de serviços e suprimentos; Ações preventivas; Incerteza de medição; Ensaio de proficiência.

A Tabela 4.3 evidencia os dois personagens característicos da BPL e que devem obrigatoriamente ser designados, que são o Diretor de Estudo e o Arquivista. A agenda mestra consiste em uma compilação de informações que auxilia na rastreabilidade dos estudos e na avaliação da carga de trabalho, e o Plano de Estudo é um documento que detalha toda a condução do estudo.

Das exigências comuns, verifica-se que em conjunto eles formam a base necessária para a consolidação de um sistema de qualidade.

Entre os requisitos específicos da ISO/IEC 17025 destacam-se as seguintes exigências: Manual da Qualidade, que explica todo o funcionamento do laboratório; estimativa da incerteza do processo, tão importante para validar ou não um determinado resultado, e a participação em ensaios de proficiência, fundamental para demonstrar a competência do laboratório, uma vez que permite a comparabilidade.

4.4. Requisitos com alta incidência de não conformidades

COUTINHO ^[22] apresentou um estudo comparando as não conformidades mais evidenciadas durante o processo de acreditação realizado pela Associação Americana de Acreditação de Laboratórios (A2LA) e as mais incidentes no processo realizado no Brasil pela Cgcre/INMETRO. Os dados da A2LA consistem da compilação de dados de 299 relatórios, analisados em 2002, e inclui avaliações iniciais, de supervisão e manutenção. Os dados do INMETRO é resultado de uma pesquisa realizada em 2003 com 50 laboratórios já acreditados ou em fase de acreditação.

Os doze (12) requisitos da ISO/IEC 17025 que apresentaram maior número de incidências, considerando-se as duas pesquisas, estão sintetizados na Figura 4.3.

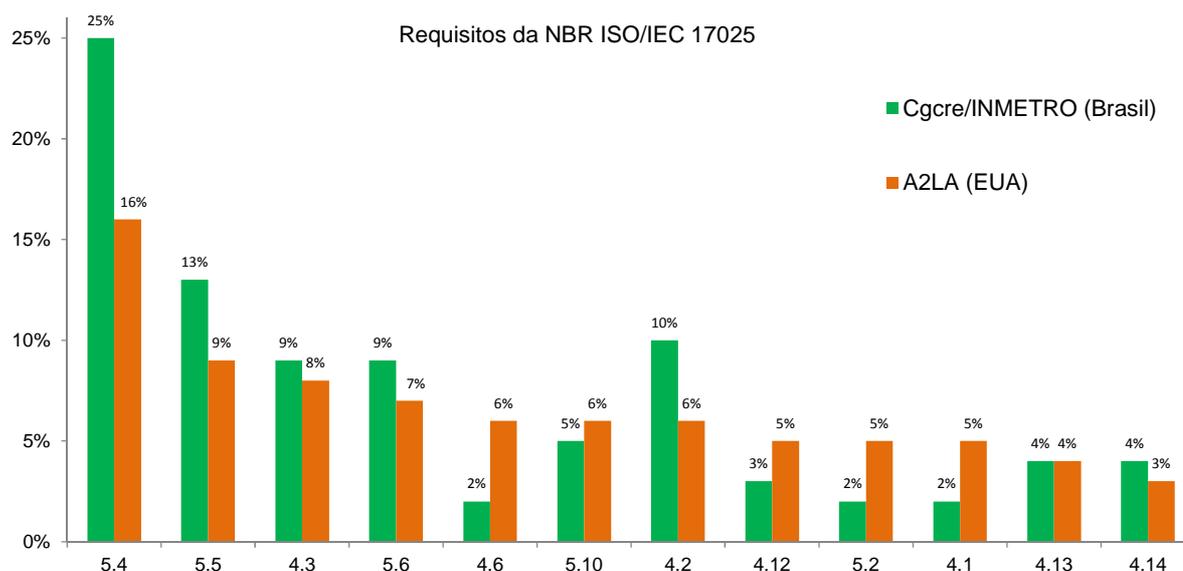


FIGURA 4.3 – Requisitos da ISO/IEC 17025 com maior número de não conformidades (adaptado de COUTINHO ^[22])

Pode-se observar na Figura 4.3 que em ambas as pesquisas o requisito 5.4 possui maior incidência de Não Conformidades. Assim, julgou-se relevante que o presente trabalho detalhe os dois principais assuntos presentes no requisito em questão, que trata-se da Validação de Métodos e Estimativa da Incerteza de Medição.

4.4.1. Validação de métodos

A NBR ISO/IEC 17025 define o termo validação como a “confirmação por exame e fornecimento de evidência objetiva de que os requisitos específicos para um determinado uso pretendido são atendidos”^[9]. Dada a sua importância, uma vez que garante o uso de um método de análise apropriado e conseqüentemente dados confiáveis, vários livros^[23, 24] e artigos^[25, 26, 27, 28] sobre o assunto têm sido publicados. Além disso, diferentes Órgãos nacionais e internacionais possuem recomendações sobre a validação de métodos^[29, 30, 31, 32, 33, 34].

A Tabela 4.4 apresenta os parâmetros avaliados em dois guias de validação comumente utilizados pelos Laboratórios: a RDC-27^[30], de 17 de maio de 2012, da ANVISA, que substituiu a RE-899^[29] para métodos bioanalíticos, e o DOQ-CGCRE-008^[31], de 2011, que apresenta as recomendações do INMETRO sobre validação de métodos analíticos.

TABELA 4.4 – Parâmetros avaliados em diferentes guias de validação

Parâmetro	RDC-27: 2012	DOQ-CGRE-008: 2011
Seletividade	X	X
Linearidade/Curva de Calibração	X	X
Efeito residual	X	
Efeito matriz	X	
Precisão	X	X
Exatidão	X	
Limite de detecção		X
Limite de quantificação		X
Tendência/Recuperação		X
Estabilidade	X	
Robustez		X

A **seletividade** é capacidade do método de diferenciar e quantificar o analito na presença de outros componentes presentes na amostra. De forma geral, para se avaliar esse parâmetro são analisadas amostras branco de diferentes procedências, as quais não podem apresentar interferentes na região do analito de interesse.

A **linearidade** de um método é avaliada por meio da curva de calibração, que é a relação entre a resposta do instrumento e a concentração conhecida do analito. A equação da reta que relaciona as variáveis é:

$$y = ax + b \text{ (equação 1)}$$

sendo **y** a resposta do equipamento, **x** a concentração do analito, **a** o coeficiente angular e **b** o coeficiente linear.

Para a avaliação da linearidade recomenda-se a construção da curva com no mínimo 5 ou 6 níveis de concentração.

Além da determinação do modelo linear, recomenda-se a determinação dos coeficientes de correlação (*r*) e determinação (*r*²), sendo que um valor próximo de 1 para *r*² indica a adequação dos dados ao modelo de regressão utilizado. Em

complemento, a orientação sobre validação de métodos analíticos do INMETRO (DOQ-CGCRE-008) recomenda que antes de se proceder com a regressão seja verificada a ausência de valores discrepantes para cada nível de concentração e a homocedasticidade dos dados. A primeira avaliação pode ser feita pelo teste de Grubbs^[35] e a segunda pelo teste de Cochran^[36].

No teste de Grubbs, o valor de T é calculado por meio da seguinte fórmula:

$$T_{\text{calculado}} = \frac{x_n - \bar{x}}{s} \quad (\text{equação 2}) \quad \text{ou} \quad T_{\text{calculado}} = \frac{\bar{x} - x_1}{s} \quad (\text{equação 3})$$

sendo \bar{x} a média dos valores obtidos, x_1 o menor valor obtido, x_n o maior valor obtido e s o desvio padrão de todos os valores.

É possível considerar a presença de *outliers* apenas em uma das extremidades ou em ambas. Nesse último caso, deve-se avaliar se a possibilidade dessa ocorrência é de forma simultânea ou não. O valor de T calculado deve ser comparado com o valor de T crítico tabelado, considerando-se o intervalo de confiança escolhido e o número de medidas realizadas. O valor de T calculado deve ser menor que o T crítico para que determinado ponto seja considerado não discrepante. Valores acima do T crítico indicam um resultado discrepante, que deve ser descartado.

No teste de Cochran, C é calculado por meio da seguinte fórmula:

$$C_{\text{calculado}} = \frac{s_{\text{máxima}}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad (\text{equação 4})$$

sendo $s_{\text{máxima}}^2$ o maior valor de variância e $\sum_{i=1}^p s_i^2$ o somatório das variâncias.

O valor de C calculado deve ser comparado com o valor de C crítico tabelado, considerando-se o intervalo de confiança escolhido, o número de níveis ensaiados e número de medidas em cada nível. O valor de C calculado deve ser menor que o C crítico para que seja demonstrada a homocedasticidade dos dados.

O **efeito residual (carryover)** é o efeito gerado pelo aparecimento ou aumento do sinal do analito causado por contaminação proveniente de amostras analisadas anteriormente. Assim, sugere-se nesse teste que seja injetada a amostra branco, na sequência amostra com alta concentração do analito e novamente amostra branco.

O **efeito matriz** consiste em avaliar o efeito na resposta do analito causado por componentes da matriz. Para a avaliação desse parâmetro, ensaios realizados em matriz são comparados com ensaios realizados na mesma concentração do analito, mas em solvente. Os cálculos do efeito matriz são realizados de acordo com a equação 5:

$$FMN = \frac{\text{Resposta do analito em matriz/Resposta do PI em matriz}}{\text{Resposta do analito em solução/Resposta do PI em solução}} \quad (\text{equação 5})$$

A **precisão** indica a proximidade dos resultados obtidos por repetidas medidas de múltiplas alíquotas de uma única fonte de matriz. A precisão deve ser avaliada em uma mesma corrida (precisão intracorrída) e em corridas diferentes (precisão intercorridas) e pode ser expressa como desvio padrão relativo (DPR) ou Coeficiente de Variação (CV%), como segue:

$$CV(\%) = \frac{\text{Desvio Padrão}}{\text{Concentração média}} \times 100 \quad (\text{equação 6})$$

A **exatidão** representa a concordância entre o resultado de um ensaio e um valor de referência. A RDC-27 recomenda que ela seja determinada em uma mesma corrida analítica (exatidão intracorrída) e em corridas diferentes (exatidão intercorridas). Para tal deve-se utilizar a seguinte fórmula:

$$EPR(\%) = \frac{(\text{Concentração média experimental} - \text{Valor nominal})}{\text{Valor nominal}} \times 100 \quad (\text{equação 7})$$

O DOQ-CGCRE-008 diz que a exatidão pode ser avaliada numericamente por meio da **tendência/recuperação**, definida como:

$$\text{Tendência} = \frac{\text{Valor observado}}{\text{Valor esperado}} \times 100 \quad (\text{equação 8})$$

O **Limite de Detecção (LD)** é a menor concentração do analito que pode ser diferenciada do ruído. É recomendado que o sinal seja no mínimo três (3) vezes maior que o ruído [29]. Já o **Limite Inferior de Quantificação (LIQ)** corresponde à menor concentração do analito na curva de calibração que pode ser quantificada com precisão e exatidão. Na prática, para a determinação do LIQ amostras branco são adicionadas do analito em concentrações decrescentes, até se obter níveis que sejam quantificados com precisão e exatidão.

O ensaio do estudo de **estabilidade** visa determinar se a concentração de um analito se mantém dentro de limites estabelecidos, numa dada matriz, sob condições específicas, tais como condições de preparo, armazenamento e análise. A RDC-27 recomenda que sejam avaliadas as seguintes estabilidades: congelamento e descongelamento, curta duração, pós processamento, solução padrão e longa duração.

Para o ensaio de **robustez** recomenda-se o uso do teste de *Youden*, pois ele permite não só avaliar a robustez do método como um todo, mas também permite ordenar a influência de cada uma das variações nos resultados finais, auxiliando o analista a realizar os controles adequados. No teste de *Youden*, sete (7) variáveis devem ser testados em duas (2) condições distintas.

4.4.2. Estimativa da incerteza

O Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) [37] define a incerteza de medição como um “parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas”. Assim, conhecer a incerteza associada a um resultado é de extrema importância, pois ao contrário do que geralmente se pensa, a incerteza não está associada ao conceito de dúvida, muito pelo contrário, o conhecimento da incerteza implica em maior confiança na validade de um resultado [38].

Para esclarecer o conceito de incerteza, que não deve ser confundido com erro, segue a Figura 4.4.

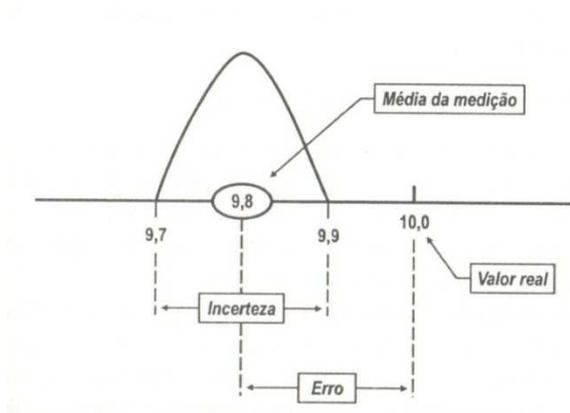


FIGURA 4.4 – Representação do erro e incerteza de uma medida ^[6].

Pode-se observar na Figura 4.4, que o erro é a diferença entre o valor medido e o valor verdadeiro. Já a incerteza, representa a dispersão associada ao valor obtido.

O Guia Eurachem ^[38] divide o processo de estimativa da incerteza em quatro (4) etapas, como segue:

Etapa 1: Especificar o mensurando: deve-se declarar claramente o que está sendo medido.

Etapa 2: Identificar as fontes de incerteza: deve ser feita uma análise do processo e devem ser levantadas as possíveis fontes de incerteza.

Etapa 3: Quantificar os componentes da incerteza: os componentes levantados devem ser quantificados como desvio padrão.

Etapa 4: Calcular a incerteza combinada: deve-se calcular a incerteza padrão combinada e a incerteza expandida.

As quatro etapas mencionadas fornecem uma visão geral do procedimento a ser seguido para se estimar a incerteza de um processo analítico. No entanto, tanto as fontes de incerteza, quanto os cálculos envolvidos, são bastante particulares de cada processo. Assim, é importante consultar os guias ^[38, 39] e também os inúmeros artigos que tem sido publicados na literatura ^[40, 41, 42, 43, 44, 45, 46] e selecionar as partes aplicáveis ao processo cuja incerteza se pretende estimar.

Em relação aos critérios de aceitação, cabe aos Organismos de fiscalização avaliar se a incerteza obtida pelo laboratório pode ser aceita sem prejuízo à validade do resultado.

4.5. A importância do comprometimento da alta direção

O sucesso da implementação de um sistema de qualidade está no planejamento da qualidade e no conhecimento dos entraves que podem dificultar todo um processo de implementação. Segundo PALADINI ^[3], produzir qualidade não é uma ação intuitiva, pelo contrário, é uma ação que requer ações planejadas. Por ações planejadas, entende-se decisões que são tomadas com tempo para análise, sem a pressão da urgência, em que maior número de variáveis podem ser consideradas e, conseqüentemente, eliminam-se os improvisos e subjetivismo, resultando em menores chances de erros.

Nesse contexto, a Alta Direção é decisiva para o sucesso da implementação de um Sistema de Qualidade, pois está envolvida no estabelecimento de prioridades para assuntos da qualidade, indicação do responsável pelo setor da qualidade e em atividades de implementação e manutenção do sistema, que inclui a participação efetiva em reuniões de análise crítica pela direção e auditorias internas ^[47]. Vale destacar que alguns autores ^[48, 49, 50, 51] com estudos nas mais variadas áreas no tema qualidade, destacam o comportamento e falta de comprometimento da Alta Direção como sendo uma das principais causas do insucesso da implementação de um sistema de qualidade. Assim, é de suma importância que o projeto seja iniciado tendo-se garantido o compromisso da Alta Direção e a consciência do seu papel no processo, destacando que a responsabilidade final pela implementação é da Alta Direção e não do responsável pela qualidade, como se costuma pensar.

