



GESTÃO DA QUALIDADE



CFPSA



**GESTÃO
DA QUALIDADE**

CFPSA

CENTRO DE FORMAÇÃO PROFISSIONAL PARA O SECTOR ALIMENTAR
- 2009 -



FICHA TÉCNICA

MANUAL
GESTÃO DA QUALIDADE

IDEALIZAÇÃO, CONCEPÇÃO, COMPOSIÇÃO E EDIÇÃO
CENTRO DE FORMAÇÃO PROFISSIONAL PARA O SECTOR ALIMENTAR

TODOS OS DIREITOS DESTA PUBLICAÇÃO RESERVADOS POR **CENTRO DE FORMAÇÃO PROFISSIONAL PARA O SECTOR ALIMENTAR**.

É PROIBIDA A REPRODUÇÃO, TOTAL OU PARCIAL, DA PRESENTE PUBLICAÇÃO SEM AUTORIZAÇÃO PRÉVIA E POR ESCRITO DO **CENTRO DE FORMAÇÃO PROFISSIONAL PARA O SECTOR ALIMENTAR**.

AS TRANSGRESSÕES SÃO PASSÍVEIS DE PROCEDIMENTO JUDICIAL DE ACORDO COM A LEI EM VIGOR.





Índice	
Capítulo 1 – Definição e História Evolutiva “Qualidade”	7
1.1 – Conceito e definição do termo “Qualidade”	7
1.2 - Definições aplicáveis ao conceito Qualidade	7
1.3 - Mitos associados a qualidade	9
1.4 - Conceito de Produto Real	10
Capítulo 2 – Origem e a Evolução da Qualidade	12
2.1 - Inspeção	12
2.2 - Controlo Estatístico da Qualidade – Controlo da Qualidade	14
2.3 - Garantia da Qualidade	15
2.4 - Gestão da Qualidade ou Gestão Estratégica da Qualidade	16
2.5 Motivação para a Qualidade	19
Capítulo 3 – Acreditação de laboratórios	22
3.1. Comparação entre certificação e acreditação	22
3.2.– A importância da acreditação de laboratórios	23
3.3.– Acreditação de laboratórios	23
Capítulo 4 – Aspectos Normativos e Legislativos	27
4.1. Generalidades	28
4.2.– Documentos legislativos ou regulamentares	28
4.2.1.– Internacionais	29
4.2.2 Legislação nacional	31
4.3.– Documentos Normativos	32
4.3.1 – Internacionais	34
4.3.2. Âmbito de actividade dos organismos internacionais	34
4.3.3. Objectivos dos Organismos Internacionais de Normalização	35
4.3.4 – Sectoriais	36
4.3.5 – Nacionais	36
4.4 – Da Empresa	38
Capítulo 5 – Noções Básicas de estatística	39
5.1. Medidas de tendência central e dispersão	39
5.1.1. Medidas de tendência central	39
5.1.2 Dispersão ou variação	40
Capítulo 6 – Métodos de Ensaio	42
6.1. Parâmetros Críticos	42
6.2. Validação de métodos internos	42
6.3. Processo de Validação	44
6.3.1. – Avaliação Directa	44
6.3.2. – Avaliação Indirecta	45
6.4. Parâmetros de desempenho	45
6.4.1. – Especificidade/Selectividade	45
6.4.2. Sensibilidade	46
6.4.3. Robustez	47
6.4.4. Validação da curva de calibração	49
6.5. Limiares Analíticos	53



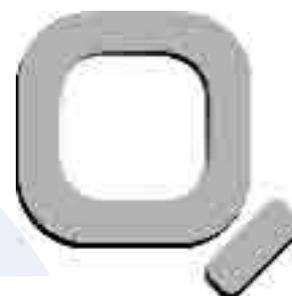
6.5.1 - Limite de Detecção (L.D)	53
6.5.2 - Limite de Quantificação (L.Q)	55
6.6. Precisão	56
6.6.1. Repetibilidade	56
6.6.2. Reprodutibilidade	58
6.7. Exactidão	58
6.7.1 Materiais de referência certificados	58
6.7.2 Ensaio interlaboratoriais	59
6.8. Testes Comparativos	59
6.9. Implementação de métodos normalizados	60
6.10 Registos	60
Capítulo 7 – Controlo da Qualidade das Análises	61
7.1. Sistemas da validação de resultados	61
7.2. Controlo da Qualidade Externa	61
7.2.1. Material de Referência Certificado/padrões equivalentes	61
7.2.2. Ensaio interlaboratoriais	62
7.3. Controlo da Qualidade Interno	62
7.3.1. Materiais de Referência Internos	62
7.3.2. Técnicas complementares	63
7.4. – Cartas de controlo Estatístico	64
7.4.1. Exemplificação da construção de cartas de controlo	65
7.4.2. Tipos de cartas de controlo	66
7.4.3. Regras de interpretação das cartas de controlo	66
Capítulo 8 – Gestão dos dispositivos de medição e monitorização	67
8.1. Metrologia	68
8.2. Rastreabilidade	68
8.3. Certificados de Calibração	68
8.4. Calibração e confirmação metrológica	69
8.5. Considerações para alguns equipamentos	70
8.6. Calibração analítica e instrumental	71
8.7 Prazos de Calibração	71
8.8.Registos	71

CFPSA





1.1 – Conceito e definição do termo “Qualidade”



Na nossa vivência diária, e sobretudo nas duas últimas décadas, o termo Qualidade é cada vez mais frequente no nosso vocabulário : fala-se hoje muito em Qualidade de um Produto, Qualidade de um Serviço, Qualidade de Ensino, Qualidade de Vida, etc. Com o aparecimento, em todos os domínios, de produtos/serviços com melhor qualidade, os consumidores adquiriram uma nova cultura, e tornaram-se mais exigentes e sensíveis para pormenores anteriormente descurados.

O conceito de Qualidade esteve inicialmente associado às características funcionais do produto, tendo-se tornado cada vez mais abrangente, à medida que se generalizou o fornecimento de serviços e houve um aumento de capacidade da oferta (e conseqüentemente da concorrência) por parte de praticamente todas as indústrias.

A Qualidade é cada vez mais uma forma de estar, de conviver e de actuar, no sentido de haver uma procura permanente na obtenção de melhores resultados, adquirindo melhores desempenhos de cada elemento interveniente no processo.

1.2 - Definições aplicáveis ao conceito Qualidade

A definição, tal como foi estabelecida pela NP EN ISO 8402:1994 (entretanto já anulada e substituída pela NP EN ISO 9000:2005), refere que Qualidade é o “conjunto das propriedades e características de um produto/serviço que lhe conferem a aptidão para satisfazer as necessidades expressas e implícitas.

A noção de aptidão é a possibilidade de um determinado produto/serviço ser adequado ao que o cliente necessita.

Por exemplo, o facto de termos uma peça de sarja e uma peça de tecido de seda.

A pergunta que se põe é: “Qual será a peça de tecido com melhor qualidade?”



Certamente que a resposta será a peça de seda, associando a ideia da seda ser um produto com maior valor comercial, mas esta resposta poderá não ser a mais correcta.

Se o cliente quiser confeccionar uniformes, a sarja terá melhor aptidão, já a seda será mais adequada para confeccionar peças com maior requinte, como sejam vestidos, lingerie, camisas,...

Assim sendo, cada produto/serviço concebido só terá qualidade se for adequado ao uso que o cliente pretende.

Posteriormente, quando o conceito fala de “satisfazer necessidades expressas” , refere-se às necessidades que o cliente expressa claramente sob a forma de contrato/especificações técnicas, às suas opções e preferências.

Assim sendo, o cliente ficará satisfeito se obtiver o que solicitou, quanto melhor obtiver o que pediu mais satisfeito ficará. Para que as empresas cumprem as necessidades explícitas, estas têm que possuir capacidade de cumprir com o que é estabelecido com o cliente.

Em relação às necessidades “implícitas”, refere-se às necessidades que o cliente não expressa, pois considera que tal não é preciso, ou seja, já está definido como parte integrante do produto/serviço.



Por exemplo quando um cliente solicita na mesa dum restaurante um “caldo verde” , a sua expectativa é que esta possua finas tiras de couve e rodelas de chouriço mesmo sem dizer ao empregado que esta terá que possuir estes ingredientes, ficará insatisfeito se tal não se verificar.

Como conclusão, o cliente só estará satisfeito se ambas as necessidades (expressas e implícitas) forem pelo menos igual à expectativa que ele tinha para o respectivo produto/serviço.

Actualmente, com a concorrência feroz, as empresas desenvolveram-se no sentido de criar necessidades “latentes”, que são aquelas em que o cliente não sente qualquer tipo de necessidade. Esta estratégia de



antecipação das necessidades dos clientes tem como objectivo a diferenciação do seu produto/serviço em relação a concorrência.

Como, por exemplo, quando surgiu pela primeira vez o telemóvel à venda, o consumidor só poderia sentir satisfação, pois até a data não possuía nenhum modo de comunicação tão eficaz como o uso do telemóvel.



Se analisarmos a norma NP EN ISO 9000:2005, esta considera qualidade como sendo o "grau de satisfação de requisitos dado por um conjunto de características intrínsecas"

O conceito evoluiu, pois se na anterior definição, ainda se fala em propriedades e características, a definição actual passa a referir o grau de satisfação, ou seja, deixa-se de satisfazer/insatisfazer e passa-se a quantificar o nível de satisfação.

O grau de satisfação é um parâmetro de medição entre a qualidade obtida e a qualidade pretendida e quanto menor for o desvio, maior será a grau de satisfação do meu cliente.

Em relação às características intrínsecas devem ser entendidas como sendo as características que um determinado produto/serviço possui sem apresentar defeitos.

Como, por exemplo, quando adquirimos uma esferográfica e esta deixa de escrever, ou a tinta sai sujando os dedos, conclui-se que a referida esferográfica não possui qualidade nas características intrínsecas.



Se, por exemplo, um caldo verde é servido frio, salgado e sem rodela de chouriço, salgado, o produto não possui qualidade nas características intrínsecas.

1.3 - Mitos associados a qualidade

Existem ainda actualmente alguns mitos associados à qualidade e que terão de ser eliminados, podemos assim mencionar pelo menos três:

1º - O facto de se pensar a qualidade como sendo apenas como um problema essencialmente fabril.



Tal é completamente errado, pois a qualidade tem a ver com a identificação das necessidades dos clientes e, posteriormente, a transformação para a obtenção do produto/serviço. Deve-se, portanto ouvir directamente o cliente para avaliar a sua satisfação.

2 – O facto de normalmente se considerar um produto/serviço de qualidade como aquele cujo o processo de fabrico/fornecimento tem maiores custos e é mais complexo. Embora a produção rápida e barata de produtos/serviços seja uma vantagem competitiva para as empresas, estas nunca devem esquecer que a concepção de melhores produtos/serviços é o caminho mais adequado para os produzir e vender mais depressa e barato.

3 - Por fim, o último mito tem a ver com a subjectividade do conceito de qualidade e considerando e a pretensa impossibilidade de a definir. Devemos ter em consideração que, actualmente a qualidade começa precisamente na sua correcta definição e na identificação do nível a atingir no produto/serviço, de acordo com o seu tipo de cliente alvo.

1.4 - Conceito de Produto Real

Historicamente, o produto era considerado como um bem que sofria processamento. Actualmente, o conceito de bem deixou de ser produto ou serviço puro, mas sim um misto de produto e serviço.

Como, por exemplo, quando vamos ao consultório dum médico, o que tem maior contributo para o bem é, sem dúvida, o seu conhecimento e aptidão de diagnóstico, logo o serviço é sem dúvida aquilo que mais importa nesta transacção. Muitas vezes, o produto que advém nem se consegue ler, como sucede, por vezes, com as receitas médicas e alguns relatórios.

Tal situação ocorre em profissões ditas liberais, como os advogados, os professores, etc.

Diz-se, então, bens de comercialização em que o cliente, na sua avaliação da qualidade, dá maior importância ao serviço do que ao produto.



Já no caso dos alimentos puros (peixe, carne...), ocorre o contrário, o cliente, na sua avaliação da qualidade, dá maior importância às características do produto do que ao serviço



Existem outros bens de comercialização em que o cliente, na sua avaliação da qualidade dá igual importância ao produto e ao serviço, é o caso que ocorre nos estabelecimento da restauração, comércio, etc.

Se por qualquer razão, um cliente vai a uma pastelaria, ele vai dar igual importância às características do bolo, assim como ao atendimento efectuado pelo empregado.



O conceito de produto real está associado ao bem de comercialização, definido como "o resultado de um processo", em que um processo e um conjunto de actividades com entradas e saídas encadeadas para adquirir um resultado ou efeito.



