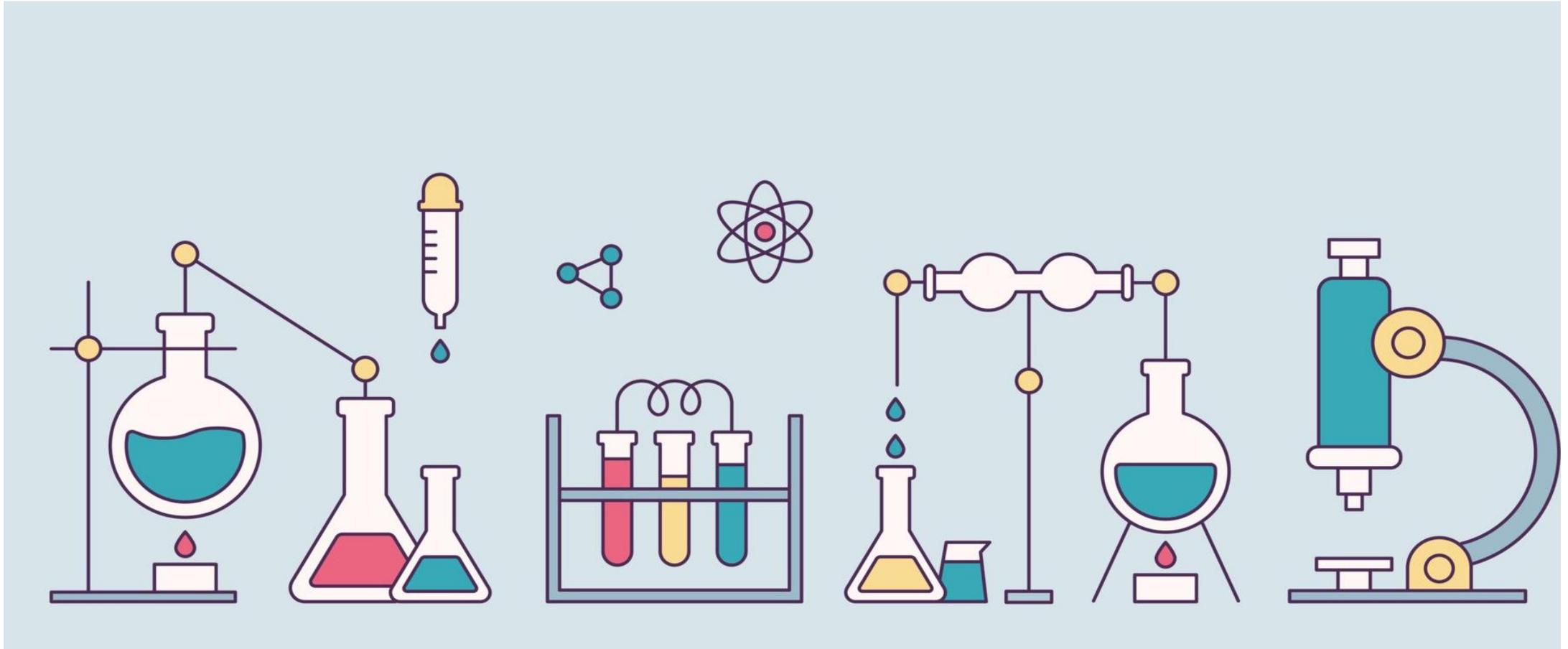


NP EN ISO/IEC 17025.





NP EN ISO/IEC 17025.

- ✓ 7.6 – Avaliação da incerteza de medição;
 - Enquadramento normativo;
 - Conceitos;
 - Identificação de fontes de incerteza;
 - Documentação e registos;
 - Cálculo de Incertezas;

- ✓ 7.7 – Assegurar a validade dos resultados;



NP EN ISO/IEC 17025.

✓ 7.8 – Apresentação de resultados;

- Enquadramento normativo:
- Conceitos;
- Documentação e registos necessários;
- Monitorização e validação dos resultados;
- Avaliação de tendências e técnicas estatísticas a aplicar;
- Planeamento das atividades;
- Ensaios de aptidão e requisitos associados;
- Apresentação de resultados;



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Um método de ensaio é um processo que envolve manipulações suscetíveis de acumularem erros (sistemáticos e/ou aleatórios), podendo assim, em algumas situações, alterar de forma significativa o valor do resultado final.

Através da validação do método os laboratórios demonstram que os métodos de ensaio que executam, conduzem a resultados credíveis e adequados à qualidade pretendida (fornecimento da evidência objetiva de que os requisitos especificados são adequados para um uso pretendido – NP EN ISO/IEC 17025) .



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

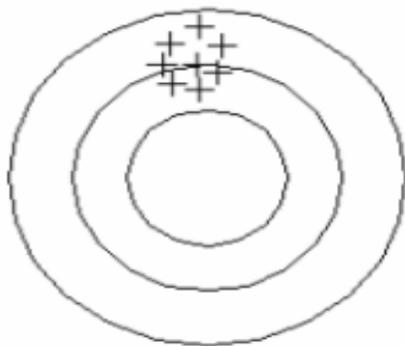
Erros Aleatórios – são pequenos e irregulares, detetam-se porque ao efetuar repetições de ensaio os resultados obtidos não são exatamente iguais, as suas fontes podem ser incerteza instrumental, do método ou do operador, não são elimináveis, mas podem reduzir-se com trabalho cuidadoso. Afetam a Precisão/Fidelidade.