4.6. A maturidade de um sistema de gestão da qualidade

A maturidade observada em um Sistema de Gestão da Qualidade do Laboratório foi apresentada por PIRES ^[52] e BAHIA FILHO ^[11].

PIRES descreve o comportamento durante o processo de implementação de um sistema de qualidade por meio da Figura 4.5.

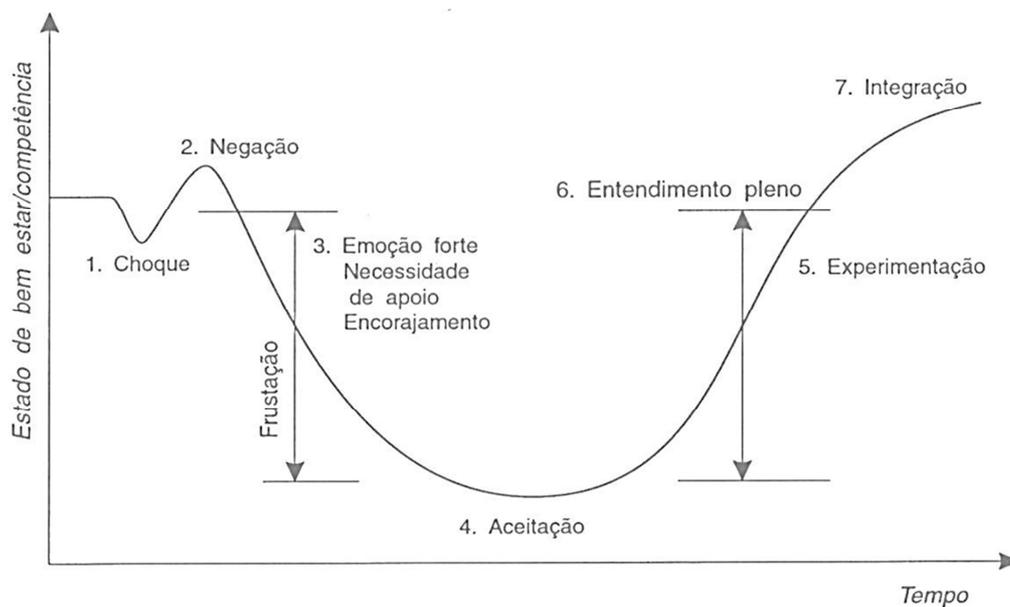


FIGURA 4.5 – Estado de bem estar ao longo de um processo de implementação de sistema da qualidade ^[52].

Observa-se na Figura 4.5 um estado inicial de bem estar, seguido de um choque, que caracteriza o momento de início do processo de implementação. A segunda etapa é de negação e grande frustração, que predomina por um período relativamente longo de tempo, até atingir-se o momento de aceitação. A partir daí, o estado de bem estar volta a aumentar, atingindo-se um entendimento pleno do sistema implementado.

BAHIA FILHO ^[11] avaliou a relação esforço/trabalho na fase de manutenção de um Sistema de Gestão da Qualidade. O autor prevê nessa fase duas possibilidades: um relaxamento entre as avaliações, mas que a retomada ao nível exige um esforço tão grande ou maior que o exigido na implementação (sistema de gestão barbatana de tubarão); ou um relaxamento natural e pequeno, o que torna as avaliações de manutenção mais pró-ativas. A maturidade do pessoal é observada no segundo caso, como pode ser observada na Figura 4.6.

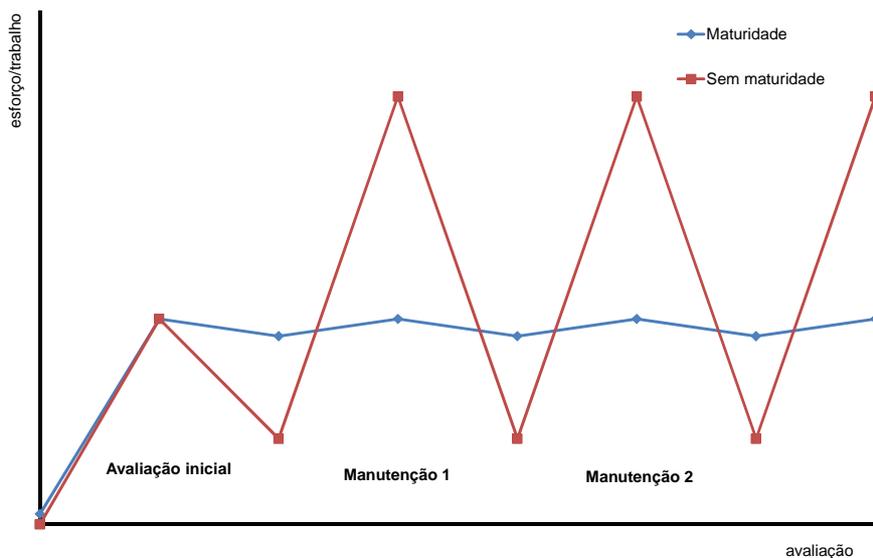


FIGURA 4.6 – Situação de maturidade e de não maturidade de um sistema da qualidade (adaptado de BAHIA FILHO ^[11]).

4.7. O sistema brasileiro de acreditação ISO/IEC 17025 e reconhecimento BPL

A acreditação de laboratórios de acordo com os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 é concedida pela Cgcre/INMETRO, sendo a Divisão de Acreditação de Laboratórios (Dicla) responsável por realizar as atividades relacionadas à concessão e manutenção da acreditação ^[53]. Esta mesma divisão também é responsável pela coordenação, gerenciamento e execução das atividades relacionadas ao monitoramento e reconhecimento de instalações de teste segundo os princípios das BPL ^[54].

O tempo de acreditação/reconhecimento consiste na diferença entre a data de recebimento da solicitação encaminhada pelo Laboratório e a data de acreditação/reconhecimento concedida pelo INMETRO ^[47]. Este tempo inclui o tempo necessário e adequado para acreditar/reconhecer determinado laboratório e os tempos de atraso do laboratório e do INMETRO.

Para efeito de estudo, o processo de acreditação/reconhecimento utilizado pelo INMETRO foi resumido da maneira apresentada no fluxograma a seguir:

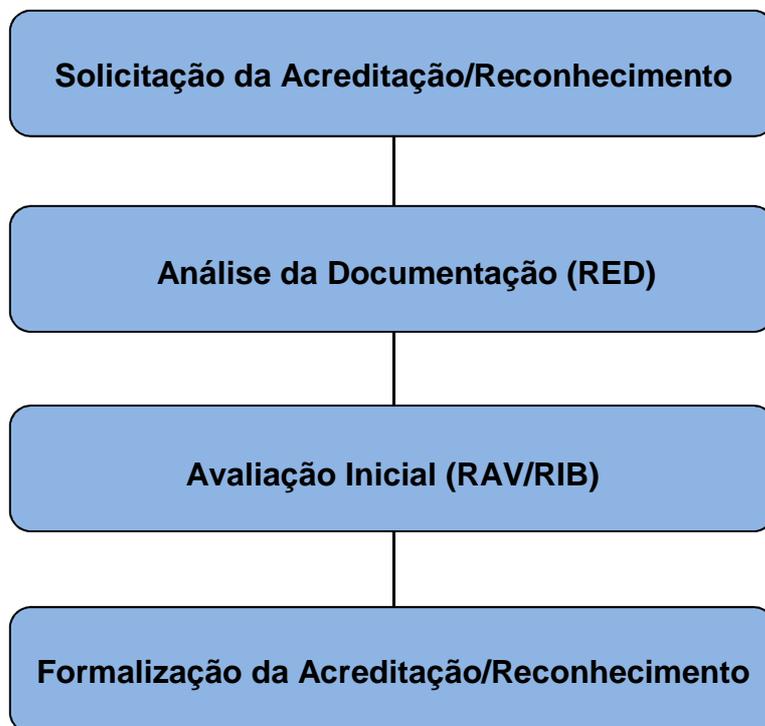


FIGURA 4.7 – Fluxograma resumido do processo de acreditação/reconhecimento do INMETRO.

O laboratório interessado deve solicitar a acreditação/reconhecimento por meio do envio da solicitação juntamente com a lista de documentos necessários. A relação dos documentos que devem ser enviados para pedido da acreditação pode ser consultado no DOQ-CGCRE-001 ^[55] e os necessários para a solicitação do reconhecimento no FOR-CGCRE-038 ^[56].

Para o processo de acreditação, as atividades são gerenciadas por meio de um sistema denominado Orquestra, que tem como objetivo permitir um melhor gerenciamento e otimização dos processos e facilitar o acesso dos laboratórios acreditados ou em fase de concessão da acreditação às informações do seu processo de concessão ou de extensão de seu escopo.

Para a solicitação da ISO/IEC 17025 alguns dos documentos solicitados são: proposta de escopo; cópia do manual da qualidade; cópia dos certificados de calibração dos equipamentos e dos materiais de referência utilizados nos ensaios; procedimento de calibração e de estimativa de incerteza; informações sobre participação em ensaios de proficiência; relatório de auditoria interna mais recente e relatório da última análise crítica realizada pela direção.

Para a solicitação da BPL pode ser destacada a necessidade dos seguintes documentos: relação detalhada dos estudos conduzidos pela instalação de teste; planta da instalação de teste; relação de todo pessoal envolvido nos estudos BPL; curriculum vitae dos diretores de estudo e do responsável pela unidade da garantia da qualidade; agenda mestra de estudos atualizada; procedimento da unidade da

garantia da qualidade; relação dos procedimentos operacionais padrão e cópia dos certificados de calibração dos equipamentos que tenham efeitos significativos sobre os resultados dos testes e dos materiais ou substâncias de referência.

Na análise da documentação, a equipe que fará a avaliação no laboratório analisa a adequação de toda a documentação com os requisitos da norma, sendo as não conformidades encontradas registradas em um Relatório de Análise da Documentação (RED), que é encaminhado ao solicitante da acreditação/reconhecimento para a implementação de ações corretivas.

Na avaliação inicial, a equipe de avaliadores visita as instalações do laboratório com o objetivo de verificar a implementação do sistema de qualidade. Ao término da visita é realizada uma reunião final, na qual é apresentado, entre outros assuntos, o resultado da avaliação, as correções e as ações corretivas necessárias para eliminar as não conformidades e suas causas e é apresentada a recomendação que será feita à Dicla (Divisão de Acreditação de Laboratórios) sobre a acreditação/reconhecimento, que pode ser:

- a) imediata, caso não tenham sido constatadas não conformidades;
- b) após implementação das ações corretivas;
- c) não concessão, caso sejam observadas não conformidades que demonstram a não implementação de maior parte dos requisitos ou que o laboratório não tenha competência técnica de realizar os serviços para os quais solicitou a acreditação/reconhecimento.

O laboratório pode apresentar as propostas de correções e ações corretivas durante a reunião final ou em até 7 dias após a visita. O resultado da avaliação é registrado em um Relatório de Avaliação (RAV), no caso da acreditação, e em um Relatório de Inspeção BPL (RIB), no caso do reconhecimento, sendo que uma cópia é entregue ao laboratório ao final da avaliação. As evidências de implementação das ações corretivas para cada não conformidade devem ser enviadas no prazo de 90 dias, no caso da primeira avaliação, e em até 45 dias nas avaliações posteriores ^[57, 58].

Após o INMETRO tomar a decisão pela acreditação/reconhecimento é feita a formalização por meio de ofício enviado ao laboratório, acompanhado do certificado e escopo de acreditação/reconhecimento e do símbolo da acreditação/reconhecimento, com a autorização para o seu uso. O laboratório passa

então a fazer parte do catálogo de laboratórios acreditados (RBLE – Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio) ou reconhecidos (Instalações de Teste Reconhecidas).

É importante frisar que a Cgcre/INMETRO estabelece documentos normativos (NIE-Cgcre e NIT-Dicla), que também constituem requisitos para a acreditação/reconhecimento, sendo a conformidade do laboratório a estes requisitos avaliada em todas as etapas da acreditação/reconhecimento.

Os principais documentos relacionados à acreditação ISO/IEC 17025 e que e cujos requisitos devem ser implementados e avaliados são ^[59]:

- ABNT NBR ISO/IEC 17025 (Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração) ^[9];
- NIT-DICLA-026 (Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência) ^[60].

Para o sistema BPL, os principais documentos relacionados aos princípios das BPL e cujos requisitos devem ser implementados e avaliados são ^[61]:

- NIT-DICLA-035 (Princípios das Boas Práticas de Laboratório – BPL) ^[8];
- NIT-DICLA-034 (Aplicação dos princípios de BPL aos estudos de campo) ^[62];
- NIT-DICLA-036 (Papel e responsabilidade do diretor de estudo em estudos BPL) ^[63];
- NIT-DICLA-037 (Aplicação dos princípios de BPL a estudos de curta duração) ^[64];
- NIT-DICLA-038 (Aplicação dos princípios BPL aos sistemas informatizados) ^[65];
- NIT-DICLA-039 (O papel e responsabilidades do patrocinador na aplicação dos princípios BPL) ^[66];
- NIT-DICLA-040 (Fornecedores e BPL) ^[67];
- NIT-DICLA-041 (Garantia da qualidade e BPL) ^[68];
- NIT-DICLA-043 (Aplicação dos princípios de BPL à organização e ao gerenciamento de estudos em múltiplas localidades (MULTI-SITE)) ^[69].

A Cgcre/INMETRO também publica documentos orientativos (DOQ-CGCRE) com a finalidade de fornecer informações aos laboratórios na implementação dos requisitos de acreditação/reconhecimento. Apesar desses documentos não terem

caráter compulsório, os laboratórios que seguem as orientações neles contidas atendem aos requisitos da acreditação/reconhecimento.

4.8. Perfil dos laboratórios no Brasil

A Figura 4.8 apresenta o número de laboratórios com ISO/IEC 17025 e BPL em 2005, 2009 e 2013, no Brasil. A Figura evidencia um aumento significativo e contínuo de acreditação e reconhecimento nos laboratórios de ensaios, o que pode ser atribuído principalmente às exigências de clientes e de órgãos governamentais, tais como ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento) e IBAMA (Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis). Além disso, devido ao estabelecimento de acordos de reconhecimento mútuos, os relatórios de ensaios emitidos com os selos de acreditação e reconhecimento são aceitos em diversos países, facilitando comercializações.

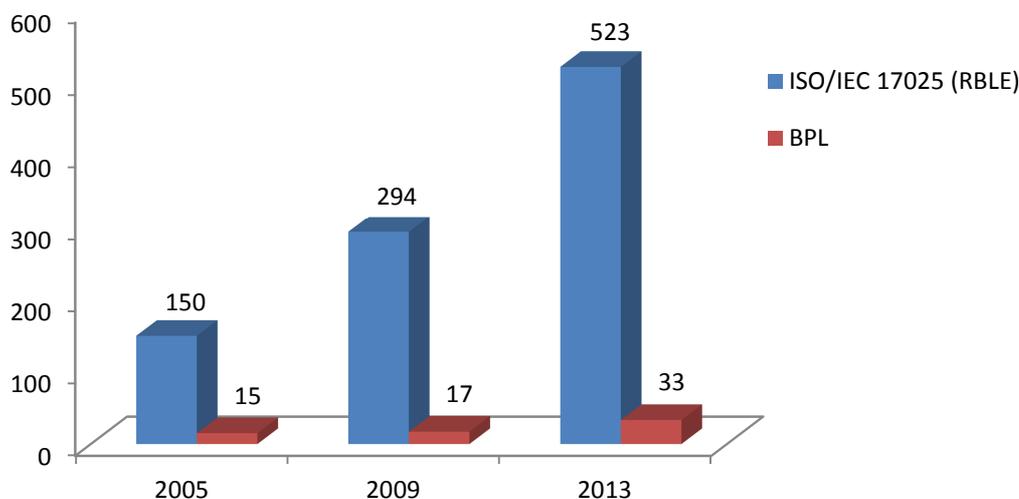


FIGURA 4.8 – Evolução do número de laboratórios brasileiros acreditados ISO/IEC 17025 e reconhecidos BPL [6, 70, 71].