Há milhares de anos que o conceito de Qualidade faz parte da vida do Homem. No entanto, apenas recentemente a qualidade passou a ser considerada como uma função importante na gestão das empresas. No início, apenas como carácter correctivo e orientada para actividades de inspecção.

É apenas nos nossos dias que as actividades relacionadas com a Qualidade começam a ser vistas como essenciais para a estratégia da empresa.

Assim sendo, a qualidade, que começou por se aplicar apenas nas actividades de fabricação, hoje estende-se a outras áreas como sejam: marketing, finanças, recrutamento, aprovisionamento, etc.

A evolução da Qualidade deu-se dum modo contínuo, mas podemos subdividi-la em quatro etapas distintas :

- 1 – Inspeção;
- 2 – Controlo Estatístico da Qualidade – Controlo da Qualidade;
- 3 – Garantia da qualidade;
- 4 - Gestão Estratégica da Qualidade.

2.1 - Inspeção



Até ao século XVIII, a maioria das fabricações eram feitas por artesãos/ artífices e estes supervisionados por mestres. Cada peça era incomparável pois o trabalho era manual.

A grande preocupação até então era a obtenção de produtos adequados ao uso (espadas, fainça, tecidos,...).

Mesmo que os produtos fossem fabricados em pequenas quantidades, a montagem de peças umas nas outras eram ajustadas à mão e somente no fim do processo é que era feita uma inspeção para ver se o produto tinha a qualidade requerida. A inspeção era realizada de uma forma informal.

Assim sendo, um bom produto era visto como resultante da habilidade do artesão, para o conceber e o fabricar.



Com o aparecimento das primeiras indústrias, começou-se a sentir a necessidade de fabricar peças com características uniformes. Daí surgem, pela primeira vez as especificações técnicas, com o objectivo de limitar as características dos produtos.

Passa a existir inspecção formal, que teve origem com o início da produção em massa e a decorrente necessidade de peças serem uniformes e cumprirem as especificações.

Na organização das empresas desta época, os inspectores não possuíam qualquer autonomia, pois estavam sobre a alçada do chefe de produção, gerando um conflito entre a produtividade e a qualidade. Daí que normalmente, a melhoria da produtividade implicasse uma diminuição da qualidade.

Do ponto de vista da Qualidade, a grande inovação surgiu com o desenvolvimento da utilização de equipamentos (calibre e jigs) auxiliares da fabricação. Estes tinham por missão posicionar as ferramentas ou segurar os componentes de tal modo que se mantivessem sempre na mesma posição, enquanto eram fabricados. Assim sendo, obtinha-se um grau elevado de uniformidade.

Apesar de tudo, havia desvios de umas peças para outras devido a situações tais como: não terem sido bem fixas no calibre enquanto eram fabricadas, terem sido produzidas com matérias-primas não exactamente iguais ou a ferramenta de moldagem das peças ter-se desgastado.

Para minimizar estes problemas passou a ser necessário haver inspecção durante o processo de fabrico.

Por volta do ano de 1819, todo o sistema elaborado de calibres era usado em fábricas de armamento para o exército dos Estados Unidos. A introdução dos calibres veio dar uma outra respeitabilidade à actividade de inspecção, que, sem eles, se processava apenas visualmente, com os riscos inerentes de enganos.

Assim sendo, dois inspectores que usassem o mesmo calibre, teriam mais facilmente a mesma opinião sobre a qualidade de uma peça. À medida que este sistema de fabrico se desenvolvia nos Estados Unidos, mais importante se tornava a Inspeção.





No final do século XIX, Frederick Taylor, que foi um engenheiro mecânico com preocupações na organização e racionalização do trabalho, cuja a actividade teve como primordial objetivo a máxima mecanização, a eliminação dos tempos mortos e a alta produtividade através do trabalho em série, questionou-se sobre o facto dos inspectores estarem dependentes da produção.

Após a Primeira Grande Guerra, verificam-se graves problemas de qualidade devido ao conflito produtividade/qualidade. Taylor propôs que as empresas passassem a ter inspectores independentes da responsabilidade da produção

2.2 - Controlo Estatístico da Qualidade – Controlo da Qualidade

O controlo da Qualidade era assim uma actividade limitada à inspecção, tendo como actividades marginais: o contar, o escolher e o reparar. Resolver problemas estava para além daquilo que se poderia esperar dum departamento de inspecção normal.

Nas empresas, começam a aparecer o chefe de inspecção, que permitia uma maior independência da inspecção face às pressões quantitativas da produção, mas ele rapidamente passa a ter mais funções para além da inspecção, nomeadamente: decisão sobre produtos defeituosos, planeamento da inspecção, análise dos dados, fabrico que equipamentos de inspecção.

Em 1924, as actividades de inspecção ficaram ligadas, pela primeira vez, ao controlo da qualidade, e pela primeira vez a Qualidade passa a ser vista como uma função independente na estrutura das empresas.

Começa-se a referir a necessidade de que desde o projectista até aos distribuidores, haja preocupação pela Qualidade e a necessidade estreita de haver uma colaboração entre os diversos departamentos.

Introduz-se ainda o conceito de que melhorar a qualidade aumenta a produção e baixa os custos, a inspecção é abordada com maior detalhe (qual a finalidade, qual o tipo de inspecção, como fazer a amostragem, como utilizar os calibres e como organizar um departamento de inspecção).



Com a Segunda Guerra Mundial, devido á necessidade de produzir grandes quantidades de munições, os conceitos de controlo estatístico da qualidade foram amplamente implementado.

Em 1942, foi estabelecida uma secção de controlo da qualidade no departamento de guerra das forças armadas dos Estados Unidos, onde foram desenvolvidas tabelas de amostragem baseadas em níveis de qualidade aceitável, taxa de defeitos, etc.



Estas tabelas tiveram sucesso e passado alguns meses, foram introduzidas em larga escala e os inspectores passam a ser capazes de processar um maior número de encomendas. São de tal importância que ainda actualmente estas tabelas são amplamente usadas.

2.3 - Garantia da Qualidade

A qualidade passou de uma apertado controlo da fabricação para envolver outras funções incluindo a gestão.

Como primeira meta, mantinha-se o problema da prevenção mas estendia-se para além do controlo estatístico. As preocupações passaram a ser: a quantificação dos custos da qualidade, o controlo do produto não conforme, a fiabilidade e os zeros defeitos.

Aparecem pela primeira vez sistemas de qualidade com o intuito de ser avaliada/auditada a sua conformidade em relação à norma de referência .

Estes sistemas incluem as diversas funções da empresa (assistência após venda, aprovisionamentos, comercial,..) com vista a garantir os níveis da qualidade estabelecidos pela própria empresa.

Os sistemas de garantia da qualidade são compostos por documentos que estabelecem regras, metodologias e modos de fazer, sendo evidenciados por registos .



Aparecem as primeiras empresas possuidoras dum certificado comprovativo da existência dum sistema de garantia da qualidade. Estes sistemas eram avaliados por entidades independentes e com competência para conferir a conformidade com a norma da garantia da qualidade em vigor.

2.4 - Gestão da Qualidade ou Gestão Estratégica da Qualidade

No século XX, a Qualidade passa a ser um factor primordial na gestão estratégica da empresa. Daí surge, pela primeira vez, a gestão como responsável pelo sistema da qualidade. O cliente deve ser satisfeito e a empresa passa a ter que comunicar com o cliente no sentido de melhorar os seus produtos/fornecimento de serviços.

Os princípios gerais da Gestão da Qualidade englobam a Estrela da Qualidade, uma estrela que deve brilhar cada vez mais na sustentação das empresas que pretendem vencer desafios nos mercados actuais e futuros.

Os factores que constituem a estrela da qualidade são :

1 - O combate constante contra a variação e dispersão:

Para satisfazer os clientes de um determinado produto/serviço, há que efectuar esforços constantes e sistemáticos, a fim de reduzir sempre e cada vez mais as oscilações, dispersão e variações nas suas características, de modo a oferecer consistente e uniformemente esse produto/serviço ao cliente.

2 - Da inspecção à prevenção

Fazer somente inspecção do produto final é um remedeio dispendioso, ineficaz, que surge quando já não há nada a fazer e que não conduz a quaisquer melhorias no funcionamento do processo de obtenção do produto/serviço. Há, portanto, que substituir a inspecção pela prevenção: em vez de "combater os fogos", deve-se dedicar tempo e esforço ao estudo de cada etapa no processo, de modo a "prevenir o aparecimento dos incêndios" e introduzir as correcções tão cedo quanto possível.

3 - Produtividade pela Qualidade

Sem ganhos de produtividade as empresas não conseguem competir nem garantir os salários dos seus colaboradores. Contudo, muitas vezes os aumentos de "produtividade" são vistos como absolutamente



prioritários, medidos de forma ilusória e considerados incompatíveis com a manutenção de níveis elevados da qualidade. Olhar apenas para índices de produtividade, esquecendo a qualidade, equivale a condenar as empresas ao suicídio no médio/longo prazo. Assim quando se incrementa a qualidade é quase sempre possível obter melhorias de produtividade assinaláveis.

4 - Envolvimento de todos

A palavra "Total" no conceito da Qualidade Total surge como o reflexo da necessidade do movimento da qualidade ter de abranger e envolver de forma activa todas as funções, níveis hierárquicos e colaboradores de uma empresa. Ninguém pode ficar de fora e a todos cabe um papel igualmente importante.

5 - Melhoria contínua

Nos tempos actuais, não basta produzir bem, para além disso é necessário ter um espírito de eterna e constante insatisfação, a vontade e o desejo de fazer sempre melhor. Assim sendo, tem que existir um espírito de pesquisa constante, de modo a melhorar os processos envolvidos, redefinindo as necessidades, voltando a planear, executar, medir e, continuamente, melhorar.

6 - Encantar o cliente

O cliente surge como ponto primordial do esforço da empresa, tudo aquilo que não acrescentar valor, de forma directa ou indirecta deverá ser combatida e eliminada. Actualmente, para uma empresa ter sucesso, não é suficiente satisfazer necessidades do cliente ou especificações, é preciso exceder as expectativas, encantando-o e ultrapassando o estipulado na especificação.

Assim sendo, a filosofia da Gestão da Qualidade é a busca permanente do equilíbrio entre qualidade, custo e preço, culminando na melhor qualidade a menor custo e a menor preço.

Desta forma, qualquer empresa necessita de dispor de uma clientela, a Qualidade deve estar sempre orientada para o Cliente, uma vez que é para ele, e para a satisfação das suas necessidades, que a empresa trabalha e existe.



Como objectivos essenciais das empresas com cultura para a qualidade podemos, pois, enunciar os seguintes:

- a) **Satisfazer as necessidades dos clientes** - a perfeição da empresa sob o aspecto da Qualidade corresponde à total sintonia entre o que é produzido e o que o cliente necessita.
- b) **Aumentar a produtividade**, tentando suprimir todas as falhas internas do produto/serviço (não conformidades e trabalhos não conformes), aumentando a Qualidade e com o menor custo possível.
- c) **Promover a realização socio/profissional dos trabalhadores**, para que estes se sintam profissionalmente realizados e motivados pelas actividades e pela empresa.

A Qualidade actualmente pode ainda ser definida sob várias perspectivas que, apesar de diferentes, são complementares :

1 - Qualidade quanto ao desempenho do produto - capacidade de este gerar satisfação, também designada por óptica do cliente; nesta definição, a um aumento da qualidade corresponde geralmente um aumento de custos.

2 - Qualidade quanto à existência de deficiências - tem como objectivo aperfeiçoar permanentemente todas as fases da produção. Implica uma redução de desperdícios e diminuição dos encargos após venda e melhoria de imagem, também designada por óptica do produtor; aqui, a um aumento da qualidade corresponde geralmente uma redução dos custos.

3 - Qualidade na óptica da excelência - conceito abrangente cujo objectivo é a satisfação total do cliente. Refere-se a todos os sectores da empresa e tem como objectivo o seu aperfeiçoamento de uma forma contínua. A qualidade, segundo esta óptica, é mais que a reunião de todos os factores; conduz de forma controlada e significativa à redução global dos custos.

Este último conceito, também designado por Qualidade Total, aplica-se a todas as actividades das empresas e ao relacionamento destas com as partes interessadas, como sejam: fornecedores, como agentes de um processo em que todos beneficiam com o bom entendimento; os colaboradores como clientes internos, tendo sempre que satisfazê-los para se conseguir alcançar a satisfação dos externos; os benefícios dos



accionistas e a sociedade onde se inclui a responsabilidade social das empresas.

A Qualidade Total corresponde a uma cultura empresarial onde todos se empenham ao máximo para obter excelência no trabalho, e pressupõe um compromisso individual de cada elemento com vista à produção de resultados com qualidade elevada. As pessoas constituem neste processo o capital mais importante e a importância que lhes é conferida é fundamental para a sua motivação, aumento da criatividade e da produtividade individual.