Erros Sistemáticos – Ocorrem sempre com o mesmo valor e sentido, as suas fontes podem ser erros instrumentais, do método, ou do operador, são reconhecíveis e podem reduzir-se parcial ou completamente, reconhecem-se pelo afastamento entre o valor verdadeiro e o valor médio. Afetam a exatidão (Veracidade/Justeza).

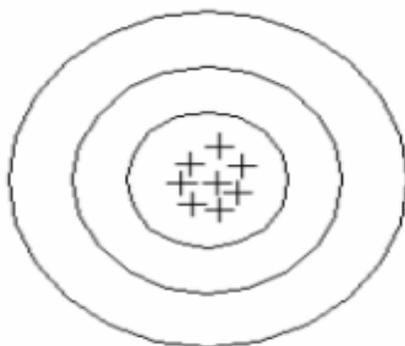


NP EN ISO/IEC 17025

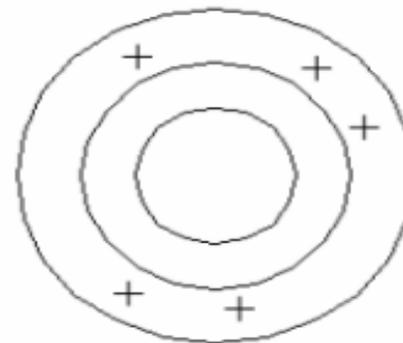
1 – Validação do método



Preciso e pouco exato



Preciso e exato



Pouco preciso e pouco exato



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

- ✓ É importante a recolha prévia de informação relativamente aos requisitos a cumprir (ex. legislação aplicável), aos documentos normativos aplicáveis, equipamentos disponíveis, reagentes necessários, RH, etc..
- ✓ Quando se pretende **validar um método interno de ensaio** ter-se-á de efetuar a sua descrição e caracterização.
- ✓ A descrição dos métodos internos de ensaio deve ser feita em documento, de forma detalhada e de modo a que qualquer pessoa com preparação adequada o possa executar. Estes documentos deverão conter os mesmos elementos de uma norma.



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Elementos identificadores do documento:

- ✓ Título ou designação do ensaio;
- ✓ Código identificador de ensaio;
- ✓ Revisão/edição;
- ✓ Data de entrada em vigor e responsáveis pela sua elaboração e aprovação;
- ✓ Número de cada página e número total de páginas;
- ✓ Registo das alterações efetuadas;



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Elementos descritivos do método:

- ✓ Resumo ou referência ao princípio teórico da determinação indicando as grandezas influentes no resultado;
- ✓ Campo de aplicação (tipo de produtos, grandeza a determinar, gama de medição, restrições,...);
- ✓ Equipamento, material e reagentes (EPI, condições de armazenamento);
- ✓ Processo de calibração;
- ✓ Procedimento de ensaio;
- ✓ Processo de cálculo dos resultados;

Elementos bibliográficos e normativos

- ✓ - Referências bibliográficas e normativas



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Deverão, quando aplicável, existir elementos/registos complementares sobre:

- ✓ Amostragem (colheita, preparação, conservação e acondicionamento das amostras);
- ✓ Características do método utilizado pelo laboratório;
- ✓ Precauções de segurança
- ✓ Validação do método;
- ✓ Validação e controlo do *software*;
- ✓ Controlo de aplicação em rotina;
- ✓ Cálculo de incertezas



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Sempre que um Laboratório utiliza métodos internos de ensaio terá que instruir um processo de validação desses métodos, que inclua todos os registros obtidos.

Avaliado o grau de exigibilidade requerido para o método interno será necessário alguns estudos de validação antes de o colocar em rotina, durante a sua implementação ou sempre que ocorra uma alteração relevante do mesmo.

(Ver DRC005 - 8. Anexo – Fluxograma de Identificação de Documentos Normativos)



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

Requisitos mínimos para a validação de métodos

- ✓ Gama de trabalho/linearidades (quando aplicável) -
- ✓ Limite de detecção e quantificação (quando aplicável);
- ✓ Sensibilidade
- ✓ Precisão (Fidelidade) (Estudo de repetibilidade; Critério de aceitação de duplicados)
- ✓ Exactidão

Cabe ao Laboratório analisar quais os parâmetros a incluir no seu plano de validação, perante o tipo de metodologia em questão.



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

✓ Limite de Detecção (L.D.)

Teor mínimo medido, a partir do qual é possível detetar a presença do analito com uma certeza estatística razoável. Este limiar analítico corresponde à mais pequena quantidade de substância a analisar que pode ser detetada numa amostra, mas não necessariamente quantificada como valor exato.

Em termos qualitativos, o conceito de limite de deteção corresponde à concentração mínima que é possível distinguir do branco, ou seja, de uma amostra que contém a mesma matriz mas não contém o analito (note-se que existem vários tipos de brancos).



NP EN ISO/IEC 17025

1 – Validação do método

L.D. $\cong X_0 + 3,3 \cdot \sigma_0$ em que :

- ✓ X_0 é a média aritmética do teor medido de uma série de brancos ou padrões vestígio (entre 10 e 20 ensaios), preparados de forma independente e lidos ao longo de vários dias de trabalho, isto é, reproduzindo o mais possível a situação de rotina;
- ✓ - σ_0 representa o desvio padrão associado a X_0 .