A implementação de sistemas de qualidade não é exclusividade de laboratórios privados. Fatores como a obtenção de resultados confiáveis e reconhecimento da competência técnica, além de acesso às questões técnicas vivenciadas pelas empresas e obtenção de recursos financeiros adicionais proporcionados nesta parceria empresa-Universidade, tem despertado o interesse de laboratórios de Instituições de Pesquisa pela aplicação de normas de qualidade.

Já as empresas se beneficiam pela aproximação com modernas tecnologias, novos conhecimentos e equipes qualificadas, facilitando a solução de problemas técnicos [72, 73].

Na Universidade de Caxias do Sul, oito laboratórios participaram da implementação da ISO/IEC 17025 [74]. Foi destacada a importância do apoio da Reitoria, que instalou uma Gerência da qualidade centralizada para coordenar o sistema de gestão único a todos os laboratórios, escolha que evitou retrabalhos. Além disso, foram destacadas algumas dificuldades inerentes a laboratórios de pesquisa, como limitação de recursos para a aquisição de padrões/materiais de referência e para contratação de serviços de calibração de equipamentos, restrições para controle de acesso de estudantes e outros ao laboratório, dificuldades no controle de uso de equipamentos calibrados e para capacitar continuamente o pessoal. Em contrapartida, percebeu-se que com uma equipe adequada de implementação as dificuldades foram sanadas e a implementação agregou valor também às atividades de ensino, uma vez que tornou possível resultados de pesquisas, dissertações e teses rastreáveis e com confiabilidade assegurada.

A norma ISO/IEC 17025 também foi implementada no Laboratório de Eletromagnetismo e Compatibilidade Eletromagnética da Universidade Federal de Santa Catarina [75]. Entre os objetivos principais esperados com a implementação estava a possibilidade de conseguir uma maior fatia do mercado e iniciar atuação no mercado exterior, além de ter atestada a confiabilidade dos resultados. Um fator que facilitou a implementação foi o laboratório já possuir os procedimentos dos ensaios escritos desde o início de suas atividades.

O Laboratório de análises de resíduos da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) optou pela implementação das Boas Práticas de Laboratório [76], a fim de estabelecer convênios com empresas do setor de agrotóxicos, em atendimento à Resolução RDC 216, de 15 de dezembro de 2006 [77], da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). O Laboratório se dedicou por 4 anos e contou com o envolvimento direto de 6 pessoas para a implementação dos princípios BPL. Foi destacado como principais dificuldades do processo os custos e a alta rotatividade de colaboradores. Por outro lado, os benefícios foram destacados, como a eliminação de retrabalho e formação de uma equipe cuja postura profissional é embasada no compromisso, trabalho em equipe e organização.

Os dados apresentados na Figura 4.8 representam a totalidade de laboratórios de ensaio com acreditação ISO/IEC 17025 e reconhecimento BPL. Com a finalidade de estimar a parcela de laboratórios presentes em Universidades, foi realizada uma busca por “universidade” e “faculdade” no campo de busca de laboratórios acreditados e reconhecidos, no site do INMETRO. Foi observado que dos 523 laboratórios com ISO/IEC 17025, 21 são ligados às Universidades. Já no sistema BPL, 3 laboratórios foram observados. Nesse último caso, além da busca por “universidade” e “faculdade”, foram consideradas as Instalações alocadas dentro de Universidades ou vinculadas às Fundações de Apoio. Este número evidencia o interesse acima descrito e é significativo ao se considerar que o número de Universidades é inferior ao de laboratórios privados.

4.9. Apresentação do Laboratório em Estudo

O Laboratório onde foi realizado todo o trabalho atua no desenvolvimento de soluções analíticas com foco na validação e determinação de resíduos e contaminantes em alimentos e produtos veterinários.

Em 2008 o Laboratório obteve o reconhecimento às Boas Práticas de Laboratório (BPL) junto ao INMETRO. Devido aos benefícios observados com a implementação das BPL e a possibilidade da captação de novos clientes, a alta administração passou a demonstrar interesse em também atender à ISO/IEC 17025 e apoiou a contratação de um consultor e equipe específica para iniciar a implementação do novo sistema. Outros aspectos bastante enfatizados pela alta administração, e que contribuiu de forma decisiva para a iniciativa de implementação, é poder atender cada vez melhor os clientes, oferecendo serviços de qualidade e resultados confiáveis.

Além de prestar serviços para empresas privadas, o laboratório em estudo atua de forma efetiva em projetos com Órgãos do Governo e estimula fortemente a divulgação do conhecimento e experiência em assuntos da qualidade, considerada ainda uma área carente de divulgação no país.

5. METODOLOGIAS

A metodologia utilizada consistiu em realizar uma análise crítica de todo o processo de implementação e amadurecimento do Sistema de Gestão da Qualidade Integrado, do ponto de vista e experiência de uma profissional que iniciou sua atuação como estagiária da Garantia da Qualidade, passando por Analista da área e na sequência responsável pelos Sistemas de Qualidade implementados.

Utilizou-se como metodologia uma análise exploratória que buscou evidenciar: as dificuldades e benefícios encontrados pelo Laboratório em Estudo desde a etapa inicial, a tomada da decisão pela implementação de um Sistema de Gestão Integrado, as etapas de planejamento e desenvolvimento da implementação, passando pelas condições favoráveis que o Laboratório já possuía, até a obtenção do reconhecimento formal. Em cada etapa foram apresentadas e discutidas todas as atividades realizadas e o respectivo tempo utilizado para a finalização de cada uma.

Dados da literatura permitiram a comparação de informações do Laboratório em estudo com as de outros laboratórios, e ainda com as referências tidas como ideais ou padrões.

O INMETRO avalia os sistemas de qualidade (BPL e ISO/IEC 17025) de forma independente. Assim, o levantamento de dados foi feito de forma individual para cada sistema e também dados do Sistema Integrado foram considerados, conforme apresentado na Tabela 5.1.

TABELA 5.1 – Dados avaliados sobre os sistemas BPL, ISO/IEC 17025 e integrado

Sistema Integrado	<p>Etapas de implementação do Sistema Integrado</p> <p>Pesquisa por meio de questionário</p>
Sistema BPL	<p>Perfil da equipe de trabalho</p> <p>Período de implementação</p> <p>Avaliações/Inspeções</p> <p>Perfil da equipe de avaliadores</p> <p>Não conformidades</p> <p>Implementação das ações corretivas</p> <p>Formalização do sistema</p>
Sistema ISO/IEC 17025	<p>Perfil da equipe de trabalho</p> <p>Período de implementação</p> <p>Avaliações/Inspeções</p> <p>Perfil da equipe de avaliadores</p> <p>Não conformidades</p> <p>Implementação das ações corretivas</p> <p>Formalização do sistema</p>

5.1. Etapas de implementação do sistema integrado

Foram apresentadas todas as atividades desenvolvidas nas etapas de implementação do sistema, sendo elas:

- 1) Definição da equipe de garantia da qualidade;
- 2) Definição do escopo de trabalho;
- 3) Análise das similaridades entre as normas e estruturação de um sistema;
- 4) Adaptação e elaboração de documentação para atendimento ao sistema integrado;
- 5) Treinamentos;
- 6) Auditorias;
- 7) Reunião de análise crítica pela direção;
- 8) Montagem do dossiê.

5.2. Pesquisa sobre a implementação do sistema integrado

Durante o processo de implementação do sistema integrado os colaboradores foram consultados, por meio de questionário de múltipla escolha, sobre quais foram as maiores dificuldades e benefícios da implementação do sistema. Os colaboradores foram orientados a escolher entre as opções as três que julgassem como sendo as maiores dificuldades/benefícios, numerando como 1 a maior dificuldade/benefício e assim sucessivamente. As opções disponíveis quanto às dificuldades foram: grande volume de documentação; gasto excessivo de tempo com preenchimento de documentos; falta de suporte para a realização das atividades; trabalho sem objetivo visível; falta de comprometimento de parte da equipe e falta de tempo para dedicação à implementação. Já em relação aos benefícios oriundos do sistema implementado, as opções foram: melhor compreensão do sistema; qualificação do pessoal a partir de treinamentos e participação efetiva; aproximação com as necessidades dos clientes; documentação mais clara e precisa; trabalho em grupo e menor necessidade de retrabalho. Também foi feita uma questão aberta, para que discorressem sobre os aspectos que julgassem relevantes sobre o processo de implementação do sistema integrado.

5.3. Perfil da equipe de trabalho do Laboratório

Foi considerado o número de colaboradores do laboratório envolvidos na implementação do sistema e o perfil profissional de cada um.

5.4. Período de implementação

Foi analisado o tempo necessário para implementar o sistema, que se inicia com a definição da equipe de trabalho até o envio da documentação ao INMETRO.

5.5. Análise das avaliações/inspeções

Em cada avaliação/inspeção realizada pela Cgcre/INMETRO foi avaliado o perfil da equipe de avaliadores, o número e criticidade das não conformidades

evidenciadas e o tempo e dificuldades encontradas pelo laboratório na implementação das ações corretivas.

5.6. Formalização do sistema

Foi avaliado o período de tempo que foi necessário até a obtenção da acreditação ISO/IEC 17025 e o reconhecimento BPL. Inicia-se a contagem na data de envio da documentação até a data da formalização.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O Laboratório em estudo já possuía o Sistema de Qualidade BPL implementado e reconhecido pelo INMETRO quando deu-se início ao processo de implementação do sistema integrado. A iniciativa se deu a partir de uma pressão do MAPA, que vem estimulando os laboratórios pertencentes à rede de laboratórios de resíduos e contaminantes a implementarem a ISO/IEC 17025, qualificando-os para a prestação de serviços para o PNCRC (Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes). Além disso, como o laboratório em estudo atua na área de prestação de serviços, observou um aumento das solicitações de análises em atendimento ao Sistema ISO/IEC 17025, em particular na área de meio ambiente.

Dentre os principais fatores facilitadores proporcionados pelo ambiente em atendimento às Boas Práticas de Laboratório podem ser citados:

- 1) Comprometimento e envolvimento da alta direção com os assuntos da qualidade.
- 2) Pessoal trabalhando em conformidade e comprometimento com o sistema de qualidade.

O Laboratório optou pela contratação de um consultor externo, que é avaliador do INMETRO e possui uma vasta experiência em implementação de sistemas de gestão da qualidade e auditorias em diferentes tipos de laboratórios. O consultor orientou a elaboração do plano de trabalho para a implementação do sistema integrado e a condução das atividades programadas. A participação do consultor trouxe conhecimentos práticos e experiências, o que facilitou a execução de todo o trabalho.

A implementação do sistema integrado foi realizada em um período de aproximadamente 8 meses e foi realizada em 8 etapas.

6.1. Etapa 1: Definição da equipe de garantia da qualidade

A primeira etapa foi definir a equipe responsável pela implementação do sistema. Foi nomeada uma Gerente da Qualidade, que contou com o auxílio de uma estagiária.

6.2. Etapa 2: Definição do escopo de trabalho

A definição do escopo consistiu em definir qual seria a área de atuação do laboratório, que optou por inicialmente acreditar os métodos de análises de resíduos de agrotóxicos e produtos veterinários em alimentos, que são os métodos já bem estabelecidos no laboratório. Posteriormente a intenção é atuar na área ambiental. Com essa definição, foi possível estruturar o sistema e elaborar a documentação e definir as sistemáticas concordantes com as atividades que já eram ou passariam a ser desenvolvidas. Com o escopo definido, o laboratório se inscreveu em um ensaio de proficiência, que é uma das exigências a serem atendidas antes de se solicitar a acreditação.

Para a elaboração do escopo, podem ser consultados os documentos normativos NIT-DICLA-055 ^[78] e NIT-DICLA-016 ^[79], que são referentes ao sistema BPL e ISO/IEC 17025, respectivamente.

O escopo BPL do Laboratório em estudo é na área de estudos de resíduos, nas categorias agrotóxicos, seus componentes e afins e produtos veterinários. No escopo da ISO/IEC 17025 foram acreditados 84 métodos nas áreas de alimentos e bebidas, produtos do fumo, agricultura e pecuária e saúde humana e animal.

6.3. Etapa 3: Análise das similaridades entre as normas e estruturação de um sistema

As normas NBR ISO/IEC 17025 e NIT-DICLA-035 (BPL), no âmbito de laboratório, apresentam diretrizes com diferentes visões sobre o sistema de gestão. Assim, foi feito um estudo inicial buscando as similaridades entre elas e foi redigida uma documentação capaz de contemplar as duas. A documentação foi estruturada conforme apresentado na Figura 6.1.



FIGURA 6.1 – Estrutura documental do sistema integrado.

Os procedimentos foram divididos em grupos:

POP-ADM - Procedimentos relacionados à área administrativa;

POP-UGQ - Procedimentos relacionados à gestão da qualidade;

POP-TEC - Procedimentos relacionados à área técnica;

POP-EQP - Procedimentos relacionados aos equipamentos;

POP-MET - Procedimentos relacionados aos métodos validados.

Dentre os procedimentos técnicos de maior importância podem ser destacados o de validação e o da incerteza. O primeiro garante que o método desenvolvido é apropriado para o uso pretendido e a estimativa da incerteza identifica as etapas críticas do processo e o grau de contribuição de cada uma.

6.4. Etapa 4: Adaptação e elaboração de documentação para atendimento ao Sistema Integrado

Foi apresentado que um laboratório com a ISO/IEC 17025 implementada apresenta 70% dos requisitos técnicos e administrativos cobertos para a implementação das BPL ^[20]. Esta estatística fornece uma estimativa razoável e poderia ser utilizada para se medir a extensão de alterações que seriam necessárias para adequar o sistema BPL às exigências da ISO/IEC 17025. No entanto, o fato da adequação não ter sido realizada com a participação do pessoal que elaborou o sistema anterior exigiu, além de adequação de documentos, trabalhos adicionais. Isso se deve ao fato de que cada colaborador contribuiu com diferentes experiências

individuais e linhas de raciocínio, o que faz com que ocorram diferentes interpretações para a mesma norma, que diz o que deve ser feito, mas não como.

A fim de atender aos requisitos da BPL e da ISO/IEC 17025 foi necessário adequar o sistema já implementado. Foram então elaborados e/ou adaptados os Procedimentos Operacionais Padrão, que têm a finalidade de padronizar as atividades do laboratório. A Tabela 6.1 apresenta o volume de procedimentos antes e após a incorporação dos requisitos do Sistema ISO/IEC 17025.

TABELA 6.1 – Volume de procedimentos antes e após a implementação do sistema integrado

Categoria	Antes	Após
ADM		19
UGQ	28	7
TEC		17
EQP	27	34
MET	69	84
Manual	1 (geral)	1 (ISO/IEC 17025)
TOTAL	125	161

A seguir são apresentados alguns dos principais procedimentos adaptados e elaborados.