2.5 Motivação para a Qualidade

Existem vários motivos para que uma empresa decida implementar um sistema eficiente de Gestão da Qualidade sendo o principal o aumento dos lucros que ele pode trazer. Simultaneamente consegue uma maior fidelidade de clientes e um mercado mais estável. Os clientes não mudam de fornecedor quando estão satisfeitos com o produto/serviço que lhes é fornecido. A produtividade aumenta se existirem menos desperdícios e os processos forem otimizados, logo, a Qualidade é fundamental !

No processo do aumento global da Qualidade que se tem feito sentir mais intensivamente nas duas últimas décadas, os consumidores têm tido um papel fundamental.

Um estudo efectuado pela Sociedade Americana para o Controlo da Qualidade revelou os seguintes resultados para os factores que as pessoas consideram mais importantes quando compram um produto :

- 1º Performance (desempenho);
- 2º Durabilidade;
- 3º Facilidade de utilização e fiabilidade do serviço de assistência após venda;
- 4º Preço;
- 5º Design;
- 6º Marca.

Isto permite-nos concluir que as pessoas não se importam de pagar mais quando se apercebem que um produto tem mais qualidade.



Na área dos serviços, os factores que contribuem para uma maior qualidade são :

- 1º A amabilidade/simpatia
- 2º A prontidão/disponibilidade.
- 3º O sentido básico de que as suas necessidades foram satisfeitas.
- 4º A atitude de quem presta o serviço.

Como se pode ver pelos resultados do estudo anterior, a maior parte dos clientes considera que a Qualidade é fundamental num produto/serviço sendo mesmo mais importante que o factor preço.

Um estudo apresentado pela Fundação Europeia para a Gestão da Qualidade sobre a Gestão da Qualidade nas 500 maiores empresas da Europa apresentou as seguintes conclusões :

- a) Mais de 90% dos directores consideram crítica a performance em Qualidade das suas empresas;
- b) 60% dos directores afirmam que a performance em Qualidade passou a ser mais importante que anteriormente (com referência aos anos 70);
- c). Mais de 85% dos directores consideram a Gestão da Qualidade a prioridade topo das suas empresas.

As 4 razões porque esses directores consideram a Qualidade importante são :

- Ela é o primeiro argumento de compra;
- É um dos principais meios de redução dos custos;
- É um dos principais meios de implementar a flexibilidade/capacidade de resposta;
- É um dos principais meios de redução do tempo em todos os aspectos.

Como é óbvio, estas razões são altamente motivadoras para a implementação da Qualidade!

A Qualidade numa empresa não pode ser implementada por uma única pessoa, pois a Qualidade resulta do envolvimento de toda a estrutura. Quando se pensa instituir um sistema de gestão da qualidade, deve a empresa nomear um coordenador/gestor da qualidade que poderá ser um colaborador interno ou externo à empresa, de modo que este coordene e verifique se todas as actividades estão devidamente implementadas no sentido do cumprimento da norma de referência.



A melhoria da Qualidade, deve ser estimulada com a criação grupos de trabalho. Estes devem ser constituídos por elementos com funções distintas.

Estes grupos devem usar técnicas e ferramentas da qualidade, como sejam: plano de sugestões, diagramas causa-efeito e metodologias estruturadas, com o objectivo de :

- a)• Estimular o inconformismo com os níveis de Qualidade actuais,
- b)• Criar uma atitude permanente de melhoria com campanhas de motivação,
- c)• Adoptar metodologias modernas de supervisão,
- d)• Apostar na formação e reciclagem contínua das pessoas,
- e)• Eliminar o medo,
- f)• Eliminar barreiras de comunicação.



3.1. Comparação entre certificação e acreditação



Hoje em dia, os utilizadores de laboratórios de ensaios, à semelhança do que acontece noutras áreas de actividades, exigem uma garantia da qualidade referente aos serviços prestados.

Num laboratório, a necessidade de assegurar a qualidade do trabalho implica que se estabeleça interligação dos aspectos técnicos e da responsabilidade na obtenção de resultados fiáveis e credíveis. Tendo sempre em consideração as condições envolventes aos processos analíticos, como sejam: ambiente, recursos humanos, equipamentos e materiais.

O significado da implementação de um sistema de gestão da qualidade de acordo com a norma NP EN ISO 9001:2000, ou o cumprimento da NP EN ISO/IEC 17025:2005, apresenta aspectos específicos, ou seja, ambas são globalmente aplicáveis para a implementação dum sistema, mas o objectivo e campo de aplicação de cada uma delas é diferente.

A NP EN ISO 9001:2000 aplica-se à certificação do sistema de gestão da qualidade de uma empresa, e reconhece a conformidade do sistema de gestão da qualidade, de uma forma genérica, a organização e a capacidade para produzir de acordo com as expectativas do cliente.

A NP EN ISO/IEC 17025:2005 aplica-se à acreditação de laboratórios que, para além do sistema de gestão da qualidade tem a demonstração da capacidade para a execução de ensaios em dado domínio e a competência dos colaboradores para efectuarem ensaios definidos em especificações técnicas adequadas (normas, bibliografia, documentos de entidades reconhecidas, etc.).

Temos que ter em consideração que os laboratórios de empresas certificadas embora cumpram os requisitos da NP EN ISO 9001:2000, necessitam de cumprir requisitos complementares para estarem em conformidade com NP EN ISO/IEC 17025:2005. Daí os laboratórios de empresas certificadas que não são laboratórios acreditados.



3.2.– A importância da acreditação de laboratórios

A concepção do estatuto de laboratório acreditado, tem uma grande importância quer a nível nacional, quer a nível mundial, visto que representa uma garantia perante os outros parceiros (terceiros) não só da sua competência técnica num determinado âmbito, como também uma garantia da qualidade do serviço. Constitui uma condição indispensável para os laboratórios intervenientes na área da certificação dos produtos, para a designada “notificação de organismos”, assumindo um papel importante para a realização de ensaios no campo regulamentar.

A um laboratório acreditado, confere-se-lhe de imediato a “presunção de conformidade” com os requisitos que lhe são exigidos. Desta forma, pode-se evitar que o laboratório seja submetido a uma inspeção sempre que o utilizador demonstre necessidade de uma prova da conformidade da execução dos trabalhos de acordo com as práticas adequadas.

Um laboratório acreditado evidencia a política da qualidade, descrição de funções, a qualificação mínima, a experiência do seu pessoal e a adequabilidade do equipamento de medição e ensaio, no seu Manual da Qualidade.

Os seus relatórios de ensaios apresentam com precisão e clareza os ensaios executados e resultados obtidos e é periodicamente avaliado por uma entidade independente.

3.3.– Acreditação de laboratórios

Um laboratório cumprindo com os critérios estabelecidos na NP EN ISO/IEC 17025:2005, poderá evidenciar o seu Sistema da Qualidade e comprovar a sua competência técnica segundo um sistema reconhecido a nível internacional.

O documento de referência, para acreditação de laboratórios, NP EN ISO/IEC 17025:2005 tem como prioridade a definição da identificação do laboratório como entidade, o tipo de actividades desenvolvidas, a independência e imparcialidade da sua estrutura de funcionamento interna e externa, a competência técnica para a área e âmbito de actuação declarado e a disponibilidade de cooperação com os utilizadores e outras entidades.



O processo de acreditação implica a análise e evidência da conformidade do sistema por uma equipa de técnicos, constituída por um auditor da qualidade, que deve coordenar as acções, e por um ou mais auditores técnicos, com qualificação correspondente á área da competência técnica inerente ao âmbito da acreditação do laboratório.

O Manual da Qualidade é o documento de referência permanente da organização, o qual descreve o seu Sistema da Qualidade. Nele se enuncia a Política da Qualidade, se descreve o Sistema da Qualidade e as práticas da Qualidade da organização.

Manual da Qualidade constitui um factor chave para conseguir a divulgação e a motivação para a qualidade. Neste sentido, os esforços a realizar são tais como:

- a) Informar as pessoas sobre o que é preciso fazer;
- b) Assegurar-se de que sabem como fazê-lo;
- c) Assegurar-se de que sabem porque o devem fazer;
- d) Convencer as pessoas de que têm o maior interesse em fazê-lo.

O Manual da Qualidade deve possuir um âmbito ou seja pode abarcar a totalidade das actividades de uma organização ou apenas uma parte. O seu título e objectivo explicitam o seu campo de aplicação.

O Manual da Qualidade deve ser um documento com alguma flexibilidade para que se adapte às necessidades da organização, daí poderá ter várias formas e graus de detalhe. O Manual pode ser constituído por um ou mais volumes.

Assim sendo, considera-se um documento base de apresentação do Sistema da Qualidade, deverá encontrar-se sempre disponível, actualizado e validado onde poderá conter ou fazer referência pelo menos a:

- ✓ Política da Qualidade;
- ✓ Responsabilidades, atribuições, relações entre os que dirigem, executam, verificam ou revêm as actividades que têm impacto na Qualidade;
- ✓ Apresentar a estrutura de funcionamento (organigrama) do laboratório, funções e distribuição de responsabilidades, actividades operacionais e funcionais;



- ✓ Procedimentos e instruções do Sistema da Qualidade;
- ✓ Instruções para rever, actualizar e gerir o Manual da Qualidade;
- ✓ Equipamentos e materiais envolvidos.

As actividades e o desempenho inerentes ao processo poderão ser descritas em procedimentos específicos, tais como: os inerentes à supervisão das operações técnicas do laboratório, à verificação do cumprimento formal das regras, normas e códigos de boas práticas de realização de ensaios, análise e avaliação dos resultados, tratamentos de anomalias, reclamações e acções correctivas.

O Plano da Qualidade aplica-se para cada um dos ensaios, e constitui o documento onde se estabelecem as condições técnicas de funcionamento do processo (técnicas operatórias envolvidas), os recursos necessários à sua implementação e a sequência das actividades correspondentes ao controlo de qualidade dos resultados obtidos.

As actividades operacionais e de funcionamento implicam a avaliação do tipo de organização, gestão, recursos disponíveis, a localização, disposição das instalações, as condições ambientais e as suas relações com os clientes e outras entidades.

Tendo sempre como factor primordial a "garantia da qualidade" do serviço prestado e valorização da função Qualidade, como um processo de melhoria contínua, o laboratório deverá avaliar o seu sistema e a sua conformidade com os requisitos específicos, procedendo de forma sistemática e periódica a "auditorias internas da qualidade"

A norma NP EN ISO/IEC 17025:2005, é aplicável a qualquer tipo de laboratório, seja ele do sector industrial ou oficial, das áreas da química, alimentar, agrícola, farmacêutica ou outra, podendo ser necessário complementar com outros documentos, caso se justifique a definição de exigências particulares.



Na auditoria, é avaliado o grau de cumprimento com os requisitos e o funcionamento. Esta acção desenvolve-se segundo dois vectores:

- 1 – Os documentos de suporte ao sistema, designados por documentos da qualidade (Manual da qualidade, Procedimentos Gerais, Procedimentos Operativos, Instruções, Normas, Métodos de Ensaio, Especificações Técnicas);
- 2 – As actividades operacionais e funcionais que digam respeito à actividade do laboratório (Qualidade), ou seja a comprovação da competência técnica.

A fim de formalizar as acreditações concedidas, o Instituto Português de Acreditação (IPAC) emite certificados de qualificação para os laboratórios que acredita com a lista de ensaios acreditados, autorizando-o a usar o símbolo de “Laboratório Acreditado” na documentação referente aos ensaios abrangidos pela acreditação.

Dado que a acreditação é específica para a realização de certos ensaios, o IPAC identifica esses ensaios num anexo ao Certificado, emitido conjuntamente com o Certificado. Esta lista apenas indica os principais domínios abrangidos pela acreditação, o que não implica que todos os ensaios que o laboratório efectue estejam no âmbito da acreditação.

CFPSA



4.1. Generalidades

Tal como foi referido, o conceito da qualidade entendida como a aptidão de um produto para satisfazer as necessidades do consumidor é extremamente amplo, vago, e, em relação aos produtos alimentares, perfeitamente subjectivo.

Para que possa atingir e garantir essa qualidade, importa, antes de mais, ao industrial começar por.:

- 1- Definir com precisão as reais necessidades para cada produto, isto é, os respectivos padrões a atingir;
- 2- Preparar o processo produtivo de forma a fornecer o produto de acordo com esses padrões;
- 3- Verificar sistematicamente a correspondência entre os padrões definidos e os produtos efectivamente obtidos.

Deverá também ter sempre em mente que, para além de agradar ao consumidor, terá necessariamente de obedecer a princípios gerais de ordem sanitária e de saúde pública consagrados na legislação geral e, em muitos casos, às regras específicas de composição, tipos de tratamento, condições de conservação, transporte e armazenagem ou ainda exigências de rotulagem.

É evidente que, na maioria dos casos, o industrial não se limita a obedecer às disposições legais, até porque para a grande parte dos produtos não há legislação específica, o que em muitos casos se torna difícil face a diversidade de novos produtos que diariamente surgem no mercado, resultado de tecnologias sofisticadas em evolução permanente.

Hoje, e cada vez mais, há uma tendência generalizada, nos países com economia de mercado, para se definirem princípios gerais cuja observância seja obrigatória, a fim de garantir a saúde pública e evitar situações de concorrência desleal, mas deixando um grau de liberdade que permitia a diversificação e favoreça a criatividade.

Se a garantia da defesa dos interesses e da saúde do consumidor compete às entidades oficiais, devendo ser objecto de legislação exhaustiva, no que se refere às características dos produtos, tal tarefa pode ser levada a efeito através de associações de industriais, de forma a impedir a concorrência desleal entre os agentes económicos, ou realizada pelo próprio industrial que pretende imprimir aos seus produtos características especiais que os distingam dos congéneres.



Assim, a definição de padrões e métodos para a sua avaliação pode surgir-nos a diferentes níveis e com objectivos diversos, designadamente:

- 1 – Via Legislativa – de carácter obrigatório, impondo regras estabelecidas em diplomas legais que visam garantir a genuinidade dos produtos, evitar fraudes e assegurar a defesa da saúde.
- 2 – Via Normativa – de carácter orientador, não vinculativo, estabelecido através de normas técnicas que podem ser elaboradas por entidades diversas, com âmbito nacional, internacional ou empresarial.

4.2.– Legislação e Regulamentação

A legislação visa, em primeiro lugar, assegurar a genuinidade e qualidade dos produtos, e, por outro lado, impedir situações de fraude ou concorrência desleal que são não só importantes para o consumidor, como para o próprio industrial, que por vezes se vê confrontado com situações de concorrência que provocam indesejáveis distorções do mercado.

4.2.1.– Legislação Internacional

Com a adesão de Portugal à então Comunidade Económica Europeia, hoje União Europeia, a via legislativa referida anteriormente engloba não apenas as disposições fixadas a nível nacional, mas também as estabelecidas pela União Europeia, quer as elaboradas com a participação de Portugal quer as existentes antes da adesão.



Tal como em qualquer país pertencente ao espaço da União Europeia, a elaboração e promulgação de legislação referente a produtos alimentares visa três objectivos fundamentais: a protecção da saúde pública, a legalidade das transacções comerciais e a livre circulação de produtos.

Com efeito, o funcionamento do Mercado Comum assenta na concretização de quatro liberdades fundamentais: a livre circulação de mercadorias, de pessoas, de serviços e de capitais.



Para assegurar a livre circulação de mercadorias, estabeleceu-se que os Estados Membros não podem impedir a circulação no seu território de produtos em conformidade com as regras estabelecidas pela legislação comunitária, salvo por razões devidamente fundamentadas e justificadas, de protecção da saúde pública, de protecção da propriedade industrial e em caso de defesa contra a concorrência desleal.

Assim, com o objectivo de eliminar os entraves técnicos ao comércio, a então CEE, através de um dos seus órgãos, a Comissão, iniciou em 1962 um vasto programa de harmonização das legislações nacionais, com o objectivo de eliminar as divergências de regulamentação existentes nos diferentes Estados Membros.

Desde então foram adoptados pelo Conselho e pela Comissão cerca de 250 Directivas no âmbito dos produtos industriais e uma centena na área alimentar, para além de numerosas Decisões e Resoluções.

Para atingir um outro objectivo da então CEE, enumerado no Tratado de Roma de 1957: a instauração de uma política comum no domínio da agricultura, foram aprovados numerosíssimos Regulamentos que igualmente impõem regras, condições e parâmetros de qualidade a determinados géneros alimentícios.

Em suma, na União Europeia, e à semelhança do que se passa em qualquer país, a promulgação de legislação processa-se através da aprovação de diplomas de natureza diversa, e com diferente força jurídica, consoante os órgãos de que emanam e os objectivos que se propõem atingir. Assim, e conforme vem estabelecido no art.º 249º da versão compilada do Tratado que Institui a Comunidade Europeia (o antigo art.º 189º do Tratado de Roma de 1957, com alterações): "Para o desempenho das suas atribuições e nos termos do presente Tratado, O Parlamento Europeu em conjunto com o Conselho, o Conselho e a Comissão, adoptam regulamentos e directivas, tomam decisões e formulam recomendações ou pareceres."

Consequentemente são, pois, diplomas legislativos europeus: Regulamentos, Directivas e Recomendações ou Pareceres.

1 – O Regulamento – tem carácter geral e obrigatório em todos os seus elementos e é directamente aplicável em qualquer Estado Membro, sem necessidade de ser transposto para a respectiva ordem jurídica interna.

O Regulamento entra em vigor na data por ele fixada, ou na sua falta, no vigésimo dia após a publicação no jornal Oficial das Comunidades Europeias (JOUE). Isto é, após a sua publicação no JOUE (e sem necessidade de qualquer outro acto legislativo, neste caso do Estado Membro), o regulamento é obrigatoriamente aplicado no território dos Estados Membros, sobrepondo-se a qualquer legislação nacional a ele contrária.



2 - Directiva – a Directiva vincula qualquer Estado Membro seu destinatário quanto ao resultado a atingir, mas deixando às instâncias nacionais a competência quanto à forma e quanto aos meios como irá ser atingido esse resultado. Neste caso, caberá ao Estado Membro transpor para o seu ordenamento jurídico interno o conteúdo da Directiva, criando as normas necessárias ao seu cumprimento.

No caso das Directivas, (como também das decisões), serão as mesmas notificadas aos seus destinatários, produzindo efeitos a partir dessa notificação. No entanto, os próprios textos das directivas prevêem um período de tempo variável para a sua adaptação pelos diferentes Estados Membros, uma vez que a sua entrada em vigor ocorre sempre depois da transposição para o direito interno, ainda que possa ser feita, por diferentes formas. Ou seja, cada Estado Membro, tem a liberdade de tornar obrigatórias as exigências fixadas nas directivas, pelo meio que considerar mais adequado em cada caso (Decreto-Lei, Portaria, Norma Portuguesa obrigatória, medidas administrativas...), desde que garanta que o objectivo é atingido no período de tempo estipulado.

No que se refere ao seu âmbito de aplicação, pode dizer-se que existem dois tipos de Directivas:

a) Directivas Horizontais

São aquelas que se aplicam a todos os géneros alimentícios, por exemplo: aditivos, materiais em contacto com géneros alimentícios, rotulagem, dietéticos, produtos ultra-congelados, produtos pré-embalados.

b) Directivas Verticais

São aquelas que se referem apenas a um produto ou tipo de produtos; por exemplo: açúcar, mel, cacau e derivados, doces e geleias de fruto, leites total ou parcialmente desnatados, gorduras e óleos comestíveis.

Na maioria dos casos, o conteúdo destas Directivas é transposto para a legislação nacional, pelo Estado Membro seu destinatário.

De qualquer modo, considera-se importante para o industrial que pretende lançar os seus produtos no mercado nacional ou proceder à sua exportação, bem como para os técnicos responsáveis pelo respectivo controlo da qualidade, que conheçam as exigências a que estão sujeitos. Nesse sentido, foi já elaborado e publicado em 1983, um trabalho referente à harmonização da legislação portuguesa com a comunitária neste domínio, trabalho esse que foi aliás objecto de larga divulgação, e no qual se fazia o ponto da situação, dando as referências de todas as directivas à data em vigor sobre esta matéria.



Actualmente, encontra-se em fase de ultimização um documento que faz o levantamento de toda a legislação da UE que se refira a aspectos de qualidade dos produtos alimentares, divididos por sectores. Nele se incluem não apenas as exigências referentes aos níveis ou padrões de qualidade estabelecidos, mas igualmente os métodos de análise para a sua avaliação, tipo de tratamentos previstos, condições de acondicionamento, transporte, embalagem, etc., que se julga do maior interesse para os industriais.

Contudo, como atrás se salientou, essas exigências ou imposições legais podem ter vários objectivos que não resultam apenas da adesão de Portugal à União Europeia, mas sobretudo da própria legislação nacional, tendo em conta os nossos interesses e condicionalismos específicos.

3 - Recomendações e os Pareceres – neste caso, encontramos-nos perante actos de natureza comunitária, mas que, não obstante não possuem carácter vinculativo.

4.2.2 Legislação nacional

Na área alimentar, a legislação portuguesa desenvolveu-se a partir do princípio do século XX, existindo ainda hoje legislação em vigor datada de 1903 (estimulantes : chá, café e cacau).

Contudo, ao contrário do que se passa em alguns países e se verifica noutros domínios, não existe uma lei quadro básica, que abranja genericamente todos os géneros alimentícios e defina exigências gerais, com a qual se articulem os diplomas específicos de cada produto.

Em termos amplos, e destinado fundamentalmente à prevenção de fraudes e verificação de infracções, existe no entanto o Decreto-Lei nº 28/84, de 20 de Janeiro, que define alguns dos conceitos fundamentais já expostos e estabelece as sanções correspondentes às infracções nele previstas.



Existem também diplomas com carácter horizontal referentes à aplicação de aditivos utilizados (corantes, conservantes e antioxidantes) nos produtos pré-embalados, que visam a defesa da saúde pública e dos interesses do consumidor.



Para além disso, existem ainda numerosos diplomas legais avulsos, isto é, não sistematicamente elaborados, mas que abrangem de forma mais ou menos aprofundada a maior parte dos produtos destinados à alimentação humana e animal, que o analista tem necessidade de conhecer.

Existem pois os seguintes tipos de diplomas de natureza legislativa nacional:

- 1 – Lei - diploma no qual se procede à declaração de uma ou mais normas jurídicas, aprovadas pela Assembleia da República;
- 2 – Decreto-Lei - diploma no qual se procede à declaração de uma ou mais normas jurídicas, aprovadas pelo Governo;
- 3 – Decreto Legislativo Regional - diploma no qual se procede à declaração de uma ou mais normas jurídicas aprovadas pelas Assembleias Legislativas Regionais, sendo o seu âmbito de aplicação limitado à respectiva Região Autónoma;
- 4 – Portaria - diploma no qual se procede à declaração de uma ou mais normas jurídicas, em regra de carácter regulamentar, aprovadas por um ou vários Ministros membros do Governo;
- 5 – Despachos Normativos - diploma no qual se procede à declaração de uma ou mais normas jurídicas, de carácter regulamentar, aprovadas por um Ministro ou por um Secretário de Estado.

4.3.– Documentos Normativos

Estes documentos possuem carácter voluntário, excepto quando transpostos para a legislação.

Cada país possui um Organismo de Normalização. Em Portugal, compete ao Instituto Português da Qualidade, entidade sob a tutela do Ministério da Economia e da Inovação, a coordenação do Sistema Português da Qualidade, com intervenção específica nos domínios da normalização e da metrologia.

A actividade de normalização consiste em elaborar, aprovar, publicar e promover documentos orientadores. É de referir que a actividade tem como base algumas considerações, tais como:



- 1 – Ser uma actividade voluntária, ou seja que implica a cooperação voluntária de todos os representantes envolvidos.
- 2 – Ser uma actividade que pressupõe representatividade de todas as partes interessadas (produtores, consumidores e entidades oficiais)
- 3 – Ser uma actividade baseada no consenso: ou seja, que obriga a uma busca permanente de acordos colectivos nas decisões, isto é na aceitação geral ou na ausência de firme oposição de um número significativo das partes interessadas quanto ao essencial de uma dada matéria, o que não quer dizer que tenha de existir unanimidade.
- 4 – Ser uma actividade com actualização permanente, obrigando a uma constante actualização dos documentos, acompanhando a evolução e progresso tecnológico.

Com esta actividade podemos ter algumas vantagens que passamos a mencionar abaixo:

- a) Harmonização e uniformização de conceitos e características;
- b) Conduz a acordos e soluções comuns para problemas similares;
- c) Permite melhorar a adequação de produtos, processos e serviços;
- d) Elimina os obstáculos técnicos às transacções comerciais entre os países;
- e) Facilita a cooperação tecnológica entre países.

4.3.1 – Internacionais

O tipo de estatutos que rege as diferentes organizações internacionais é variável de caso para caso, sendo particularmente importante a forma como é estabelecida a colaboração entre os diferentes participantes, assim temos:

- a) Organismos Governamentais

Neste caso a participação de cada país membro é feita através de representantes do respectivo Governo e a aceitação dos nomes implica um vínculo desse país geralmente através de convénio internacional. Esses vínculos podem depois vir a assumir a forma de convenção, convénios, protocolos, acordos, etc., que os países interessados subscrevem, ou servir apenas para o estabelecimento de bases contratuais, aceites



bilateralmente pelas partes contratantes, mesmo que sem carácter vinculativo por si mesmo. A título de exemplo podemos referir: a ANSI (American National Standards Institute) e a AFNOR (Association Française de normalization).

b) Organismos Não Governamentais:

Neste caso, a colaboração no processo é efectuada através de uma entidade designada e reconhecida para o efeito, podendo essa representação caber a organismos públicos, privados ou mistos.