6.4.1. Procedimentos adaptados

6.4.1.1. Manual da qualidade

No início o manual da qualidade era um documento mestre que explicava o funcionamento geral do laboratório. Após a adequação, passou a ser um manual conforme exigido pela ISO/IEC 17025, em que são evidenciadas as formas de atendimento a cada requisito da norma, relacionando cada documento do sistema. O documento foi dividido em duas partes, os documentos gerenciais de funcionamento do sistema e os documentos técnicos.

6.4.1.2. Treinamentos

A sistemática de oferecimento de treinamentos foi alterada e intensificou-se a análise crítica dos treinamentos internos e externos. Os treinamentos passaram a ser oferecidos pelos colaboradores mais envolvidos com a atividade no dia a dia de trabalho. Os treinamentos internos passaram a ser avaliados por meio de questionário elaborado pelo instrutor. No caso de treinamento em procedimentos de equipamentos, o mesmo era avaliado por meio de demonstração prática. Os treinamentos externos, tanto referente à escolha do treinamento, quanto de aplicação na rotina de trabalho, passou a ser avaliado pela gerência.

6.4.1.3. Validação de métodos

O procedimento de validação de métodos foi adaptado de forma a detalhar as atividades realizadas pelo analista na condução da validação. No procedimento foram detalhadas as fórmulas utilizadas bem como o número/sequência das injeções. Os guias de validação mais utilizados pelo Laboratório em estudo foram: RE-899 (substituída pela RDC-27 para métodos bioanalíticos) e DOQ-CGRE-008 (INMETRO), aplicável para métodos analíticos. A estratégia foi elaborar e validar planilhas específicas para cada guia, de forma que ao serem inseridos os dados obtidos, os cálculos e também a aceitação ou não dos resultados eram feitos de forma automática e padronizada.

O Laboratório em estudo validou um método para a determinação de diclofenaco em leite bovino, por LC-MS/MS. A validação foi realizada conforme diretrizes da Resolução RDC-27, de 17 de maio de 2012, da ANVISA e foram avaliados experimentalmente os parâmetros seletividade, efeito residual, efeito matriz, curva de calibração, precisão, exatidão e estabilidades (após ciclo de congelamento e descongelamento; curta duração; pós processamento e solução padrão).

A seletividade do método foi avaliada por meio da análise de amostras branco de 6 animais distintos. Não foi observado interferente no tempo de retenção do analito e do padrão interno utilizado, o que demonstra a seletividade do método.

Para avaliar o efeito residual, injetou-se a amostra branco utilizada na condução da validação, na sequência foi injetada uma amostra de alta concentração

(5000 ng/L) e novamente amostras branco foram injetadas. Os resultados obtidos demonstraram que o método não apresenta efeito residual uma vez que não se observou picos do analito e do padrão interno nos tempos de retenção dos mesmos para as amostras branco injetadas após a amostra de alta concentração.

O efeito matriz foi avaliado analisando-se amostras branco de 6 animais diferentes, nos níveis de CQB (150 ng/L) e CQA (4000 ng/L), e os mesmos níveis foram avaliados em solvente. Os resultados obtidos demonstraram que o método não apresenta efeito matriz uma vez que atendeu aos limites permitidos: o coeficiente de variação (CV%) dos FMNs relativos a todas as amostras para cada analito/padrão interno foi inferior a 15%.

O teste de linearidade foi avaliado por meio da construção de três curvas de calibração, em três dias diferentes. A curva foi construída por padronização interna em 8 níveis de concentração e contemplou uma faixa linear de 50 a 5000 ng/L. Os resultados obtidos atenderam aos critérios estabelecidos na RDC-27: desvio menor ou igual a 15% em relação à concentração nominal, 75% dos resultados aprovados conforme critérios anteriores e no mínimo 6 resultados diferentes (incluindo LIQ e LSQ) aprovados conforme critérios anteriores.

Para avaliação da precisão e exatidão utilizou-se cinco concentrações, que correspondem aos níveis de LIQ (50 ng/L), CQB (150 ng/L), CQM (2100 ng/L), CQA (4000 ng/L) e CQD (84000 ng/L). Foram realizadas 6 determinações (réplicas de extração) por concentração, em três dias diferentes. Com os resultados obtidos calculou-se o CV (%) e EPR (%). Todos os valores de CV (%) e EPR (%), tanto intracorrida quanto intercorridas, foram inferiores a 15% o que comprova, respectivamente, a precisão e exatidão do método.

Os testes de estabilidade após ciclos de congelamento e descongelamento; pós-processamento e curta duração foram realizados fortificando-se 3 amostras testemunhas de cada matriz em dois níveis, CQB (150 ng/L) e CQA (4000 ng/L), totalizando 6 amostras para cada matriz. Na estabilidade após ciclo de congelamento e descongelamento as 3 amostras de cada nível foram extraídas e analisadas após serem mantidas congeladas em temperaturas inferiores à -20°C por 24 horas (ciclo 1). Este número de ciclos representa a quantidade de vezes que cada amostra tratada passa pelo processo de descongelamento no laboratório. Na estabilidade pós processamento, o mesmo número de amostras, nos mesmos níveis, foram submetidas ao processo de extração. Os extratos permaneceram

durante o período completo da corrida analítica (pelo menos 4 h) no injetor automático e, posteriormente, foram analisados. Na estabilidade de curta duração, novamente 3 amostras, nos níveis CQB (150 ng/L) e CQA (4000 ng/L) foram descongeladas, fortificadas e permaneceram à temperatura ambiente por 6 horas e, em seguida, foram submetidas aos processos de extração e análise. O teste de estabilidade da solução padrão foi realizado com três soluções trabalho, preparadas na concentração do CQM (150 ng/L). A solução trabalho 1 é a solução diluída preparada no início do desenvolvimento a partir da solução estoque (solução primária). Esta é a solução que foi utilizada desde o início até o término da validação. A solução trabalho 2 é a solução diluída preparada no último dia da validação a partir da mesma solução estoque (solução primária). A solução trabalho “recém-preparada” é obtida a partir de uma nova solução estoque, (solução primária 2), preparada no último dia da validação. Todas as soluções trabalho (1, 2 e recém-preparada) foram analisadas juntas no último dia da validação e os resultados obtidos foram comparados em função da área. A estabilidade das soluções trabalho são demonstradas quando não se observar desvio superior a 10% de suas respostas em comparação com as respostas das soluções recém preparadas.

Como resultado do ensaio de estabilidade, ficou evidenciada a estabilidade após ciclo de congelamento e descongelamento; pós processamento e curta duração, uma vez que foram observados desvios inferiores a 15% da média das concentrações obtidas com relação ao valor nominal, conforme exigido na RDC-27. A estabilidade das soluções trabalho foram demonstradas uma vez que o desvio foi inferior a 10% comparando as respostas das soluções trabalho 1 e 2 com a resposta da solução recém preparada, em atendimento à RDC-27.

O Laboratório em estudo também validou um método analítico de sulfito em produto formulado por LC-MS/MS. A validação foi realizada conforme diretrizes do documento orientativo do INMETRO DOQ-CGCRE-008 e foram avaliados experimentalmente os parâmetros seletividade, linearidade, precisão, Limite de Detecção (LD), Limite de Quantificação (LQ), recuperação e robustez. Todos os parâmetros avaliados foram aprovados, em atendimento aos critérios de aceitação estabelecidos no referente guia de validação. Vale destacar nessa validação dois importantes testes que devem ser realizados antes da aplicação da regressão linear, no teste de linearidade. O teste de Grubbs foi aplicado para verificação de valores discrepantes e o teste de Cochran para avaliação da homocedasticidade dos dados.

Os resultados dos testes de Grubbs e Cochran estão apresentados nas Tabelas 6.2 e 6.3, respectivamente.

TABELA 6.2 – Teste de Grubbs para soluções padrão de sulfito

	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Média	DP	$G_{med.(1)}$	$G_{med.(n)}$
Nível 1	15124,2	15606,0	14616,7	15053,6	14684,0	15016,9	397,2	1,01	1,48
Nível 2	34912,0	34346,5	34362,0	34330,3	33923,7	34374,9	351,8	1,28	1,53
Nível 3	64558,1	64464,8	66436,2	67077,2	64049,9	65317,2	1347,1	0,94	1,31
Nível 4	89964,9	91607,9	88936,0	90720,4	89915,3	90228,9	997,8	1,30	1,38
Nível 5	108884,0	113163,2	110856,7	110344,7	107574,7	110164,6	2112,5	1,23	1,42

Para n (número de medidas) = 5 e 95% de confiança, o valor máximo permitido de G é 1,67

TABELA 6.3 – Teste de Cochran para soluções padrão de sulfito

	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Média	DP	Variância	$C_{calculado}$
Nível 1	15124,2	15606,0	14616,7	15053,6	14684,0	15016,9	397,2	157731,9	
Nível 2	34912,0	34346,5	34362,0	34330,3	33923,7	34374,9	351,8	123735,1	
Nível 3	64558,1	64464,8	66436,2	67077,2	64049,9	65317,2	1347,1	1814704,5	0,1318
Nível 4	89964,9	91607,9	88936,0	90720,4	89915,3	90228,9	997,8	995694,9	
Nível 5	108884,0	113163,2	110856,7	110344,7	107574,7	110164,6	2112,5	4462580,3	
Para n (número de medidas) = 5, r (graus de liberdade) = 4 e 95% de confiança, o valor máximo permitido de C é 0,5441							Somatório	7554446,8	

No teste de Grubbs foi avaliada a possibilidade de *outlier* nas duas extremidades. Os resultados mostram que nenhum dos valores de $G_{calculado}$ ($G_{med.(1)}$ e $G_{med.(n)}$) foi maior que o $G_{crítico}$, portanto, não há valor discrepante (*outlier*) nos níveis estudados e todos os valores foram ser considerados na construção da curva de calibração.

Pelo teste de Cochran observou-se que o $C_{calculado}$ foi menor que o $C_{crítico}$, assim tem-se que as variâncias dos resultados são homogêneas, o que demonstra a homocedasticidade entre os dados e conseqüente adequação do modelo linear utilizado.

6.4.2. Procedimentos elaborados

6.4.2.1. Análise crítica pela direção

Foi elaborado um procedimento descrevendo a reunião de análise crítica, que era realizada pela Alta Direção. Esta reunião é um modo de analisar os resultados gerados pelo laboratório em determinado período de tempo, verificar o funcionamento geral do laboratório e assegurar a contínua adequação e eficácia dos trabalhos realizados em relação ao sistema de gestão empregado. No Laboratório em estudo essa reunião era realizada anualmente.

6.4.2.2. Atendimento às exigências do cliente

Foi elaborado um procedimento a fim de receber dos clientes opiniões em relação aos serviços prestados e também possíveis reclamações e sugestões, para assim poder aperfeiçoar cada vez mais o sistema. A cada término de projeto, um formulário de satisfação era enviado aos clientes, solicitando informações sobre a facilidade de comunicação com o laboratório, cordialidade, clareza e objetividade nas informações prestadas, disposição em colaborar com o cliente, cumprimento dos prazos, cumprimento do contrato e preços. Os resultados obtidos foram avaliados individualmente e sempre que aplicável eram feitas melhorias. Em virtude de uma das respostas, foi revisado o formulário de orçamento que era enviado ao cliente, de forma a facilitar a interpretação e detalhar todo o trabalho que estava sendo proposto.

6.4.2.3. Estimativa da incerteza

O laboratório criou um Procedimento Operacional Padrão (POP) de estimativa da incerteza, de acordo com o seu processo analítico. A demonstração da aplicação deste POP é apresentada na sequência com os dados da validação de diclofenaco em leite bovino.

Para a estimativa foram consideradas 3 diferentes fontes:

- 1) Preparo da solução padrão;
- 2) Curva de calibração;
- 3) Precisão.

Na contribuição do preparo da solução padrão, foram consideradas todas as etapas envolvidas no preparo das soluções que foram utilizadas para fortificar cada ponto da curva de calibração. O Figura 6.2 apresenta um fluxograma que representa as operações realizadas e as etapas críticas que foram consideradas para a obtenção do primeiro ponto da curva. As mesmas considerações foram feitas para os demais pontos.

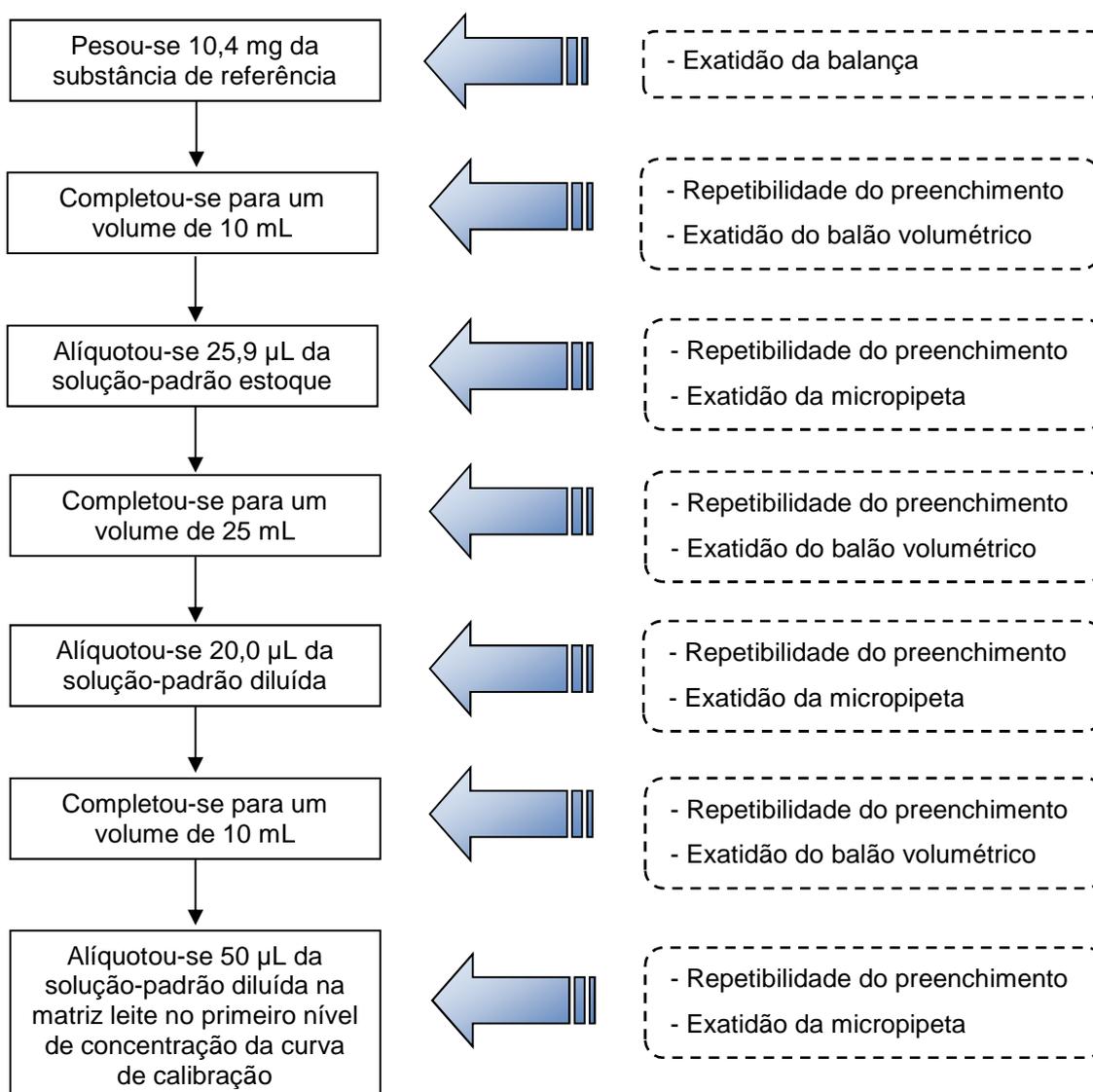


FIGURA 6.2 – Etapas de preparo da solução padrão diluída do primeiro ponto da curva de calibração.

A partir da Figura 6.3 pode-se observar que a maior contribuição para a etapa de preparo da solução padrão pode ser atribuída às micropipetas, na sequência à balança e por último aos balões volumétricos utilizados.

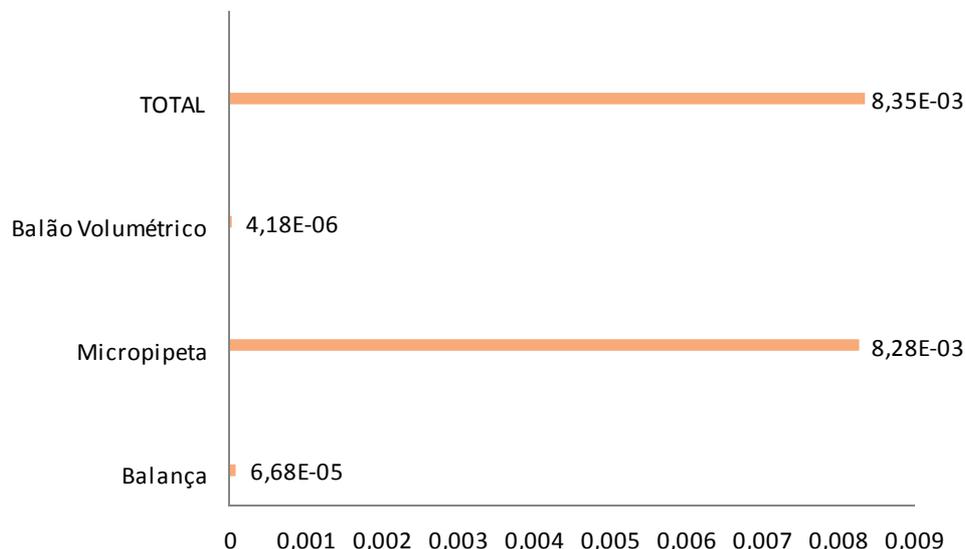


FIGURA 6.3 – Contribuição de diferentes fontes na incerteza do preparo da solução padrão.

Para a avaliação da incerteza proveniente da curva de calibração, foram consideradas as três curvas que foram construídas em 3 dias diferentes. A estimativa foi feita no menor valor da curva, nível de LIQ (50 ng/L), em que um maior valor da incerteza é estimado.

Na estimativa da incerteza padrão da precisão foram considerados os 5 níveis de precisão que foram ensaiados: LIQ (50 ng/L), CQB (150 ng/L), CQM (2100 ng/L), CQA (4000 ng/L) e CQD (84000 ng/L).

As fórmulas utilizadas nos cálculos das incertezas associadas ao preparo da solução padrão, curva de calibração e precisão estão descritas no Guia EURACHEM^[38] e em trabalho publicado por Ratola^[40].

A Figura 6.4 apresenta como cada uma das três fontes contribui na incerteza do método. Como pode ser observado, a maior contribuição é proveniente da curva de calibração, o que indica um ajuste não adequado do modelo da equação utilizada na construção da curva. Assim, uma maneira de diminuir a incerteza é ajustar o modelo matemático utilizado ou aplicar ponderação. Como a curva abrange uma grande faixa de concentração (50 a 5000 ng/L), uma outra forma de diminuir a contribuição da curva é a construção mais de uma curva, com intervalos menores.

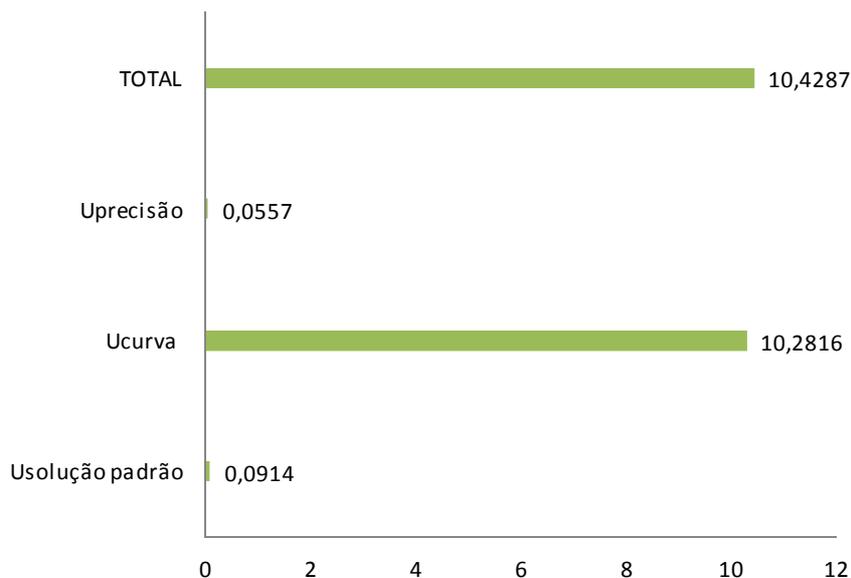


FIGURA 6.4 – Incerteza padrão referente ao preparo da solução padrão, curva e precisão.

Após a determinação das três fontes que foram consideradas inicialmente, foi estimada a incerteza padrão combinada e a incerteza expandida. Para a incerteza padrão combinada foi obtido um valor de 10,3 ng/L e o valor da incerteza expandida foi de 20,6 ng/L, que corresponde a 20,6% do LIQ (50,0 ng/L). Essa última é considerada como a incerteza do processo analítico para diclofenaco em leite bovino, com 95% de confiança.

6.5. Etapa 5: Treinamentos

Para que os colaboradores pudessem atuar de forma efetiva e comprometida na implementação do sistema foram oferecidos treinamentos nas normas e nos procedimentos internos. Os treinamentos em procedimentos internos foram oferecidos pelos colaboradores que elaboraram ou revisaram o documento e que eram, portanto, os mais envolvidos com a atividade. Sempre que um novo colaborador era integrado à equipe, o mesmo passava por um período de imersão à rotina de trabalho conforme sistema de qualidade. Na primeira semana de trabalho, o colaborador era treinado em todos os procedimentos relacionados ao seu trabalho. Como cada treinamento foi oferecido pela pessoa envolvida com a atividade, o colaborador tinha contato direto com praticamente toda a equipe do laboratório. Assim, ao iniciar efetivamente o seu trabalho, o novo colaborador já estava apto a atuar conforme sistemáticas definidas. Nessa etapa inicial de treinamentos era

destacado ao colaborador que as sistemáticas do Laboratório continuamente são melhoradas e que sugestões de melhoria são sempre avaliadas e aceitas quando aplicáveis.

6.6. Etapa 6: Auditorias

O grau de aderência do laboratório com seus procedimentos e com as normas foi avaliado em auditorias internas periódicas. Foram realizadas auditorias internas de sistemas e em atividades que foram definidas como críticas.

As auditorias de sistemas consistiram em auditar todos os requisitos das BPL e da ISO/IEC 17025. Essas avaliações foram feitas anualmente.

As auditorias/inspeções em atividades críticas consideraram as seguintes etapas:

- Auditoria ao Plano de Estudo e Plano de Estudo da etapa de laboratório;
- Auditoria/Inspeção ao recebimento, armazenamento, processamento e preparo de amostras;
- Auditoria/Inspeção ao recebimento e armazenamento de substâncias de referência;
- Auditoria/Inspeção ao preparo de soluções padrão;
- Auditoria/Inspeção às etapas de validação/análise;
- Auditoria ao relatório final da etapa de laboratório.

As auditorias/inspeções nas etapas críticas foram realizadas na totalidade para os estudos BPL. Para os demais projetos, foi auditado pelo menos o relatório final, sendo outras etapas escolhidas aleatoriamente.

Para cada não conformidade detectada nas auditorias internas, ou mesmo durante a rotina de trabalho, foram elaborados planos de ação, em que estava descrita a não conformidade observada, a ação para solucioná-la e evitar a sua reincidência, os responsáveis pelas ações a serem tomadas e prazos. A eficácia da ação tomada era verificada pela unidade da garantia da qualidade conforme prazo previamente estabelecido.

Pode-se dizer que as auditorias foram elementos chave de implementação e manutenção do sistema. Além de garantir a manutenção do sistema implementado,

pelo fato das auditorias terem sido realizadas de forma periódica, foi possível manter o pessoal treinado, capacitado e atualizado.

6.7. Etapa 7: Reunião de análise crítica pela direção

A reunião de análise crítica foi a última atividade realizada antes da preparação da documentação para envio ao INMETRO. Nessa reunião foram abordados todos os assuntos relacionados com o funcionamento do sistema e foram feitas propostas de melhorias.

Segue abaixo uma síntese de alguns assuntos apresentados:

- Foram apresentadas todas as mudanças que foram necessárias para adequar as atividades conforme ISO/IEC 17025 em termos de documentação.
- Foram lidas as não conformidades evidenciadas na auditoria interna ao sistema ISO/IEC 17025 (total de 17), bem como as propostas de ações corretivas.
- Foi lida e avaliada a política da qualidade.
- Foi discutida a participação em ensaios de proficiência e organização de uma comparação interlaboratorial.
- Foram avaliados os resultados obtidos na pesquisa de satisfação de cliente. Apesar das respostas terem sido em sua maioria satisfatórias, julgou-se pertinente melhorar o formulário de pesquisa enviado ao cliente, a fim de obter respostas mais precisas e completas.

6.8. Etapa 8: Montagem do dossiê

Com posse de toda a documentação necessária para o pedido da acreditação, todos os documentos foram organizados para submissão ao INMETRO. A alta direção optou por levar pessoalmente a documentação às Instalações do INMETRO, onde a mesma foi protocolada. A partir de então, manteve-se a rotina de trabalho normalmente, aguardando a visita dos avaliadores do INMETRO, o que ocorreu cerca de 4 meses após a entrega da documentação.

Vale destacar que internamente foi implementado um sistema integrado ISO/IEC 17025 e BPL. O Laboratório consultou o INMETRO em relação à possibilidade de ser realizada apenas uma avaliação para a verificação do

cumprimento dos requisitos de ambas as normas. No entanto, o pedido não foi aceito.

6.9. Pesquisa sobre a implementação do sistema integrado

A fim de constatar as principais dificuldades e também os principais benefícios decorrentes do processo de implementação do Sistema de Gestão da Qualidade Integrado, todos os envolvidos na implementação foram consultados. No questionário destinado ao GIT (Gerente da Instalação de Teste), GUT (Gerente da Unidade de Teste), GQ (Gerente da Qualidade), DE (Diretor de Estudo) e técnicos, foi pedido para que enumerassem, dentre os itens apresentados, os três que mais dificultaram o processo de implementação e os três maiores benefícios obtidos. Foi recomendado que enumerassem como 1 a maior dificuldade/benefício e assim sucessivamente. As Figuras 6.5 e 6.6 apresentam os resultados obtidos.

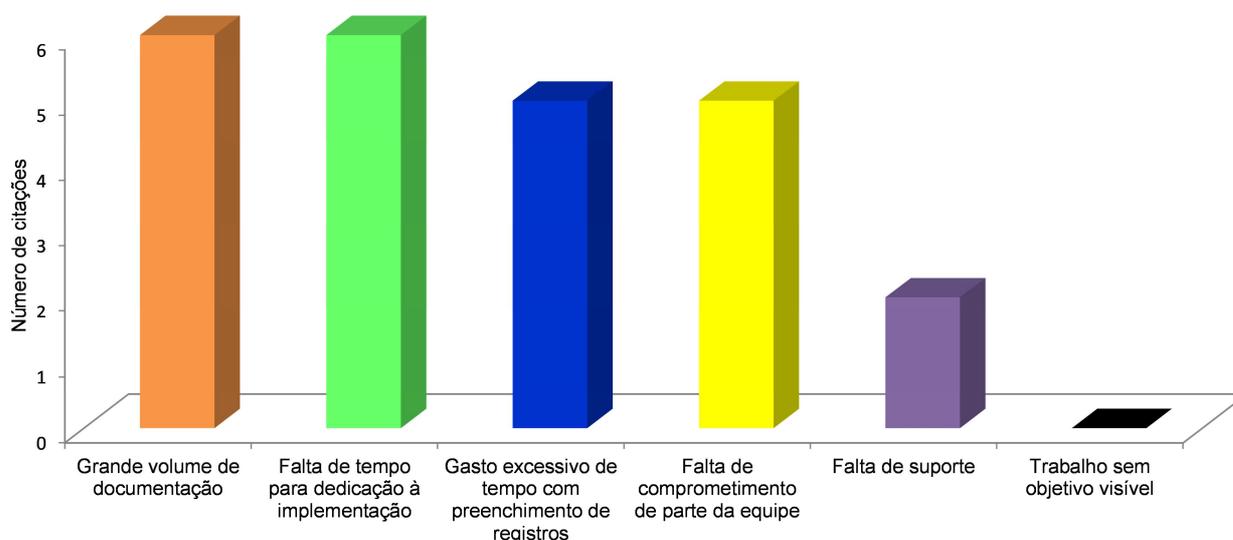


FIGURA 6.5 – Maiores dificuldades do processo de implementação da ISO/IEC 17025.

A partir da Figura 6.5 pode ser observada uma distribuição semelhante entre os quatro primeiros itens mais citados como as maiores causas de dificuldades encontradas durante o processo de implementação. Foram seis citações para o grande volume de documentação e para a falta de tempo para dedicação à implementação e cinco citações para gasto excessivo de tempo com preenchimento de documentos e para falta de comprometimento de parte da equipe. A alta incidência de citações no item grande volume de documentação pode ser atribuída à

necessidade de documentar todas as atividades realizadas no laboratório. Esta dificuldade, no entanto, após familiarização e adaptação do pessoal com os novos documentos se tornou uma ferramenta facilitadora da etapa de manutenção do sistema e o gasto com preenchimento dos documentos passou a despender menor tempo. O grande volume de documentação ter sido apontado como uma das maiores dificuldades da implementação concorda com dados apresentados por Halevy ^[80]. O autor apresentou uma pesquisa feita pela autoridade de acreditação de Israel em que 20 laboratórios acreditados responderam quais foram as principais dificuldades que encontraram durante a implementação do sistema e o grande volume de documentação foi o item mais citado.

Em relação à falta de comprometimento de parte da equipe fez-se necessário uma conscientização individual, para que cada colaborador pudesse ser capaz de avaliar se a sua maneira de trabalhar ia ao encontro da política de qualidade do laboratório, para que se estabelecesse uma parceria efetiva. Ainda em relação a esse item destacou-se o fato dele ter sido apontado como dificuldade número 1 para as três Gerências (Gerente da Instalação de Teste, Gerente da Unidade de Teste e Gerente da Qualidade), sendo que entre os colaboradores da área técnica (Diretores de Estudo e Técnicos) esse item foi apontado apenas por um colaborador como sendo a maior das dificuldades.

Para a falta de tempo na dedicação à implementação, o alto índice de citações se deve à exigência para que houvesse dedicação à implementação sem diminuição de desempenho com as outras atividades comumente realizadas.

A falta de suporte está relacionada à prover estrutura, material e até mesmo apoio técnico e científico para a realização das atividades relacionadas à implementação do sistema. Esse item foi apontado apenas duas vezes, o que demonstra o empenho da Gerência em garantir os recursos disponíveis para uma condução satisfatória das atividades.

Em relação ao trabalho sem objetivo visível, o mesmo não apresentou citação, o que demonstra que um dos principais objetivos iniciais da implementação foi concretizado: o pessoal foi devidamente informado durante o decorrer do processo sobre os objetivos a serem alcançados.