A título de exemplo podemos citar: a CAC (Comissão do Codex alimentarius da FAO/OMS – Organização Mundial de Saúde), OIML (Organização Internacional de Metrologia Legal).

A maior parte destas organizações tem carácter sectorial, cobrindo apenas determinado tipo de produtos e a eles se associam os profissionais do sector.

4.3.2. Âmbito de actividade dos Organismos Internacionais

Consoante a gama de produtos alimentares de que tratam e o tipo de problemas ou matérias de que se ocupam, as organizações internacionais podem agrupar-se em

a) Organismos horizontais

Abrangem todo o tipo de géneros alimentícios ou pelo menos uma alargada gama de produtos que incluem ou não a globalidade dos aspectos referentes à sua normalização (características, métodos de análise, calibração, classificação).

b) Organismos verticais

Ocupam apenas de determinados géneros alimentícios e, de um modo geral, de todas as questões relativas aos mesmos, desde os aspectos técnicos aos económicos ou comerciais.



4.3.3. Objectivos dos Organismos Internacionais de Normalização

Em função do fim a que se destinam as respectivas normas por eles elaboradas, os diferentes Organismos Internacionais de Normalização, podem dividir-se em:

1 - Organismos regulamentares

Produzem normas por via indirecta – através de acordos ou protocolos ou legislações internas, etc. Assim, as normas têm um carácter vinculativo nas transacções entre os países que integram este tipo de organismo. Preocupam-se fundamentalmente com a elaboração de normas das características dos produtos, respectivas classificações, calibragens, etc.,

2 - Organismos Técnicos-Normativos:

Dedicam-se à criação de normas de carácter orientador, que visam a uniformização de critérios por consenso, pelo seu interesse geral e que evitam eventuais divergências de resultados de análises ou diferentes metodologias na colheita ou preparação de amostras, respectivas regras de conservação, transporte, etc., eliminando potenciais entraves técnicos nas trocas comerciais.

De todos os organismos internacionais, no âmbito dos géneros alimentícios e em termos amplos, os mais importantes são a Comissão do Codex Alimentarius (CAC), e a Organização Internacional de Normalização (ISO), que abrangem globalmente todo o tipo de géneros alimentícios.

Estes dois organismos funcionam de forma coordenada e complementar, isto é, enquanto que o primeiro se dedica especialmente a métodos de ensaio, colheita e preparação de amostras, terminologia, nomenclaturas, etc., já o segundo se ocupa essencialmente dos aspectos referentes às características e classificação dos produtos que interferem de forma directa no circuito comercial.

4.3.4 – Sectoriais

Produzem documentos orientadores de determinados sectores que desenvolvem linhas orientadoras para as áreas em causa: FIL, na área dos leites; OIV, área dos vinhos; COI, na área dos azeites; e OICC, área do cacau e chocolates.



4.3.5 – Nacionais

Actualmente encontram-se constituídas e em funcionamento Comissões e Subcomissões Técnicas Portuguesas de Normalização (CT's) cujas áreas de actuação se repartem pelos diferentes sectores.

Pretende-se efectivamente que essas CT's tenham representatividade a nível nacional, assegurando um equilíbrio dos diferentes interesses em jogo, e que nelas tenham assento as pessoas mais conhecedoras das matérias, tanto do ponto de vista teórico como prático.

De acordo com a definição aceite internacionalmente e adoptada nacionalmente, uma Norma é uma especificação técnica ou outro documento do domínio público preparado com a colaboração e o consenso, ou a aprovação geral, de todas as partes interessadas, visado por um organismo qualificado para tal.

Para que tenha um carácter nacional, torna-se pois necessário que seja elaborada através de um órgão, que permita a audiência de todas as partes que intervêm no produto e domínio em causa.

Para a elaboração dessas normas, as CT's correspondentes começam por elaborar um ante projecto que é apresentado ao organismo sectorial, que o aprova como projecto de Norma (prNP), e promove a sua publicação para sujeição a inquérito público durante 60 dias.

Este inquérito destina-se a receber todas as críticas e sugestões que eventualmente os sectores interessados entendam pertinentes, e que são levadas ao conhecimento da CT que a elaborou a fim de ser verificada a sua legitimidade e real interesse.

Decorrido esse período e analisadas as críticas, a CT revê o projecto, introduz-lhe as alterações que entende e propõe a sua aprovação e publicação como Norma portuguesa (NP). Essa aprovação é feita conjuntamente pelo organismo sectorial e pelo Instituto Português da Qualidade. A homologação respectiva é publicada, na IIª Série do Diário da República. Esta homologação não lhe confere qualquer obrigatoriedade, mas apenas garante que o documento tem carácter nacional e oficial.



As NP devem ser sistematicamente revistas e actualizadas de 5 em 5 anos, podendo esse período ser antecipado sempre que se entenda necessário ou se detectem eventuais erros.

As NP fundamentam-se em normas internacionais correspondentes, o que se traduz em grandes vantagens, já que desta maneira se assegura uma importante e idónea componente técnica, com transferência de valiosos e actualizados conhecimentos, permitindo um permanente ajustamento dos critérios nacionais ou internacionais.

Do ponto de vista prático, permite também que as Normas Portuguesas sejam publicadas sem passar pela fase de inquérito, desde que a nível internacional tenham sido votadas favoravelmente.

São os seguintes os documentos orientadores aprovados pelo organismo nacional de normalização: Norma Portuguesa, Projectos de Normas ou Normas de Inquérito e Códigos de Boas Práticas.

4.4 – Da Empresa

É evidente que na indústria alimentar ou qualquer outra, consoante a natureza dos produtos que são elaborados, a dimensão da empresa e as orientações políticas, económicas e financeiras com que são geridas, assim os problemas que se levantam têm de ser tratados de forma diferente.

Muitas empresas existem que não produzem apenas para o mercado nacional, mas mantêm relações comerciais não apenas com os países da União Europeia, como também com muitos outros cujas legislações não são iguais, sendo por vezes omissas nestas matérias

De resto, a nível mundial o problema da livre circulação de produtos vem-se fazendo sentir desde há muitos anos, especialmente a partir da Segunda Guerra Mundial.

Efectivamente, desde essa altura e mercê de numerosos factores, designadamente o desenvolvimento de



novas tecnologias, a rentabilidade dos processos, a rapidez dos meios de comunicação e transportes, o grande aumento demográfico mundial, etc., verificou-se uma enorme expansão das trocas comerciais entre diferentes países e continentes.

Contudo, o antagonismo de interesses exportadores e importadores, ou outros produtores e consumidores, levou a que rapidamente surgissem barreiras técnicas ou administrativas que dificultavam as transacções.

Tais problemas conduziram ao aparecimento de organismos de normalização internacionais, visando a obtenção de soluções de consenso com a necessária conciliação de interesses, e obtenção das melhores respostas para os problemas repetitivos.

CFPSA



Na recolha de dados relativos às características de um grupo de indivíduos ou de medições, tais como a altura e o peso de estudantes ou o número de parafusos defeituosos e não-defeituosos produzidos numa fábrica num dado dia, é muitas vezes impossível ou impraticável observar o grupo todo, especialmente se este for muito grande. Em vez de se examinar o grupo, designado por população, ou universo, examina-se uma pequena parte do grupo, designado por amostra.

Assim experimentalmente, em laboratório, trabalha-se sempre com uma amostra como sendo representativa de uma população. De uma amostra, podem-se tirar conclusões importantes sobre a população inferida da sua análise.

5.1. Medidas de tendência central e dispersão

5.1.1. Medidas de tendência central

Uma média é um valor típico, ou representativo, de um conjunto de medições. Como os valores representativos têm tendência a estar no centro do conjunto de medições, as médias são muitas vezes denominadas medidas de tendência central.

Os parâmetros de medidas de tendência central mais comuns são a média aritmética, a mediana e a moda, sendo o primeiro aquele que em laboratório se aplica com maior frequência.

A média aritmética, ou apenas média, de um conjunto de n números X_1, X_2, \dots, X_n representa-se por (lê-se "X barra") e é definida por:

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n} = \frac{\sum_{j=1}^n X_j}{n}$$



5.1.2 Dispersão ou variação

O grau com que as medições tendem a dispersar-se em torno de um valor central chama-se dispersão, ou variação. Existem várias medidas de dispersão (ou variação) disponíveis; as mais comuns são os intervalos de variação, desvio médio e o desvio padrão.

O intervalo de variação de um conjunto de números é a diferença entre o maior e o menor número do conjunto (amplitude do intervalo)

1 – Desvio padrão

O desvio padrão de um conjunto de n números X_1, X_2, \dots, X_n representa-se por S e é definido da seguinte forma:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n}}$$

onde S é a raiz quadrada da média dos quadrados do desvio relativamente à média, também conhecido por desvio médio quadrático.

Muitas vezes o desvio padrão de um conjunto de dados é calculado substituindo nas expressão o n por $n-1$, uma vez que assim se conseguem melhores estimativas do desvio padrão da população de onde se extrai a amostra, e tem o nome de desvio padrão da amostra.



2 – Variância

A variância de um conjunto de dados é definida pelo quadrado do desvio padrão e é representada por S^2 .

O valor mínimo para o desvio padrão é atingido quando para distribuições normais, ocorre o seguinte:

- 69% das observações estão entre: $\bar{X} - s$ e $\bar{X} + s$; isto é, um desvio padrão para cada lado da média;
- 95% das observações estão entre: $\bar{X} - 2s$ e $\bar{X} + 2s$; isto é, dois desvio padrão para cada lado da média;
- 99% das observações estão entre: $\bar{X} - 3s$ e $\bar{X} + 3s$; isto é, três desvio padrão para cada lado da média;

Para distribuições moderadamente assimétricas, as percentagens acima poderão ser apenas aproximações (ao contrário da distribuição normal, que é simétrica).

CFPSA



6.1. Parâmetros Críticos

Se a primeira razão da existência de um laboratório é a necessidade de se obter resultados de análises, esta missão, no entanto só será cumprida se os resultados obtidos possuírem a qualidade adequada ao uso que lhes vai ser dado. Tal ideia está claramente identificada na frase que traduz a política do National Institute for Standards and Technology (NIST, EUA).

Sabendo que a obtenção dum resultado analítico é um processo produtivo teremos como é obvio parâmetros influenciadores, como sejam : equipamentos, matérias-primas, colaboradores, meio envolvente e o processo e/ou método de ensaio.

Na busca pela obtenção de resultados de análises com alguma garantia, deveremos identificar criteriosamente os parâmetros críticos, de modo a validá-los e controlá-los, podendo assim minimizar a possibilidade de ocorrer alguma anomalia que iria produzir um resultado anómalo.

Por outro lado, deveremos ter sempre um plano de controlo da metodologia ou seja dos pontos de controlo da qualidade da metodologia em questão. Para melhor planear, deve-se estabelecer o diagrama causa/efeito da metodologia em questão, de modo a identificar os diversos parâmetros críticos envolvidos, para melhor monitorizar as diversas causas com vista a obtenção dum resultado preciso e exacto.

6.2. Validação de métodos internos

Sabemos que um método de ensaio é um processo que envolve manipulações/operações susceptíveis de acumular erros sistemáticos/aleatórios, podendo, tal como atrás foi referido alterar significativamente o resultado.

Para validação do método interno, temos que saber claramente a sua definição. Assim sendo, método interno é o "método de ensaio que não segue uma norma de ensaio (nacional ou internacional) ou documento normativo equivalente. Excluem-se desta situação as traduções e as reformatações (sem alteração do conteúdo técnico) de normas existentes. Incluem-se nesta definição os métodos adaptados/modificados, cujo



conteúdo técnico deriva de Normas, mas não segue as mesmas na íntegra”.

Assim sendo, validação do método de ensaio é o processo pelo qual se demonstra que um determinado método analítico é aceitável para o objectivo que se propõe.