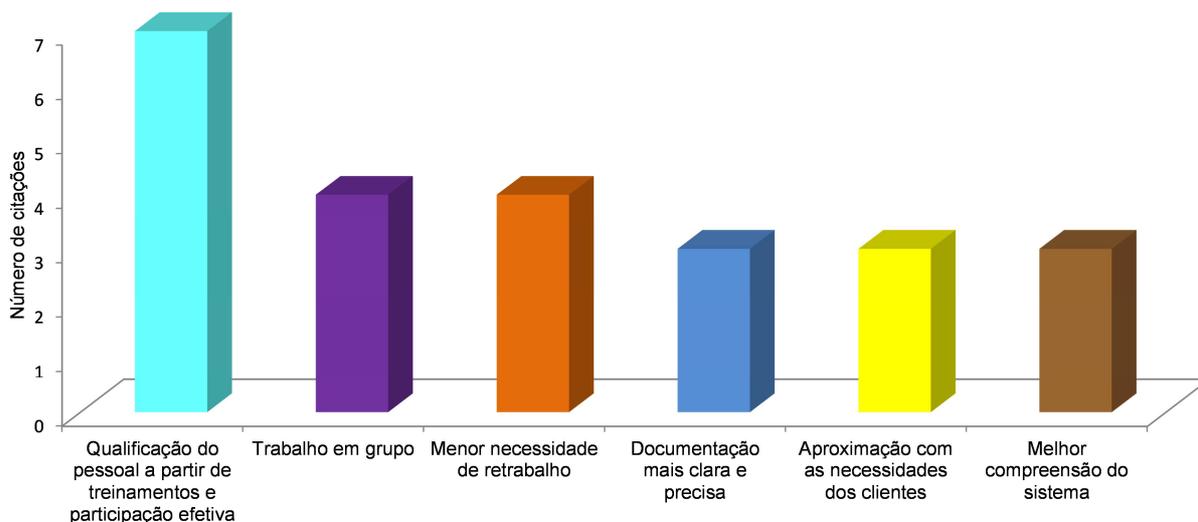


FIGURA 6.6 – Maiores benefícios do processo de implementação da ISO/IEC 17025.

Em relação aos benefícios da implementação, pode-se observar na Figura 6.6 que a qualificação do pessoal a partir de treinamentos e participação efetiva se destaca entre os maiores benefícios obtidos com o processo. A participação efetiva foi observada desde o início, já que a revisão dos procedimentos envolveu todo o pessoal. Os treinamentos também se mostraram eficazes para o aumento da qualificação de cada colaborador, tendo sido primordial o fato de serem oferecidos pelo colaborador que elaborou ou revisou o procedimento.

Além das questões sobre as dificuldades e benefícios, foi elaborada uma questão aberta, para que cada colaborador pudesse discorrer livremente sobre aspectos que julgasse pertinentes ao processo de implementação. É apresentada abaixo a ideia principal destacada por cada cargo:

GIT: A etapa de implementação despence gastos e até perda de rendimento do laboratório, que são compensados após o sistema ter sido estabelecido e estar funcionando de forma adequada.

GUT: Cita a falta de comprometimento de parte da equipe e acredita que um maior número de auditorias internas poderia melhorar o aspecto mencionado.

GQ: Ainda observa certa resistência da equipe de trabalho e menciona aspectos burocráticos como empecilho para um desenvolvimento rápido de determinadas atividades.

Pesquisadores: Observaram uma conscientização de todos os envolvidos no processo e relataram que a implementação da ISO/IEC 17025 tornou evidente que não apenas a parte analítica é importante, mas o conjunto como um todo.

Técnicos: Destacaram a importância da implementação da ISO/IEC 17025 como necessária ao bom desenvolvimento das atividades do laboratório e também foi atribuído ao processo a capacidade de promover envolvimento entre os membros da equipe de trabalho e com a qualidade.

Como ficou evidenciado, diferentes aspectos foram abordados pelos diferentes cargos. A atenção do GIT está voltada em prover a estrutura e condições adequadas, com uso consciente dos recursos e de forma a manter o rendimento do laboratório. O GUT preocupa-se com o comprometimento da equipe, uma vez que um aumento das atividades pode prejudicar o rendimento caso a equipe não esteja engajada. Além disso, vê as auditorias internas como ferramenta para manter a equipe comprometida com os assuntos da qualidade. A GQ também preocupa-se com a resistência observada em alguns colaboradores, que pode influenciar os motivados. Relata também a importância de se eliminar alguns aspectos burocráticos que podem atrapalhar o planejamento e cumprimento de prazos. Alguns desses aspectos são a demora para aprovar contratos com os clientes e orçamentos de pedido de calibração. Os pesquisadores, por trabalharem no dia a dia com diferentes técnicos de forma simultânea observaram durante o processo de implementação a conscientização de todos e passou a observar a importância de outros setores, como a qualidade e atividades administrativas. Os técnicos do laboratório destacaram que a implementação é uma necessidade para a sobrevivência do laboratório e observaram que a implementação proporcionou uma aproximação e envolvimento de toda a equipe.

Fica evidente pelas respostas que os diferentes cargos tem visões diferentes de um mesmo processo. Essa heterogeneidade é bastante enriquecedora em termos da melhoria contínua do sistema, uma vez que a qualidade como um todo é reflexo de cada contribuição individual.

6.10. Análise crítica do processo de reconhecimento BPL

O início das atividades para implementação do sistema BPL ocorreu em janeiro de 2007 e em dezembro de 2007 a documentação solicitando o reconhecimento do sistema foi encaminhada ao INMETRO. Assim, 11 meses foi o tempo utilizado para a implementação do sistema. Estiveram envolvidos no processo de implementação 11 colaboradores, sendo que dois deles possuía como atividade principal dedicar-se às atividades da Garantia da Qualidade. Após o envio e análise da documentação, a visita de inspeção foi marcada e realizada em agosto de 2008 e o reconhecimento formal ocorreu em dezembro de 2008. O período total para o reconhecimento foi, portanto, de 12 meses.

As informações acima estão sintetizadas na Tabela 6.4.

TABELA 6.4 – Período de implementação e reconhecimento do sistema BPL

	Início	Término	Número meses
Período de implementação	Janeiro/2007	Dezembro/2007	11
Período de reconhecimento	Dezembro/2007	Dezembro/2008	12

Até a presente data, o Laboratório passou por três avaliações/inspeções. A primeira visita, denominada de avaliação inicial, ocorreu em 2008. Após o período de 1 ano foi realizada a visita de manutenção, que passou a ser realizada a cada 2 anos a partir da terceira avaliação.

A Tabela 6.5 apresenta número total de não conformidades evidenciadas em cada avaliação, a quantidade de dias necessários para a implementação das ações corretivas, o total de colaboradores do laboratório e a quantidade de avaliadores e dias envolvidos em cada avaliação.

TABELA 6.5 – Dados das avaliações BPL

Ano	Total de NC's*	Implementação das AC's** (dias)	Número de colaboradores	Número de Avaliadores	Dias de avaliação
2008	14	88	11	2	3
2009	8	40	14	2	3
2011	8	9	12	2	3

*NC's: Não Conformidades

**AC's: Ações Corretivas

Na visita/inspeção realizada em 2008 foram evidenciadas 14 não conformidades. O Laboratório necessitou de 88 dias para implementar todas as ações corretivas para as não conformidades observadas, tempo inferior ao prazo máximo de 90 dias. Nessa avaliação o Laboratório contou com um equipe de 11 colaboradores, sendo 5 doutores, 1 mestre, 1 graduado e 4 técnicos. A avaliação foi realizada por 2 avaliadores, sendo 1 avaliador líder e um avaliador em treinamento, em 3 dias.

Em 2009 foram evidenciadas 8 não conformidades, sendo as ações corretivas implementadas em 40 dias. Esse tempo foi inferior aos 45 dias de prazo e só não foi menor em virtude das férias coletivas do Laboratório após a avaliação. O quadro de funcionários do Laboratório contou com 14 colaboradores, sendo 2 doutores, 2 mestres, 6 graduados, 3 técnicos, além do consultor. A avaliação foi realizada em 3 dias por 2 avaliadores.

A última avaliação foi realizada em 2011, onde foram detectadas 8 não conformidades, que foram sanadas em 9 dias, sendo o prazo máximo 45 dias. A equipe do Laboratório era composta por 12 colaboradores: 2 doutores, 7 graduados, 2 técnicos e 1 estagiário de nível superior. A inspeção foi realizada, novamente, em 3 dias por 2 avaliadores.

Vale ressaltar que em todas as validações, pelo menos 1 dos avaliadores foi o mesmo da avaliação anterior.

As não conformidades evidenciadas em cada avaliação foi relacionada com o requisito da NIT-DICLA-035 em que foram atribuídas as não conformidades e estão apresentadas na Tabela 6.6.

TABELA 6.6 – Não conformidades evidenciadas nas avaliações BPL

Nº	Requisito da NIT-DICLA-035		
	2008	2009	2011
1	1.1.2.m	1.1.2.d	1.1.2.a
2	10.3	1.1.1	1.1.2.a
3	1.1.2.l	1.1.2.m	1.1.2.d
4	1.1.2.f	1.1.2.m	4.2
5	2.2.1.d	1.1.2.m	4.1
6	4.2	5.2.1	8.3.3
7	3.4	5.2.3	7.1
8	2.2.1	7.1	8.3.3
9	8.3.3		
10	7.1		
11	8.3.3		
12	6.2.2		
13	7.1		
14	5.1.2		
ANO	2008	2009	2011

Pela Tabela 6.6 observa-se que três requisitos (1.1.2.m, 7.1 e 8.3.3) apresentaram quatro não conformidades cada um e os demais apresentaram duas ou apenas uma não conformidade.

O requisito 1.1.2.m refere-se à manutenção da agenda mestra; o 7.1. é referente à ter Procedimentos Operacionais Padrão escritos para garantir a qualidade e integridade dos dados gerados e o requisito 8.3.3 determina que todos os dados gerados durante a condução do estudo devem ser registrados diretamente, prontamente, exatamente e legivelmente, pela pessoa que gerou os dados, sendo que os registros devem ser assinados e datados.

A principal dificuldade encontrada pelo Laboratório para manutenção da agenda mestra foi conseguir elaborar um modelo capaz de atender às exigências BPL, mas que ao mesmo tempo pudesse fornecer toda a rastreabilidade dos estudos e fosse de fácil atualização. Essa dificuldade foi sanada ao designar um número menor de responsáveis pela atualização dos campos da agenda. Pode-se verificar que em 2011 esse requisito não apresentou não conformidade.

Em relação aos Procedimentos Operacionais Padrão, as não conformidades evidenciadas estavam relacionadas à citação de procedimentos obsoletos, falta de alguma informação, informações equivocadas ou falta de detalhamento de alguma atividade realizada. Para evitar a citação de procedimentos obsoletos, deixou-se de referenciar a revisão do procedimento citado. A revisão atual deveria ser consultada na lista mestra de documentos. Quanto à necessidade de informações mais precisas, a análise crítica de toda a documentação passou a ser feita em um período menor de tempo, a fim de garantir a adequação da documentação analisada criticamente.

Um dos maiores desafios do Laboratório foi conseguir o comprometimento dos funcionários para preencher os registros de forma imediata e sem rasuras. Um grande volume de treinamentos foi realizado visando apresentar a importância de tal requisito e a forma de preencher os registros. Apesar dessas medidas, as não conformidades tanto em auditorias/inspeções internas quanto externas eram incidentes nesse requisito. A maior dificuldade relatada pelos colaboradores estava principalmente em conciliar o preenchimento dos registros, mantendo-se a produtividade exigida pela gerência. Para sanar essa dificuldade, julgou-se necessário a informatização da sistemática para registro de dados brutos, com a implementação de computadores no local de realização das atividades. Essa alternativa está em fase de avaliação pela direção.

Com os dados da Tabela 6.6 foi elaborada a Figura 6.7, com a finalidade de avaliar os requisitos da norma com maior incidência de não conformidades em cada avaliação.

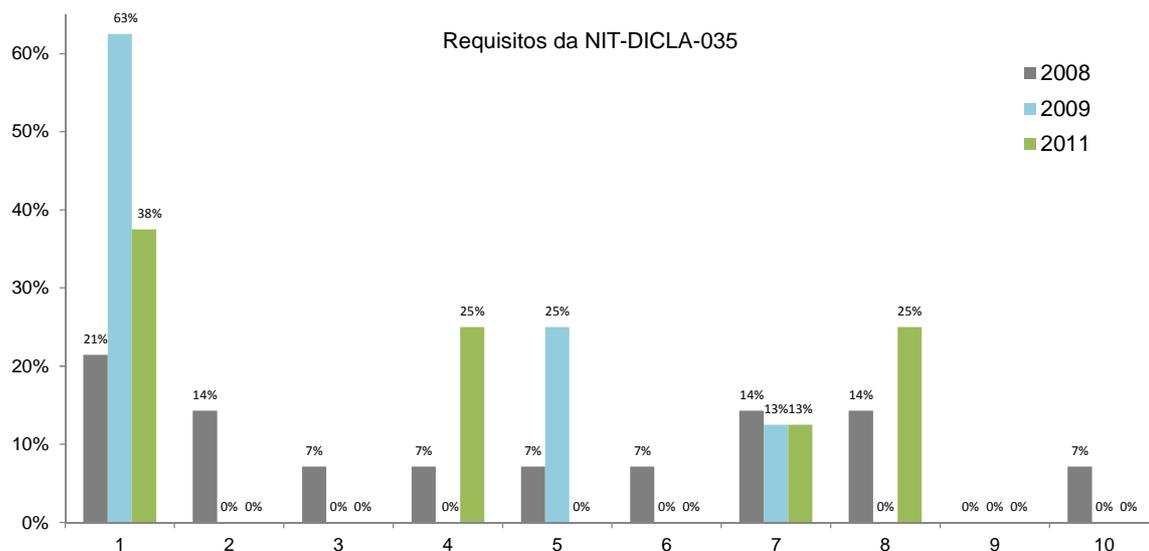


FIGURA 6.7 – Porcentagem de não conformidades identificadas no sistema em cada requisito da NIT-DICLA-035 (BPL).

Pode-se observar na Figura 6.7 que na primeira avaliação foram evidenciadas não conformidades em praticamente todos os requisitos da NIT-DICLA-035, com exceção do item 9 (Relatando os resultados do estudo). Além disso, pode-se observar que a partir da segunda avaliação, o número de não conformidades diminuiu e ficou centralizado em poucos requisitos da norma. Em 2009, apenas 3 requisitos apresentaram não conformidades e em 2011 foram 4 os requisitos citados.

6.11. Análise crítica do processo de acreditação ISO/IEC 17025

A adaptação do Sistema BPL para atendimento aos requisitos da ISO/IEC 17025 teve início em março de 2009 e contou com a participação de um consultor externo, que também é avaliador do INMETRO. A documentação foi entregue ao INMETRO em outubro de 2009, totalizando um período de implementação de 7 meses.

Após o envio e análise da documentação, o Laboratório foi consultado para aceitação da equipe avaliadora e a avaliação ocorreu em fevereiro de 2010. Após a visita, que gerou um relatório de avaliação (RAV), foram providenciadas as ações corretivas para as não conformidades observadas e a acreditação foi formalizada em

junho de 2010, totalizando um período total de acreditação de 8 meses (período entre o envio da documentação e a formalização do sistema).

As informações citadas anteriormente estão sintetizadas na Tabela 6.7.

TABELA 6.7 – Período de implementação e acreditação do sistema ISO/IEC 17025 no Laboratório em estudo

	Início	Término	Número meses
Período de implementação	Março/2009	Outubro/2009	7
Período de acreditação	Outubro/2009	Junho/2010	8

CARVALHO ^[47] fez uma análise comparando o tempo médio, mínimo e máximo que Laboratórios acreditados de 2000 à 2003 necessitaram para obtenção da acreditação junto ao INMETRO. A Tabela 6.8 apresenta os resultados dessa análise.