Quando se pretende validar um método interno, temos que começar por efectuar a sua descrição, campo de aplicação, caracterização, ou seja estabelecer um documento que contém os mesmos elementos existentes no lay-out duma norma, como sejam:

Título ou designação do ensaio;
Código identificador do ensaio, revisão/edição;
Data de entrada em vigor, responsáveis pela elaboração e aprovação;
Número total de páginas;
Resumo do método;
Elementos bibliográficos e referências;
Campo de aplicação (tipo de produtos, grandeza a determinar, gama de medição, restrições...);
Equipamento e utensílios;
Reagentes e soluções;
Procedimento do ensaio propriamente dito;
Interpretação e processo de cálculos;
Precisão (repetibilidade e reprodutibilidade);
Pontos de controlo da qualidade;
Cálculos de incertezas

Poderá ainda conter elementos complementares, tais como:

Amostragem (colheita, conservação e acondicionamento das amostras);
Precauções de segurança

Os requisitos mínimos para validação de métodos internos depende do grau de exigibilidade, sendo adaptada a cada caso descritas abaixo:

1 – Uma modificação menor tecnicamente relativamente a norma, neste caso as alterações não levantam



dúvidas sobre a equivalência.

Exemplo. Uma marca de equipamento diferente ao da norma mas equivalente.

2 – Uma modificação maior da técnica relativamente à norma existente, neste caso, as alterações originam dúvidas sobre a equivalência técnica dos resultados.

3 – Método baseado em referências bibliográficas, não existindo norma de ensaio correspondente.

4 – Método de ensaio baseado em técnicas inovadoras e ou técnicas que não venham descritas em literatura científica.

O grau de exigibilidade da validação vai aumentando de cima para baixo.

Devendo recair assim a escolha dos requisitos mínimos para a validação do método interno, mas há que ter também em consideração o tipo do método em questão, pois se tratar dum método qualitativo, não fará sentido determinar os limites de quantificação, já o mesmo não ocorrerá se for um método quantitativo.

6.3. Processo de Validação

Os processos de validação de métodos analíticos poderá ocorrer por duas vias: directa ou indirecta.

6.3.1. – Avaliação Directa

A avaliação directa tem como base o estudo comparativo e a análise dos resultados obtidos pelo método interno e outros métodos pré-estabelecidos. São entre outros estudos, os citados abaixo:

- Ensaio comparativos com métodos normalizados;
- Ensaio comparativos com métodos de referência;
- Ensaio com padrões internacionais ou materiais de referência;
- Ensaio interlaboratoriais.



6.3.2. – Avaliação Indirecta

A avaliação indirecta tem como objectivo o cálculo dos diversos parâmetros de desempenho, tais como os abaixo citados:

Especificidade/Selectividade;

Sensibilidade;

Robustez;

Limites analíticos (limite de detecção e de quantificação).

Devemos ter sempre em consideração que o método de validação, seja directo ou indirecto, não é definitivo, pois temos que ter em consideração que, com as modificações das condições operatórias, poderá haver necessidade de efectuar revalidações.

6.4. Parâmetros de desempenho

6.4.1. – Especificidade/Selectividade

A definição da selectividade " é a capacidade de um método identificar e distinguir um analito em particular numa mistura complexa, sem interferência dos outros componentes."

Assim sendo, um método selectivo é aquele que permite discriminar o analito relativamente a outras substâncias, eventualmente presentes na amostra a analisar, ou seja, verifica-se a possível interferência de outras substâncias eventualmente presentes na amostra.

Para avaliação das interferências poder-se-á realizar teste de recuperação e considera-se que um método é específico se a respectiva taxa estiver entre 85 a 100%, dependendo também do método analítico em questão.

O teste de recuperação realiza-se sob uma amostra que é um padrão devidamente certificado ou uma amostra contaminada com o elemento a dosear, sendo sujeita ao mesmo método analítico de modo a poder-



se verificar qual a capacidade deste obter o valor previsto ou teórico.

O cálculo da taxa de recuperação é sempre obtida pela relação entre:

$$\text{Teste Recuperação} = \frac{\text{Valor Obtido}}{\text{Valor Verdadeiro}} * 100$$

Sendo :

Valor Verdadeiro – valor teórico da contaminação ou valor do material de referência

Valor Obtido – valor experimental obtido.

6.4.2. Sensibilidade

Este parâmetro avalia a capacidade de um método para distinguir pequenas diferenças de teor de analito.

Normalmente, determina-se este parâmetro para métodos instrumentais em que a sensibilidade é associada ao sinal do equipamento, não sendo confundido com a capacidade de resolução do sinal (Limite de Detecção),

Assim, este parâmetro pode ser definido como o quociente entre o acréscimo do valor lido no equipamento e a variação da concentração correspondente aquele acréscimo.

$$\text{Sensibilidade} = \frac{\Delta L}{\Delta C}$$

Sendo :

ΔL = variação do sinal do equipamento

ΔC = variação da concentração

A sensibilidade é determinada sempre que o método analítico envolva equipamentos que usam curvas de calibração, para obtenção do resultado analítico.



Caso a função seja linear, logo a sensibilidade é constante ao longo da gama de trabalho e corresponde ao declive.

6.4.3. Robustez

Este parâmetro mede a sensibilidade que o método apresenta face a pequenas variações. Assim este é robusto, se se revelar praticamente insensível a pequenas variações que possam ocorrer quando este está a ser executado.

Devemos ter em consideração que um método é tanto mais robusto quanto maior será a confiança desse relativamente à sua precisão.

Existem duas possibilidades de verificar se o método é robusto:

a) Baseado no historial

Efectuar o estudo da metodologia fazendo variar as condições operatórias dentro do próprio laboratório, ao longo de um elevado número de dias. Seguidamente, analisam-se os resultados e avaliam-se em termos de precisão.

b) Teste de Youden

Permite avaliar a robustez do método, ou seja, a influência de cada uma das variações nos resultados finais. Este teste baseia-se na realização duma série de análises sobre uma amostra, realizando-se sob um planeamento de experiências, susceptíveis de influenciar o processo analítico.

O procedimento para elaboração do teste de Youden começa por:

1 – Analisar com detalhe os factores de interesse (exemplo: temperatura, reagentes, tempos de repouso, luz, etc.,...) independentes entre si, mas influenciadores dos resultados finais da análise;



- 2 – Fixar os valores nominais (1) e alternativos (-1) para a quantificação;
 3 – Elaborar um quadro típico para o plano de experiências com quatro factores;

	A	B	C	RE _i
1ºEnsaio	1	1	1	RE ₁
2ºEnsaio	1	-1	-1	RE ₂
3ºEnsaio	-1	1	-1	RE ₃
4ºEnsaio	-1	-1	1	RE ₄
	RA	RB	RC	

Em que:

RE_i - resultado experimental obtido pela combinação do ensaio i

A,B,C – factores em análise (valor nominal/alternativo)

RA, RB, RC – efeitos de cada factor (i)

Z – metade do número de ensaios experimentais

Tratar os resultados experimentais obtidos após o cálculo de todos os RE_i:

$$Ri = \frac{\left(\sum_{i=1}^n RE_i(1) - \sum_{i=1}^n RE_i(-1) \right)}{z}$$

Resolver o sistema de equações lineares para cada factor/nível, atendendo a que existem quatro experiências em que em dois o factor foi alterado e outras duas não foi alterado.

Como, por exemplo, para determinar o efeito do factor A, calcula-se tal como mencionado abaixo:

$$RA = \frac{(RE_1 + RE_2) - (RE_3 + RE_4)}{2}$$



Ordenar os efeitos dos diversos factores;

Criticar os valores obtidos perante os valores estabelecidos na precisão, para factores em que a variação é superior ao permitido pela precisão que indicar que o efeito em causa não pode sofrer alteração.

6.4.4. Validação da curva de calibração

Em análises quantitativas em que utilizamos um equipamento genericamente, temos que estabelecer uma relação entre o sinal lido no equipamento e a concentração, ou seja, tem que estabelecer a curva de calibração.

Sabendo que a curva de calibração indica o processo pelo qual a medição dum sinal se relaciona com a quantidade existente da matéria a dosear.

Quando estabelecemos a curva de calibração temos que ter em atenção algumas considerações, como sejam:

- 1 - O ensaio em branco deve ser incluído na curva, quando aplicável;
- 2 - No método de mínimos quadrados, usa-se sempre o eixo YY para o sinal do equipamento e XX para a concentração;
- 3 - No caso do equipamento possuir um sistema informático incorporado, têm que se efectuar os cálculos manualmente, de modo a validar os dados obtidos por suporte informático;
- 4 - O analista deve preparar soluções padrões com teores bem definidos;
- 5 - As soluções são medidas no equipamento nas mesmas condições das amostras a ensaiar;
- 6 - Deve-se estabelecer a representação gráfica (sinal) do equipamento= $f(\text{teor})$ e determina-se as concentrações das amostras por interpolação; daí dever-se-á validar correctamente a curva obtida.



Os parâmetros de validação da curva de calibração, usando o método dos mínimos quadrados para funções lineares – ISO 8466-1:1990, são os mencionados abaixo:

1 – Determinação dos parâmetros a, b e coeficiente de correlação, r

Determinação do declive será:

$$b = \frac{\sum x_i * y_i - \frac{(\sum x_i)(\sum y_i)}{n}}{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}$$

o coeficiente de correlação será obtido:

$$r = \frac{\sum x_i y_i - \frac{\sum x_i \sum y_i}{n}}{\sqrt{\left(\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}\right) \left(\sum y_i^2 - \frac{(\sum y_i)^2}{n}\right)}}$$

Caso se trate duma curva com função de 1º grau, logo será a forma algébrica da equação da recta , sendo somente admissível para coeficiente de correlação superior ou igual a 0,995.

e a ordenada na origem deverá ser obtida a partir de:

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

onde \bar{y} e \bar{x} são médias aritméticas dos valores de y experimentais e x .



Estes valores poderão ser obtidos pelo programa de Excel ou através da máquina calculadora na função regressão linear, tendo em condieração que os termos obtidos deverão ser iguais.

2 – Escolha da gama de trabalho – Homogeneidade de variâncias

Executar dez ensaios independentes no primeiro ponto e no último, posteriormente determina-se as variâncias . As variâncias são testadas para examinar se existem diferenças significativas entre elas, nos limites da gama de trabalho efectuando o cálculo do valor teste PG:

$$PG = \frac{S_{10}^2}{S_1^2}, S_{10}^2 > S_1^2$$

$$PG = \frac{S_1^2}{S_{10}^2}, S_1^2 > S_{10}^2$$

Compara-se este valor de Pg com o valor tabelado da distribuição F Fischer para n-1 graus de liberdade:

<

Se PG < F quer dizer que a diferença de variâncias não são significativas e a gama de trabalho está bem ajustada;

≥

Se PG ≥ F quer dizer que a diferença de variâncias são significativas e a gama de trabalho deve ser reduzida.

3 – Teste de linearidade

A linearidade pode ser avaliada através diferença das variâncias dos valores de y experimentais e os valores de Y obtidos pela função matemática obtida:



$$DS^2 = (N - 2)S_{y1}^2 - (N - 3)S_{y2}^2$$

onde:

N - número de padrões utilizados na construção da curva

S_{y1}^2 - variância dos valores estimados pela função obtida

S_{y2}^2 - variância dos valores experimentais

Calcula-se o valor de PG:

$$PG = \frac{DS}{S_{y2}^2}$$

Compara-se este valor de PG com o valor F tabelado da distribuição de Fischer para (n-1) graus de liberdade.

Se $PG \leq F$ quer dizer que a diferença de variâncias não são significativas e a função de calibração é linear;

Se $PG \geq F$ quer dizer que a diferença de variâncias são significativas e a função de calibração não é linear.

4 – Determinação dos limites de confiança da ordenada de origem (S_a) e do declive (S_b)

Começa-se por determinar o desvio padrão residual $S_{y/x}$ que exprime a dispersão dos valores do sinal instrumental em torno da curva de calibração.

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - 2}}$$



Os desvios padrão da ordenada na origem e do declive, são dados por:

$$S_a = S_{y/x} * \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{n * \sum (x_i - \bar{x})^2}} \quad e \quad S_b = \frac{S_{y/x}}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2}}$$

e podem ser usados para calcular os limites de confiança de a e b,:

$$a + t * S_a \quad e \quad b + t * S_b$$

sendo t o valor da distribuição Student para um nível de confiança desejado e (n-2) graus de liberdade.

A curva de calibração normalmente não é efectuada cada vez que necessitamos, daí é necessário estabelecer um processo de acompanhamento da curva usada, normalmente usa-se um padrão de controlo.

6.5. Limiares Analíticos

6.5.1 - Limite de Detecção (L.D)

O limite de detecção é o limite que corresponde ao teor mínimo a partir do qual é possível detectar a presença do analito, com certeza estatística razoável.

Assim sendo, uma leitura inferior ao valor estabelecido como Limite de detecção não significa ausência do analito a medir, apenas se pode afirmar que, com a probabilidade definida geralmente com um intervalo de confiança de 95%, a concentração do componente em causa será inferior a um certo valor.

Normalmente, 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.