TABELA 6.8 – Tempo de acreditação concedida de 2000 à 2003 (adaptado de CARVALHO ^[47])

Ano	Tempo médio (mês)	Tempo mínimo (mês)	Tempo máximo (mês)
2000	28	11	74
2001	36	11	95
2002	31	8	65
2003	35	8	104

Pode-se observar pela Tabela 6.8 que o tempo mínimo necessário para a acreditação foi de 8 meses, tempo que coincide com o tempo que o Laboratório em estudo necessitou para obter a acreditação.

O Laboratório em estudo passou até o momento por 2 avaliações para verificação do atendimento aos requisitos da NBR ISO/IEC 17025. A primeira ocorreu em 2010, sendo evidenciadas 11 não conformidades. Nessa avaliação o Laboratório contava com 13 colaboradores, sendo 2 doutores, 2 mestres, 5 graduados, 3 técnicos, além do consultor.

Na segunda avaliação, realizada em 2011, foram constatadas 3 não conformidades e o Laboratório possuía 11 colaboradores, sendo 2 doutores, 7 graduados e 2 técnicos.

A Tabela 6.9 sintetiza as informações acima citadas.

TABELA 6.9 – Dados das avaliações ISO/IEC 17025

Ano	Total de NC's*	Implementação das AC's** (dias)	Número de colaboradores	Número de Avaliadores	Dias de avaliação
2010	11	66	13	2	3
2011	3	5	11	2	3

*NC's: Não Conformidades

**AC's: Ações Corretivas

As não conformidades evidenciadas em cada avaliação foi relacionada com o requisito da NBR ISO/IEC 17025 em que foram atribuídas as não conformidades e estão apresentadas na Tabela 6.10.

TABELA 6.10 – Não conformidades evidenciadas nas avaliações ISO/IEC 17025

Nº	Requisito da NBR ISO/IEC 17025	
1	4.2.5	4.6.3
2	4.3.1	4.3.2.2.b
3	4.3.2.2.b	5.5.7
4	4.4.1.a	
5	4.6.3	
6	4.6.4	
7	4.12.2	
8	4.13.1.1	
9	5.5.4	
10	5.6.2.2	
11	5.5.2	
ANO	2010	2011

Pela Tabela 6.10 observa-se que dois requisitos (4.3.2.2.b e 4.6.3) apresentaram não conformidade nas duas avaliações.

O requisito 4.3.2.2.b descreve que os procedimentos adotados devem ser periodicamente analisados criticamente e, quando necessário, revisados para assegurar contínua adequação. O requisito 4.6.3 refere-se à necessidade dos documentos de aquisição de serviços e suprimentos que afetem a qualidade do

resultado terem seu conteúdo técnico analisado criticamente e aprovado antes da liberação do material para uso.

A não conformidade no requisito 4.3.2.2.b se deu inicialmente por não haver evidência de que a análise crítica da documentação, que era realizada anualmente, era efetivamente feita. O Laboratório passou então a registrar na lista mestra de documentos a data de realização da análise crítica em cada documento. A segunda não conformidade no requisito se deu devido à um procedimento que fazia referência a um formulário obsoleto. Assim, a análise crítica de toda a documentação passou a ser feita em um período menor de tempo, a fim de garantir a adequação da documentação analisada criticamente.

As não conformidades no requisito 4.6.3 se deu em virtude de não haver especificações precisas para a aquisição de cada serviço e suprimento capaz de afetar a qualidade do resultado e, conseqüentemente, não havia verificação adequada do atendimento às especificações. Para sanar a primeira incidência de não conformidade nesse requisito, foi elaborada uma lista com todos os serviços e suprimentos considerados críticos e as especificações foram definidas, assim como os critérios para aceitação. Ocorreu, no entanto, que em relação à calibração de equipamentos, havia diferentes especificações para um mesmo tipo de equipamento, o que gerou confusão no momento de solicitar os pontos a serem calibrados e ocorreu a segunda não conformidade no mesmo requisito. Para evitar equívocos, a lista de especificações foi revisada e padronizada. Vale destacar que a calibração deve ser RBC e não basta ser somente rastreável RBC. Uma calibração RBC é uma calibração feita por um laboratório de calibração acreditado conforme ISO/IEC 17025 pelo INMETRO e cuja competência foi comprovada no método de calibração desejado. Esses laboratórios fazem parte da RBC (Rede Brasileira de Calibração), sendo que a lista de laboratórios pertencentes a essa rede, assim como o escopo de acreditação de cada um pode ser consultado no site do INMETRO ^[81]. Além disso, é importante destacar que as calibrações devem ser feitas na faixa de uso do equipamento e não de forma indiscriminada em toda a faixa.

Com o objetivo de localizar os requisitos da ISO/IEC 17025 em que foram evidenciadas as não conformidades e comparar com dados de outros Laboratórios, tanto do Brasil, quanto dos Estados Unidos da América, foi elaborada a Figura 6.8.

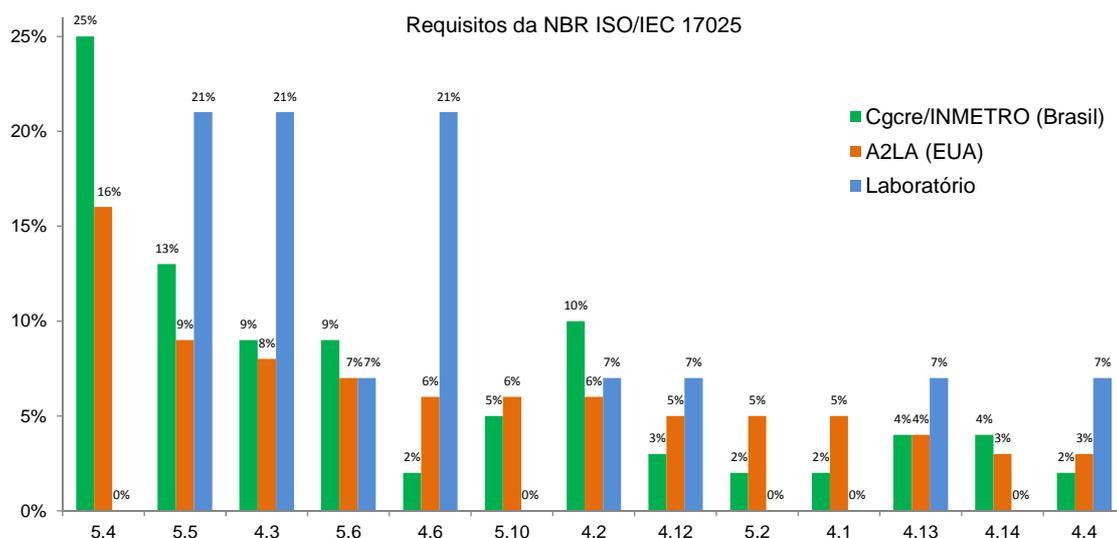


FIGURA 6.8 – Requisitos do Laboratório com maior incidência de não conformidades e comparação com dados de outros laboratórios.

A Figura 6.8 consiste na inserção de dados do Laboratório em estudo à Figura 4.3, que representa os 12 requisitos com maior incidência de não conformidades tanto na obtenção da acreditação junto à Cgcre/INMETRO quanto no A2LA (Associação Americana de Acreditação de Laboratórios).

Inseriu-se na Figura 6.8 o requisito 4.4, que apesar de não ter se destacado entre os requisitos com maior número de não conformidades na acreditação de laboratórios brasileiros e americanos, apresentou porcentagem significativa no Laboratório em estudo.

Pode-se observar na Figura 6.8 que a maior porcentagem de não conformidades no Laboratório em estudo está presente no requisito 5.5 (Equipamentos), 4.3 (Controle de documentos) e 4.6 (Aquisição de serviços e suprimentos). Vale destacar que o Laboratório em estudo não obteve não conformidade no requisito com maior incidência em dados do INMETRO e do A2LA, que é o referente a Métodos de ensaio e Validação de métodos (5.4).

Em relação ao tempo necessário para implementação das ações corretivas, pode-se observar na Tabela 6.9 que o tempo gasto pelo Laboratório em estudo foi sempre inferior ao prazo máximo permitido. Na primeira avaliação, cujo prazo máximo era de 90 dias, o Laboratório em estudo implementou as ações corretivas em 66 dias; na segunda avaliação, cujo prazo era de 45 dias, as ações foram implementadas em 6 dias. Esses resultados podem ser comparados com análise

feita por CARVALHO ^[47], que apresenta o número de meses que laboratórios precisaram para sanar as não conformidades do RAV. A Figura 6.9 apresenta os resultados dessa pesquisa.

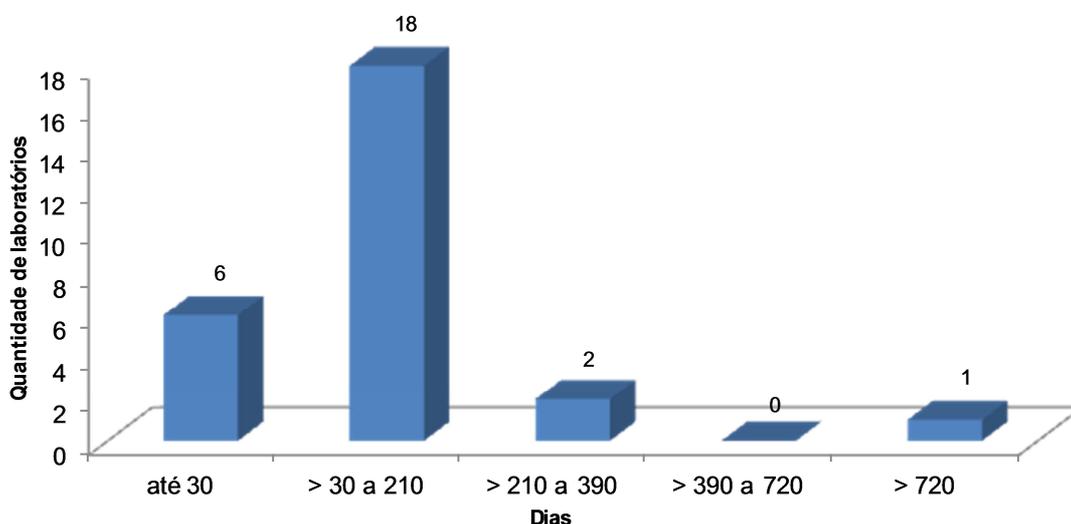


FIGURA 6.9 – Tempo para eliminar não conformidades do RAV (adaptado de CARVALHO ^[47]).

Pode-se verificar que o Laboratório se encaixa no segundo grupo na primeira avaliação e na segunda avaliação se enquadra no primeiro grupo.

6.12. A maturidade do Sistema de Gestão da Qualidade no Laboratório em estudo

A maturidade do Sistema de Gestão da Qualidade observado no Laboratório em estudo concorda com os estudos apresentados por PIRES ^[52] e BAHIA FILHO ^[11], por meio das Figuras 4.5 e 4.6, respectivamente. Antes de se iniciar a implementação do sistema de qualidade predominava no Laboratório em estudo um estado de bem estar, que foi rompido no momento em que foi divulgado que se iniciaria a implementação e que todos estariam envolvidos. Na sequência observou-se uma etapa de negação, em que muito se especulava sobre como seria conduzido o processo e como isso afetaria o trabalho de cada um. A nova ideia foi então muito questionada. Com o passar do tempo e início das atividades de implementação atingiu-se um momento em que muitas novas atividades eram realizadas, mas ainda não eram visíveis os benefícios futuros. Foi nesse momento que a Alta Direção e, em especial, a equipe de Garantia da Qualidade foi de suma importância, no papel

de encorajar e reforçar os objetivos a serem alcançados. Após o término dessa etapa de bem estar mínimo, o bem estar voltou a aumentar, pois passou a existir um melhor entendimento de todo o processo, iniciou-se o uso do que foi elaborado e os benefícios que se buscava inicialmente já começavam a ser perceptíveis. Assim, atingiu-se uma etapa em que todos estavam familiarizados com o sistema implementado e o mesmo foi incorporado normalmente à rotina de trabalho.

Após a etapa de implementação do sistema, iniciou-se a sua manutenção, sendo que a forma de condução dessa última foi decisiva para caracterizar um sistema maduro. No Laboratório em estudo ocorreu um perfil semelhante ao observado em sistemas de qualidade com maturidade. O maior volume de trabalho ocorreu nas etapas iniciais do processo e o relaxamento entre as avaliações foi pequeno. O que contribuiu para esse cenário foi que as avaliações externas eram vistas pela equipe do Laboratório em estudo como semelhante às auditorias internas. Outra característica que denota esse comportamento de maturidade é que não havia preparação específica, planos de ação ou orientação para a equipe nas datas de avaliação. A equipe do Laboratório em estudo apenas era informada da data de avaliação/inspeção e orientados a executar suas atividades como realizadas no dia a dia.

7. PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS

A implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade conforme Boas Práticas de Laboratório (BPL) e ISO/IEC 17025 é capaz de trazer inúmeros benefícios que os laboratórios do meio acadêmico poderiam usufruir.

A confiabilidade dos dados e rastreabilidade dos resultados podem facilitar a publicação dos dados, que muitas vezes são ignorados por falta de tratamento adequado ou por perda da rastreabilidade após a saída de um aluno do grupo de pesquisa. Adicionalmente, os sistemas possuem exigências também solicitadas pelas revistas científicas, tal como validação de métodos e estimativa da incerteza, que quando executadas em ambiente com Qualidade são realizadas de forma padronizada e sistemática.

Outro aspecto positivo de se operar conforme um Sistema de Gestão da Qualidade, é que a Universidade estaria cumprindo o seu papel, de formar profissionais capacitados e preparados para as exigências do mercado de trabalho.

Nesse contexto, o presente trabalho incentiva que seja melhor explorada a aplicação dos requisitos dos Sistemas de Gestão da Qualidade no meio acadêmico.

8. CONCLUSÕES

O Laboratório em estudo conseguiu a implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade integrado conforme às Boas Práticas de Laboratório (BPL) e a ISO/IEC 17025.

Apesar de possuir internamente um sistema integrado, os sistemas BPL e ISO/IEC 17025 são avaliados de forma separada pelo INMETRO. O reconhecimento BPL foi obtido em 2008 e o Laboratório passou por 3 avaliações desse sistema. A acreditação ISO/IEC foi obtida em 2010, o Laboratório passou por 2 avaliações e acreditou 84 métodos de ensaios.

Na última inspeção BPL foram evidenciadas 8 não conformidades, cujas ações corretivas foram implementadas em 9 dias. Para o sistema ISO/IEC 17025 foram evidenciadas na última avaliação realizada um total de 3 não conformidades, sendo as ações corretivas implementadas em 5 dias. Em todas as avaliações, BPL e ISO/IEC 17025, o tempo para implementação foram sempre inferiores ao prazo.

Para orientar as atividades de implementação do sistema de gestão, o Laboratório optou pela contratação de um consultor externo. As contribuições nos assuntos técnicos, da qualidade e experiências com implementação de sistemas e auditorias em diferentes tipos de laboratórios contribuiu para facilitar as atividades no Laboratório. Evidência dessa facilitação foi que a implementação do sistema ISO/IEC 17025 foi realizado em 8 meses, o que representa um tempo pequeno comparado com dados da literatura.

Após o sistema implementado e incorporado à rotina de trabalho os benefícios passaram a ser visíveis, com destaque para a formação de um equipe comprometida com os assuntos da qualidade.