Modos de obtenção do Limite de Detecção:

1 – Caso genérico :

$$\text{Limite de Detecção} = X_0 + 3,3 * s_0$$

Sendo:

X_0 = corresponde à média aritmética do teor medido de uma série de brancos ou padrões vestígios (entre 10 e 20 ensaios) preparados independentemente e ao longo do tempo.

s_0 = desvio padrão associado a as valores obtidos

2 – Caso em que o resultado analítico é obtido por função linear

$$\text{Limite de Detecção} = \frac{(3,3 * S_{y/x})}{b}$$

Sendo:

$S_{y/x}$ = desvio padrão residual da curva de calibração

b = declive.



6.5.2 - Limite de Quantificação (L.Q)

Corresponde a menor concentração medida a partir da qual é possível a quantificação do analito, com determinada exactidão e precisão. Na prática, corresponde normalmente ao padrão de menor concentração (excluindo o branco).

Modos de obtenção do limite de quantificação:

1 – Caso genérico.

$$\text{Limite de Quantificação} = X_0 + 10 \cdot s_0$$

Sendo:

X_0 = corresponde á média aritmética do teor medido de uma série de brancos ou padrões vestígios (entre 10 e 20 ensaios) preparados independentemente e ao longo do tempo.

s_0 = desvio padrão associado a as valores obtidos

2 – Caso em que o resultado analítico é obtido por função linear

$$\text{Limite de Quantificação} = \frac{(10 \cdot S_{y/x})}{b}$$

Sendo :

$S_{y/x}$ = desvio padrão residual da curva de calibração



b = declive

Estes limites deverão estar devidamente identificados e calculados numa forma clara. Sempre que ocorram alterações (equipamentos, operadores, curvas, ambiente, reagentes, etc.) é necessário que altere novamente os limites.

6.6. Precisão

A precisão é um termo que pretende avaliar a dispersão de resultados entre ensaios independentes, repetidos sobre a mesma amostra.

Existem dois modos de determinar a dispersão, repetibilidade e reprodutibilidade, e entre estas duas situações extremas, existe uma intermédia, conhecida por precisão intermédia (variabilidade intralaboratorial).

6.6.1. Repetibilidade

A repetibilidade exprime a precisão de um método de ensaio realizado sob condições idênticas, isto é, efectuado sobre a mesma amostra, mesmo laboratório, mesmo analista, mesmo equipamento, mesmo tipo de reagentes.

O limite de repetibilidade é o valor abaixo do qual se deve situar com uma probabilidade específica (normalmente 95%) a diferença absoluta entre dois resultados de ensaio, obtidos sob condições acima descritas.

Determina-se por duas vias:

1 - Repetibilidade a partir dos resultados de ensaio interlaboratorial (inter-laboratorial)

Normalmente, executa-se quando os laboratórios participam em ensaios interlaboratoriais de normalização onde são calculados os parâmetros de precisão.

Há que ter em consideração que o número de ensaios deverá ser superior a dois, a cada gama de trabalho.



2 - Repetibilidade de um método no próprio laboratório (intra-laboratorial)

Normalmente, executa-se sob condições de repetibilidade em pelo menos 10 ensaios e ao longo da gama de trabalho.

A repetibilidade determina-se a partir da variância:

$$S_{\text{repetibilidade}} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}$$

Sendo:

$S_{\text{repetibilidade}}$ = variância da repetibilidade associados aos resultados obtidos

n = número de ensaios

X_i = valores experimentais

O limite de repetibilidade será de:

$$\text{Repetibilidade} = 2,8 * S_{\text{repetibilidade}}$$

Podemos apresentar este sob a forma de coeficiente de variação (CV), que é numericamente igual ao desvio padrão da repetibilidade, e dividir pela média dos valores considerados, para cada nível de concentração, expresso em percentagem. Neste caso, é dado por:

$$CV = \frac{S_{\text{repetibilidade}}}{\bar{x}_i} * 100$$



6.6.2. Reprodutibilidade

A reprodutibilidade refere-se à precisão dum método efectuado em condições de ensaios diferentes, utilizando o mesmo método de ensaio, sobre uma mesma amostra, fazendo-se variar as condições de medição, tais como: diferentes laboratórios, diferentes operadores, diferentes equipamentos e/ou épocas diferentes.

O limite de reprodutibilidade pode determinar-se a partir dos resultados de ensaios interlaboratoriais.

As duas medidas de dispersão referidas representam os extremos da variabilidade de um método de ensaio, sendo a repetibilidade uma medida de variabilidade mínima e a reprodutibilidade uma medida de variabilidade máxima dos resultados.

Como referimos, existe ainda uma medida de dispersão intermédia, que corresponde à reprodutibilidade ou variabilidade intralaboratorial, ou seja, a que corresponde à situação de precisão intermédia.

Em termos de cálculo, é exactamente igual à repetibilidade, mas calcula-se com os resultados experimentais recolhidos ao longo do tempo, indo contribuir para um maior valor de variância do que a repetibilidade e menor que a reprodutibilidade.

6.7. Exactidão

Os processos para avaliar a exactidão podem-se efectuar por vários modos. Entre outros, temos os seguintes:

6.7.1 Materiais de referência certificados

Um material de referência certificado possui um valor de concentração para cada parâmetro e uma incerteza associada. A aquisição destes materiais é feita em organismos reconhecidos e credíveis como por



exemplo: NIST, IRMN, BCR,...

A sua aplicação consiste na sua análise para avaliar o desempenho do laboratório. O valor obtido deverá ser comparado com o valor convencionalmente verdadeiro (existente no certificado) e determinado o desvio .

Se o valor obtido não se encontrar dentro do intervalo de valores indicado no certificado, o laboratório deve procurar as causas desse desvio e tentar eliminá-las

6.7.2 Ensaio Interlaboratoriais

Existem, pelo menos, dois tipos de ensaios:

Ensaio Interlaboratorial de aptidão – destina-se a avaliar o desempenho dos laboratórios participantes, funcionando nalguns países como uma condição para a acreditação de laboratórios;

Ensaio Interlaboratorial de Normalização – destina-se a estudar as características de um método de análise, nomeadamente repetibilidade e reprodutibilidade, e tem como objectivo evidenciar a exactidão dos seus resultados.

6.8. Testes Comparativos

Comparação de resultados analíticos a partir do método interno comparado com um método considerado como referência, conseguindo assim determinar a exactidão do método interno.

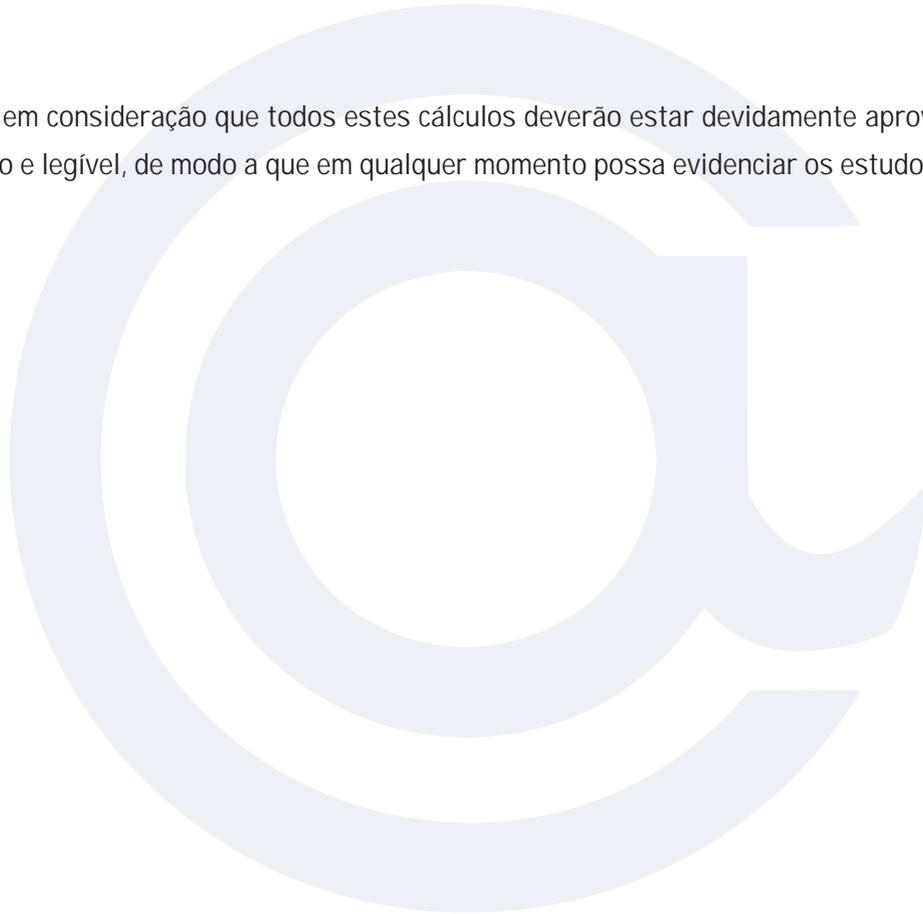
6.9. Implementação de métodos normalizados

Quando se trata de métodos normalizados, e pelo facto destes já terem sido validados por outras entidades, basta ter em consideração alguns parâmetros. Normalmente, são aqueles que tecnicamente consigam avaliar o grau de implementação do método analítico no laboratório.



6.10 Registos

Temos que ter em consideração que todos estes cálculos deverão estar devidamente aprovados e sempre dum modo claro e legível, de modo a que em qualquer momento possa evidenciar os estudos efectuados.



CFPSA



7.1. Sistemas da validação de resultados

Qualquer resultado está sujeito a erro, pelo que é necessário, por um lado, prevenir o seu aparecimento e, por outro lado, controlar a sua ocorrência de modo a garantir e a melhorar a eficácia do sistema da Qualidade.



O objectivo do sistema da qualidade é garantir o controlo da exactidão dos resultados da rotina através do Controlo da Qualidade Externo, normalmente dependente duma intervenção externa (CQE), e o controlo numa forma contínua da precisão através do Controlo da Qualidade Interna (CQI), cuja realização depende da vontade do laboratório.

7.2. Controlo da Qualidade Externa

As acções consideradas como sendo controlo da qualidade externa são:

7.2.1. Material de Referência, Certificado/padrões equivalentes

Estes possuem o respectivo valor certificado, ou seja, aceite como valor convencionalmente verdadeiro, e a sua incerteza, sendo normalmente preparados a partir de ensaios interlaboratoriais.

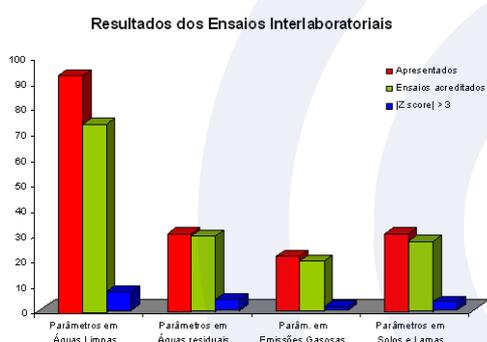
Para a rastreabilidade em medições químicas, devem ser adquiridos os materiais de referência certificados produzidos por entidades de reconhecida credibilidade, tais como: Standards Measurements and Testing programme, da União Europeia (conhecido como BCR), National Institute for Standards and Technology (NIST), dos Estados Unidos da América.

Na escolha do material de referência certificado, deve-se ter em consideração a sua semelhança com a matriz da amostra.



A periodicidade de uso do material de referência certificado deve ser estabelecida pelo laboratório, tendo em conta a complexidade e morosidade das análises, mas pelo menos deverá ser efectuada um ensaio anual.

7.2.2. Ensaio Interlaboratoriais



Para casos em que não existe material de referência certificado disponível deve-se evidenciar a comparação externa de resultados (ensaio de intercomparação), como o uso de padrões internacionais ou nacionais, devidamente reconhecidos pelo sector técnico em questão e/ou participação em ensaios interlaboratoriais.

Sempre que possível o laboratório deve participar em ensaios de aptidão, com o objectivo de avaliar o seu comportamento através da avaliação do Z-score.

7.3. Controlo da Qualidade Interno

O laboratório deve apresentar um sistema de controlo da qualidade interno dos resultados, nomeadamente para as análises mais usadas ou susceptíveis de erro, baseado em :

7.3.1. Materiais de Referência Internos

São materiais de referência que também se designam por padrões de controlo do resultado do laboratório. Possui as seguintes características:

- a) Amostra natural ou rotineira, sendo um padrão de matriz ajustada com a amostra, ou um padrão semelhante ao da calibração;
- b) Matriz semelhante à amostra, ou dos padrões;
- c) Estabilidade média/longo prazo, de modo a permitir comparar os novos lotes de material de referência internos com os antigos e avaliar a variabilidade ao longo do tempo;



- d) Grau de homogeneidade de cada lote de material de referência interno superior ou igual à repetibilidade;
- e) O valor de referência deve ser atribuído tomando as precauções necessárias para garantir a sua exactidão.