Durante todo o processo de elaboração e posteriormente manutenção dos sistemas, propostas de melhoria foram sempre apontadas pelos colaboradores ou mesmo pelos clientes. Dessa forma, foi estabelecido um sistema adequado aos anseios do Laboratório, adequado às atividades realizadas e com foco no cliente, a fim de prestar um serviço com excelência e atender cada vez melhor as necessidades e expectativas do cliente.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] OLIVEIRA, O.J.; PALMISANO, A.; MANÃS, A.V.; MODIA, E.C.; MACHADO, M.C.; FABRÍCIO, M.M.; MARTINO, M.A.; NASCIMENTO, P.T.S.; PEREIRA, R.S.; SOUZA, R.; BARROCO, R.; CALIXTO, R.; SERRA, S.M.B.; MELHADO, S.B.; CARVALHO, V.R.; PEDREIRA FILHO, W.R. **Gestão da Qualidade: Tópicos avançados**. São Paulo: Cengage Learning, 2009. 243 p.

[2] JURAN, J.M.; GRYNA, F.M. **Controle da qualidade handbook: Conceitos, Políticas e Filosofia da Qualidade**, 4ª edição, v.1. São Paulo: Makron Books, McGraw Hill, 1991.

[3] PALADINI, E.P. **Gestão Estratégica da Qualidade: Princípios, Métodos e Processos**, 2ª edição. São Paulo: Atlas, 2009. 240 p.

[4] GILMORE, H.L. Product conformance cost. *Quality Progress*, v.7, n.5, p.16-19, 1974.

[5] TUCHMAN, B.W. The Decline of Quality. *New York Times Magazine*, 2 November, p.38, 1980.

[6] OLIVARES, I.R.B. **Gestão de qualidade em laboratórios**, 2ª edição, revisada e ampliada. Campinas: Átomo, 2009. 146 p.

[7] JUNIOR, I.M.; CIERCO, A.A.; ROCHA, A.V.; MOTA, E.B.; LEUSIN, S. **Gestão da qualidade**, 10ª edição. Rio de Janeiro: FGV, 2010. 204 p. (Gestão Empresarial (FGV Management)).

[8] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-035: Princípios das Boas Práticas de Laboratório – BPL**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[9] 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.

[10] SEILER, J.P. **Good Laboratory Practice – the Why and the How**, 2ª edição, New York: Springer, 2005. 424 p.

[11] BAHIA FILHO, O. O Paradigma da Autogestão nos Laboratórios de Ensaio. *Scientia Chromatographica*, v. 1, n. 3, p. 61-67, 2009.

[12] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/monitoramento_BPL/historico.asp> Acesso em: 07 fev. 2013.

[13] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). Disponível em: <<http://www.iso.org/iso/home/about.htm>> Acesso em: 13 fev. 2013.

- [14] SILVA, G.M.P. Proposta para Modificações no Processo de Acreditação de Laboratórios da Coordenação Geral de Credenciamento do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Niterói, Programa de Pós-Graduação em Sistemas de Gestão da Qualidade - Universidade Federal Fluminense, 2006. Dissertação de mestrado. 164 p.
- [15] SANTOS, L.L.; MAINIER, F.B. A evolução do sistema de gestão da qualidade em laboratórios de ensaio e calibração e a sua importância para as relações comerciais. VI Congresso Nacional de Excelência em Questão. Niterói-RJ, 2010.
- [16] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **DOQ-DQUAL-006: Orientações para adoção da NBR ISO/IEC 17025 pelos laboratórios credenciados e postulantes ao credenciamento**, Revisão 00. Duque de Caxias, 2001.
- [17] DEMING, W. E. **Qualidade: a revolução da administração**. Rio de Janeiro: Saraiva, 1990.
- [18] BAHIA FILHO, O. Implementação de Sistemas de qualidade em Laboratórios de Ensaio. Revista Analytica, n. 3, p. 24-28, 2003.
- [19] FOX, A. GLP Regulations vs. ISO 17025 Requirements: How do they differ? Accreditation and Quality Assurance, v. 8, p. 303, 2003.
- [20] ENGELHARD, T.; FELLER, E.; NIZRI, Z. A comparison of the complimentary and different issues in ISO/IEC 17025 and OECD GLP. Accreditation and Quality Assurance, v. 8, p. 208-212, 2003.
- [21] FELLER, E. Implementation of the OECD principles of good laboratory practice in test facilities complying with a quality system accredited to the ISO/IEC 17025 standard. Ann Ist Super Sanità, v. 44, n. 4, p. 344-347, 2008.
- [22] COUTINHO, M. A. O. Implementação dos Requisitos da Norma ABNT ISO/IEC 17025 a Laboratórios: Uma Proposta de Ações para Reduzir a Incidência de Não Conformidades nos Processos de Concessão e Manutenção da Acreditação pela Cgcre/INMETRO. Niterói, Programa de Pós-Graduação em Sistemas de Gestão - Universidade Federal Fluminense, 2004. Dissertação de mestrado. 122 p.
- [23] LANÇAS, F. M. **Validação de Métodos Cromatográficos de Análise**. São Carlos: RiMa, 2004. 62 p.
- [24] LEITE, F. **Validação em Análise Química**, 3ª edição, ampliada e atualizada. Campinas: Átomo, 1998. 224 p.
- [25] CASSIANO, N.M; BARREIRO, J.C; MARTINS, L.R.R; OLIVEIRA, R.V; CASS, Q.B. Validação em métodos cromatográficos para análises de pequenas moléculas em matrizes biológicas. Química Nova, v. 32, n. 4, p. 1021-1030, 2009.
- [26] RIBANI, M.; BOTTOLI, C. B. G.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F.; MELO, L. F. C. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. Química Nova, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004.

- [27] RIBEIRO, F.A.L.; FERREIRA, M.M.C.; MORANO, S.C.; SILVA, L.R.; SCHNEIDER, R.P. Planilha de validação: uma nova ferramenta para estimar figuras de mérito na validação de métodos analíticos univariados. *Química Nova*, v. 31, n. 1, p. 164-171, 2008.
- [28] PASCHOAL, J.A.R.; RATH, S.; AIROLDI, F.P.S.; REYES, F.G.R. Validação de métodos cromatográficos para a determinação de resíduos de medicamentos veterinários em alimentos. *Química Nova*, v. 31, n. 5, p. 1190-1198, 2008.
- [29] BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. ANVISA. Resolução RE nº899 de 29 de maio de 2003. *Diário Oficial da União*, Brasília, 02 de junho de 2003.
- [30] BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. ANVISA. Resolução RDC nº27 de 17 de maio de 2012. *Diário Oficial da União*, Brasília, 22 de maio de 2012.
- [31] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **DOQ-Cgcre-008: Orientação sobre validação de métodos analíticos**, Revisão 04. Duque de Caxias, 2011.
- [32] EUROPEAN COMMISSION. Commission Decision 2002/657/EC de 12 de agosto de 2002. *Official Journal of the European Communities*. Seção L 221, p. 8-36.
- [33] EUROPEAN MEDICINE AGENCY. **Guidance on validation of bioanalytical methods**. London, 2009. 22 p.
- [34] U.S. FOOD AND DRUG ADMINISTRATION. **Guidance for industry: bioanalytical method validation**. Rockville, 2001. 22 p.
- [35] GRUBBS, F. E. Procedures for detecting outlying observations in samples. *Technometrics*, v. 11, n.1, p. 1-21, 1969.
- [36] COCHRAN, W. G. The distribution of the largest of a set of estimated variances as a fraction of their total. *Annals of Eugenics*, v. 11, p. 47-52, 1941.
- [37] Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. VIM 2012. 1ª edição Luso-Brasileira, Duque de Caxias: INMETRO, 2012. 94 p.
- [38] ELLISON, S. L. R.; ROSSLEIN, M.; WILLIAMS, A. Guia EURACHEM/CITAC: Determinando a Incerteza na Medição Analítica, 1ª edição Brasileira, Sociedade Brasileira de Metrologia, 2002.
- [39] Guia para a Expressão da Incerteza de Medição, 3ª edição Brasileira, Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, 2003. 120 p.
- [40] RATOLA, N.; SANTOS, L.; HERBERT, P.; ALVES, A. Uncertainty associated to the analysis of organochlorine pesticides in water by solid-phase microextraction/gas chromatography-electron capture detection - Evaluation using two different approaches. *Analytica Chimica Acta*, n. 573-574, p. 202-208, 2006.

- [41] DIAS, M.G.; CAMÕES, M.F.G.F.C.; OLIVEIRA, L. Uncertainty estimation and in-house method validation of HPLC analysis of carotenoids for food composition data production. *Food Chemistry*, v. **109**, p. 815-824, 2008.
- [42] KONIECZKA, P.; NAMIÉŚNIK, J. Estimating uncertainty in analytical procedures based on chromatographic techniques. *Journal of Chromatography A*, v. **1217**, p. 882-891, 2010.
- [43] OLIVEIRA, E.C.; AGUIAR, P.F. Comparação de diferentes abordagens para avaliação da incerteza na cromatografia Gasosa do gás natural. *Química Nova*, v. 32, n. 6, p. 1655-1660, 2009.
- [44] MAROTO, A.; RIU, J.; BOQUÉ, R.; RIUS, F.X. Estimating uncertainties of analytical results using information from the validation process. *Analytica Chimica Acta*, v. **391**, p. 173-185, 1999.
- [45] BAHIA FILHO, O.; PRADA, P.R.; MENEGHESSO, C.; LANÇAS, F.M. Desvendando a medição nos ensaios químicos: 1. A curva analítica ou de calibração. *Scientia Chromatographica*, v. 3, n. 3, p. 251-261, 2011.
- [46] BAHIA FILHO, O.; PRADA, P.R.; MENEGHESSO, C.; LANÇAS, F.M. Desvendando a medição nos ensaios químicos: 2. A Rastreabilidade da Medida. *Scientia Chromatographica*, v. 4, n. 3, p. 1-11, 2012.
- [47] CARVALHO, A.D. Implementação da Norma NBR ISO/IEC 17025: Uma Proposta para Reduzir o Tempo de Acreditação. Niterói, Programa de Pós-Graduação em Sistemas de Gestão - Universidade Federal Fluminense, 2004. Dissertação de mestrado. 154 p.
- [48] GARVIN, D.A. **Gerenciando a qualidade: a visão estratégica e competitiva**. Rio de Janeiro: Qualitymark, 2002. 357 p.
- [49] HARRINGTON, H.J. **O processo do aperfeiçoamento: como as empresas americanas, líderes de mercado, aperfeiçoam controle de qualidade**. São Paulo: McGraw-Hill Medical, 1988. 266 p.
- [50] MACHADO, V.L.S. **“Qualitividade” no Serviço Hospitalar: Uma metodologia para Avaliação**. Rio de Janeiro: E-Papers Serviços Editoriais, 2001. 158 p.
- [51] BERTOLINO, M.T. **Gerenciamento da qualidade na indústria alimentícia: ênfase na segurança dos alimentos**. Porto Alegre: Artmed, 2010. 320 p.
- [52] PIRES, A. R. **Sistemas de Gestão da Qualidade**. Lisboa: Sílabo, 2004. 215 p.
- [53] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/sobre_lab.asp> Acesso em: 16 fev. 2013.
- [54] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/monitoramento_BPL> Acesso em: 16 fev. 2013.

[55] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **DOQ-CGCRE-001: Orientação para a acreditação de laboratórios de calibração e de ensaio**, Revisão 05. Duque de Caxias, 2011.

[56] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **FOR-CGCRE-038: Relação de documentos para solicitação de reconhecimento da conformidade aos princípios das Boas Práticas de Laboratório – BPL/extensão de reconhecimento**, Revisão 00. Duque de Caxias, 2011.

[57] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-031: Regulamento da acreditação de laboratório, de produtores de materiais de referência e de provedores de ensaios de proficiência**, Revisão 13. Duque de Caxias, 2013.

[58] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-053: Regulamento do reconhecimento da conformidade aos princípios das Boas Práticas de Laboratório – BPL**, Revisão 05. Duque de Caxias, 2011.

[59] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/organismos/doc_organismos.asp?tOrganismo=CalibEnsaio> Acesso em: 09 abr. 2013.

[60] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-026: Requisitos sobre a participação dos laboratórios de ensaio e de calibração em atividades de ensaio de proficiência**, Revisão 08. Duque de Caxias, 2011.

[61] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/monitoramento_BPL/reconhecimento_BPL.asp> Acesso em: 09 abr. 2013

[62] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-034: Aplicação dos princípios de BPL aos estudos de campo**, Revisão 03. Duque de Caxias, 2011.

[63] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-036: Papel e responsabilidade do diretor de estudo em estudos BPL**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[64] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-037: Aplicação dos princípios de BPL a estudos de curta duração**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[65] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-038: Aplicação dos princípios BPL aos sistemas informatizados**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[66] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-039: O papel e responsabilidades do patrocinador na aplicação dos princípios BPL**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[67] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-040: Fornecedores e BPL**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[68] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-041: Garantia da qualidade e BPL**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[69] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-043: Aplicação dos princípios de BPL à organização e ao gerenciamento de estudos em múltiplas localidades (MULTI-SITE)**, Revisão 02. Duque de Caxias, 2011.

[70] OLIVARES, I.R.B. **Gestão de qualidade em laboratórios**. Campinas: Átomo, 2006. 100 p.

[71] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/rble/index.asp>> Acesso em: 13 fev. 2013.

[72] SEGATTO, A.P. Análise do Processo de Cooperação Tecnológica Universidade-Empresa: Um Estudo Exploratório. São Paulo, Programa de Pós-Graduação em Administração - Universidade de São Paulo, 1996. Dissertação de mestrado. 175 p.

[73] LAZZARI, F. Dimensões da Qualidade na Prestação de Serviços: Um Estudo Ambientado nos Laboratórios da Universidade de Caxias do Sul. Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Administração - Universidade de Caxias do Sul, 2009. Dissertação de mestrado. 141 p.

[74] JORNADA, D.H.; LERCH, R.L.; STEDILE, I.; FERRARINI, C.; PRATA, A.E.; VIECELLI, A. Implementação da norma ISO/IEC 17025 nos laboratórios da Universidade de Caxias do Sul. ENQUALAB - Congresso da Qualidade em Metrologia. Rede Metrológica do Estado de São Paulo - REMESP. São Paulo-SP, 2008.

[75] PASSOLD, E.A.; PEDRASSANI, F.B.; FUJIMURA, G.I.; BORBA, M. A implementação de um sistema de gestão da qualidade segundo a norma ISO/IEC 17025 no laboratório de eletromagnetismo e compatibilidade eletromagnética da Universidade Federal de Santa Catarina. Anais da V Semana de Ensino, Pesquisa e Extensão. 2004.

[76] RODRIGUES, N.R.; SOUZA, A.P.F.; WATANABE, M. Implantação e implementação das normas das Boas Práticas Laboratoriais (BPL) no Laboratório de análises de resíduos da Universidade Estadual de Campinas. Química Nova, v. 35, n. 6, p. 1276-1280, 2012.

[77] BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. ANVISA. Resolução RDC nº 216 de 15 de dezembro de 2006. Diário oficial da União, Brasília, 18 de dezembro de 2006.

[78] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-055: Elaboração do escopo BPL e da relação detalhada dos estudos conduzidos pela instalação de teste**, Revisão 04. Duque de Caxias, 2011.

[79] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. **NIT-DICLA-016: Elaboração de escopo de ensaios**, Revisão 03. Duque de Caxias, 2011.

[80] HALEVY, A. The benefits calibration and testing laboratories may gain from ISO/IEC 17025 accreditation. Accreditation Quality Assurance, v. **8**, p. 286-290, 2003.

[81] BRASIL. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. INMETRO. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/laboratorios/rbc/lista_laboratorios.asp> Acesso em: 23 abr. 2013.