Os materiais de referência internos deverão ser testados em pelo menos 5% do total das amostras da série/dia de análises.

7.3.2. Técnicas complementares

São incluídos as seguintes técnicas, entre outras:

a) Análises de ensaios em branco em paralelo com as amostras;

Devemos referir que segundo as diversas metodologias podem existir três tipos de ensaios em branco:

- 1- Branco dos solventes – executado somente com o solvente principal;
- 2- Branco dos reagentes – executado com o solvente principal e os restantes reagentes;
- 3- Branco da amostra – executado com tudo, excepto o analito.

Quando referimos o ensaio em branco como ponto de controlo, deve ser executado o método de ensaio tal e qual, com todos os reagentes e todas as operações, somente com ausência da amostra.

A finalidade de executarmos ensaios de branco da amostra é controlar as possíveis contaminações, seja dos reagentes, das soluções, do material ou do ambiente.

b) Análises em duplicados

Consiste na execução da metodologia em simultâneo de duas tomas de análise. Este ponto de controlo permite é controlar a execução da metodologia e controlar a existência de erros acidentais de preparação e manuseamento da amostra.

Os ensaios executados deverão ser duas tomas independentes e não dois ensaios a partir da mesma toma. O objectivo é cumprir o limite de repetibilidade estabelecido para a metodologia em questão.



A execução de duplicados permite controlar erros que poderão advir: de metodologia com várias operações, análise de novas matrizes, análise de amostras com difícil homogeneização e novos colaboradores.

c) Recirculação de amostras anteriormente efectuadas

Ponto de controlo aplicável somente em amostras não perecíveis, permite controlar a reprodutibilidade intra laboratorial, ou seja, a precisão intermédia.

d) Teste de recuperação

Tal como referido no capítulo da validação de métodos este teste permite controlar o efeito de matriz causado por as amostras terem composições diferentes dos padrões e permite controlar os desvio sistemáticos.

Deve-se ter o cuidado de relatar no resultado final qual o teor de recuperação obtido e apresentar, também no resultado final, a correcção já efectuada .

e) Comparação de resultados obtidos por técnicas diferentes.

Em determinadas laboratórios, existe mais do que um equipamento para efectuar o mesmo doseamento, assim sendo, sujeita-se a mesma amostra a equipamentos diferentes.

Com este ponto de controlo, podemos controlar a reprodutibilidade intra-laboratorial.

7.4. – Cartas de controlo Estatístico

O uso de cartas de controlo é um modo de visualizar numa forma fácil, clara e eficaz os resultados das acções do controlo de qualidade.

Os pontos de controlo com maior aplicação de cartas são: os resultados obtidos na análise de materiais de referência internos; ensaios em branco; padrões de controlo; repetição de amostras; materiais de referência certificados, desvio entre duplicados, etc.



As cartas de controlo baseiam-se numa determinada estatística amostral que se vai controlando ao longo do processo. Considera-se que este está sob controlo quando o valor da estatística amostral não ultrapassar determinados valores, chamados limite inferior e superior de controlo.

Com o uso de cartas consegue-se identificar duas situações:

- 1 – Causas comuns de variação que se devem reduzir, tais como: selecção de maus fornecedores ou mau método;
- 2 – Causa especial ou assinalável de variação que se deve eliminar, tais como: falta de atenção do analista ou desajustamento dum equipamento.

O uso de cartas de controlo tem como objectivo :

- a) Reduzir a variabilidade do processo por detecção e eliminação das causas especiais;
- b) Conhecer e vigiar continuamente o processo analítico;
- c) Possibilitar correcções ao processo analítico, de forma a evitar resultados não conformes;
- d) Estimar os parâmetros das características dos métodos e dos resultados.

7.4.1. Exemplificação da construção de cartas de controlo

Na construção de cartas de controlo, devem-se efectuar as seguintes etapas:

- 1-Retirar valores experimentais individuais;
- 2-Calcular o valor da estatística amostral e os respectivos limites;
- 3-Controlar o processo analítico através dos limites calculados;
- 4-Pontos fora dos limites de controlo, ou pontos revelando tendências indicam a existência de causas especiais de variação;
- 5-Todos os pontos dentro dos limites de controlo, sem qualquer tendência presente, significa que apenas há causas comuns de variação, estando o processo analítico sob controlo estatístico.



7.4.2. Tipos de cartas de controlo

Existem vários tipos de cartas de controlo, embora somente sejam abordadas as cartas de variáveis:

- Cartas de observações individuais e amplitudes móveis ;
- Cartas de médias e amplitude ou desvio padrão.

Para construir as linhas temos que usar as seguintes cálculos:

	Valores não Padronizados	
	Linha Central	LSC e LIC
\bar{X}	$\bar{\bar{X}}$	$\bar{\bar{X}} \pm A_2 \bar{R}$ ou $\bar{\bar{X}} \pm A_3 \bar{R}$
R	\bar{R}	$D_3 \bar{R}$ ou $D_4 \bar{R}$
S	\bar{S}	$B_3 \bar{S}$ ou $B_4 \bar{S}$

Sendo:

LSC – Linha superior de controlo

LIC – Linha inferior de controlo

R – diferença entre valor máximo e valor mínimo

Os factores A_2 , A_3 , B_3 , B_4 , D_3 , D_4 , são factores estatísticos devidamente tabelados na ISO 8258:1991.

7.4.3. Regras de interpretação das cartas de controlo

O laboratório, após ter estabelecidos as linhas de controlo das cartas aplicáveis, tem também de estabelecer algumas regras de interpretação dos pontos de controlo. Algumas dessas regras podem ser:

- Pontos fora de controlo terão que ser corrigidos antes de executar a amostra;
- Cinco pontos consecutivos na zona acima (abaixo) de um mesmo lado da linha central;
- Oito pontos consecutivos de um mesmo lado da linha central;
- Seis pontos consecutivos em sentido ascendente ou descendente.



8.1. Metrologia

A metrologia, segundo a definição do vocabulário internacional da metrologia é a ciência que tem a ver com o conhecimento relativo à medição.

A metrologia tem como objectivo garantir a uniformidade das medições no País pelos meios mais eficazes.



Em Portugal, é o Ministério da Economia e Inovação (através das suas unidades orgânicas) que tem a responsabilidade de gerir e coordenar as três áreas da metrologia, sendo estas:

1- Metrologia Científica

Área da metrologia que tem como campo de aplicação a definição e conservação de padrões. Esta área é da responsabilidade do Instituto Nacional de Engenharia, Tecnologia e Inovação.

2 - Metrologia Legal

Área da metrologia que tem a ver com medições legalmente protegidas, conflitos de interesse, transacções comerciais, segurança dos cidadãos e sociedade. Esta área é da responsabilidade do Instituto Português da Qualidade.

3 – Metrologia Industrial

Área da metrologia que tem como campo de aplicação a disseminação das unidade do sistema internacional pela indústria e suas medições. Tem como campo de aplicação : equipamentos relevantes para o processo analítico de modo a conhecer o erro e manter a rastreabilidade da medição em causa.



8.2. Rastreabilidade

Considera-se como sendo a propriedade de um resultado da medição, ou valor de um padrão, pode-se relacionar com referências determinadas (padrões), através de uma cadeia ininterrupta de comparações, tendo todas as incertezas determinadas.

Padrão Internacional

Laboratório Primário.....Padrão Primário

Laboratório de Calibração.....Padrão Secundário

Laboratório de Ensaios.....Padrão de Trabalho

8.3. Certificados de Calibração

Segundo a Directiva CNQ 26, os certificados de calibração deverão possuir os seguintes requisitos:

Instrumento de medição: Designação, marca, modelo, n.º série;

Características do instrumento de medição: Classe, alcance, divisão;

Operação: tipo, data, método, condições de referência, certeza global, rastreabilidade;

Resultado: valores nominais, erros;

Cliente: nome, endereço, logotipo;

Local, data de emissão, n.º certificado, n.º páginas;

Responsáveis: operação, laboratório.

Etiqueta: n.º certificado, n.º série do instrumento de medição, data e logotipo.



8.4. – Calibração e confirmação metrológica

Calibração é sempre um meio de confirmar e garantir a sua aptidão para realizar medições, com qualidade, tendo como resultado a obtenção do erro e a incerteza associada ao processo de calibração.

Porque se calibra?

- 1 – Para garantir que o equipamento tem erros/comportamentos adequado ao uso;
- 2 – Para garantir a rastreabilidade das medições.

O laboratório deve estabelecer os seus critérios de aceitação em face aos usos a que se destinam e dos resultados das calibrações efectuadas.

Assim sendo, devem-se estabelecer os critérios como os erros máximos aceitáveis (E.M.A), com base em.

- a) Especificações de fabricante;
- b) Recomendações legais;
- c) Requisitos dos métodos de ensaio.

Tipos de calibração

Interna – sendo efectuado dentro do próprio laboratório, mas nunca colocando os resultados de qualidade técnica inadequada ou duvidosa.

Externa – sendo efectuado somente em entidades competentes (em laboratórios de calibração acreditados).



8.5. Considerações para alguns equipamentos



Balanças

Este equipamento além de ser calibrado por entidades competentes, devem também ser sujeito a confirmações metroológicas, usando pesos com periodicidade diária ou semanal;

Uso de intervalo inicial (anual) e ajustamento consoante o uso e o historial.

Material de Vidro

Este material também deverá possuir identificação, de modo que todo o material para uso volumétrico, relevante para o processo analítico, seja calibrado inicialmente (material tipo H, com certificado de lote.)

Periodicamente, deverá ser efectuada inspecção visual para avaliar o grau de deterioração ou ataque.

Condições de lavagem e secagem: deverá ser a temperaturas inferiores a 60°C de modo a não afectar a calibração.

As buretas e tituladores automáticos deverão ser calibrados anualmente e posteriormente reajusta-se o respectivo intervalo.

Termómetros e controladores de temperatura:

Em termómetros de vidro de dilatação de líquido o termómetro deve ser calibrado na situação usada no ensaio, ou seja, imersão parcial ou total; já no caso dos termómetros de resistência e termopares, devem ser calibrados simultaneamente o conjunto transdutor (sonda e extensões) e indicador de temperatura.

Deve-se ter sempre em consideração que existem determinados erros de indicação nos pontos da escala usados e que é necessário que seja controlada a estabilidade e homogeneidade dos meios termorreguladores usados na calibração.

Equipamentos térmicos

Neste tipo de equipamentos, devem-se verificar alguns parâmetros da especificação técnica do equipamento como sejam: estabilidade térmica, homogeneidade da temperatura no interior do equipamento. Normalmente, são realizados alguns estudos, mas não se podem ser considerados propriamente uma calibração.



8.6. Calibração analítica e instrumental

Devemos ter em consideração que existem equipamentos onde a calibração existente é calibração analítica, e esta é a calibração efectuada por comparação entre as medições de padrões e de amostras, geralmente por intermédio de uma curva de calibração.

Como, por exemplo: potenciômetro, condutivímetro, densímetro automático, etc. Este tipo de calibração, deve anteceder a análise da amostra, de modo a validar a inoperacionalidade do equipamento.



Validação da calibração analítica deverá ser efectuada com um padrão de calibração (centróide) e de um padrão controlo em cada série de amostras, deverá ser estabelecido um critério de aceitação/rejeição para os resultados obtidos com estes padrões.

8.7 Prazos de Calibração

Os prazos de calibração são sempre definidos pelo laboratório, consoante o instrumento, considerando os seguintes parâmetros:

- a) Características e qualidade metrológicas;
- b) Tipo e frequência de uso;
- c) Idade e historial;
- d) Exigências regulamentares

Existem algumas recomendações para intervalos iniciais (CNQ 4), mas também existem recomendações para reajustamento desses mesmos intervalos, segundo a CNQ 19

8.8.Registos

Todas as actividades deverão ser documentadas por procedimentos com as respectivas tarefas, critérios e tendo sempre o cuidado de ser de fácil leitura, uma vez que devem ser aplicados pelos operadores sempre que executam a operação a que dizem respeito.



CFPSA



SEDE

Avenida 25 de Abril, nº 22 1679-015 PONTINHA
Tel. 214 789 500 Fax. 214 796 120

APARTADO 308 1679-901 PONTINHA

CFPSA

Email: cfpsa@cfpsa.pt

www.cfpsa.pt

Delegação Norte

Pt. General Humberto Delgado, 325 - 2º
4000-288 Porto
Tel. 222 007 353
Fax. 222 008 748

Delegação Centro

Zona Industrial de Pedruha
3000-317 Coimbra
Tel. 239 439 709
Fax. 239 822 191

Delegação Algarve

Zona Industrial de Loulé
Lote 41- R/C DTº
8100-272 Loulé
Tel. 289 400 180
Fax. 289 400 189



ESTABELECEM-SE OS ENLACES

