



Auditorias Técnicas na Análise Alimentar

Mariana Isabel Pinheiro Pacheco e Silva

Mestrado em Tecnologia e Ciência Alimentar

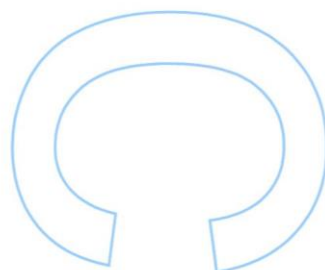
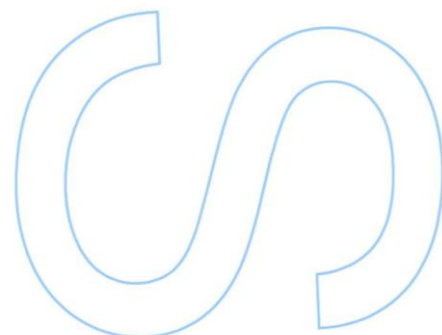
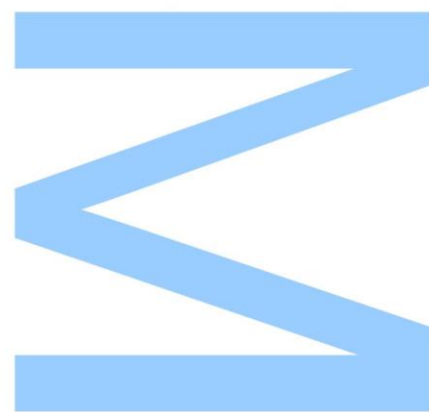
Departamento de Química e Bioquímica e Departamento de Engenharia Biológica
2018

Orientador

Nuno Filipe da Cruz Baptista Mateus, Professor Associado,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

Coorientador

André Ferreira Pinto de Oliveira, Engenheiro Alimentar, *Silliker* Portugal, SA





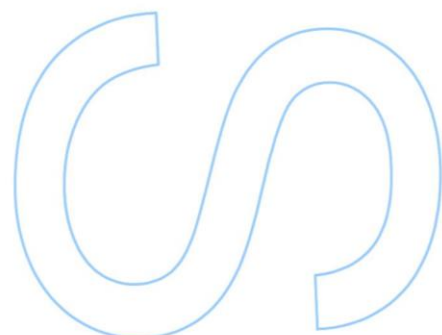
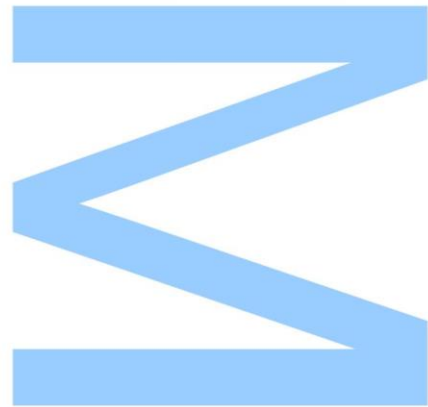
Universidade do Minho
Escola de Engenharia



Todas as correções determinadas
pelo júri, e só essas, foram efetuadas.

O Presidente do Júri,

Porto, ____/____/____



Agradecimentos

A todos os que estiveram presentes nesta etapa e que de algum modo contribuíram para o meu desenvolvimento pessoal, académico e profissional, presto o meu profundo agradecimento.

A toda a equipa *Silliker*, pela amabilidade com que me receberam e pelos conhecimentos que me transmitiram durante os 9 meses de estágio, fundamentais para o desenvolvimento e conclusão do mesmo e para a elaboração da tese apresentada. Um obrigada especial ao Eng.º André Oliveira e à Liliana Silva, pela orientação, disponibilidade e generosidade transmitidas no decorrer das atividades de estágio.

Ao Prof. Dr. Nuno Mateus, por ter aceite a orientação desta tese, tendo-se mostrado acessível e prestável sempre que necessário durante todo este período.

Aos meus colegas de estágio e amigos, Ana Margarida, Diana e Fábio, com os quais convivi diariamente neste trajeto e que tornaram a experiência ainda mais agradável, pela boa disposição, convívio, interajuda e amizade partilhados.

Aos meus amigos que durante o meu percurso académico foram um suporte e uma fonte de força e partilha para o alcance dos meus objetivos. Um agradecimento especial à Catarina, Cláudia, Jessica e Sara, por toda a motivação, apoio e amizade.

Ao Diogo, por todo o carinho, conforto e apoio que me deu durante esta etapa, tendo sempre um conselho para me dar nos momentos mais exigentes.

Aos meus pais, que me possibilitaram a oportunidade de frequentar um mestrado e prosseguir com os estudos. Agradeço-lhes todo o acompanhamento, apoio e preocupação demonstrados até aos dias de hoje, pois sem a sua ajuda não estaria onde hoje cheguei.

Por fim, à FCUP, que durante os passados 6 anos se tornou na minha segunda casa, onde fui tão feliz e ganhei as bases necessárias para o alcance de futuros sucessos profissionais.

Resumo

O presente estágio curricular foi realizado na *Silliker Portugal, SA*, pertencente ao grupo *Mérieux NutriSciences*, e teve uma duração de nove meses, tendo o seu começo ocorrido a outubro de 2017 e o seu término a junho de 2018. O seu principal objetivo residiu no acompanhamento e realização de auditorias técnicas a métodos de ensaio físico-químicos praticados no laboratório de química clássica da empresa e acreditados pela NP EN ISO/IEC 17025. O presente trabalho começa por introduzir uma pequena abordagem ao local de acolhimento e um enquadramento do estágio efetuado, sendo posteriormente apresentada uma exposição teórica sobre as seguintes temáticas: Qualidade, acreditação, a norma NP EN ISO/IEC 17025 e auditorias.

A *Silliker Portugal, SA* é uma empresa independente que atua na prestação de serviços no setor agroalimentar. Sendo a segurança alimentar uma das principais preocupações da sociedade na atualidade, a *Silliker Portugal, SA* exerce um importante papel na proteção da saúde dos consumidores e qualidade e segurança alimentar através do vasto número de análises físico-químicas e microbiológicas a géneros alimentícios que oferece. A acreditação dos seus laboratórios e de métodos de ensaio por si executados segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 garante o reconhecimento da sua competência técnica e exige um controlo de qualidade rigoroso às análises por si efetuadas, assegurando um nível de qualidade exímio na execução das suas atividades técnicas e transmitindo confiança nos resultados por si produzidos.

Um dos requisitos de gestão da norma NP EN ISO/IEC 17025 é a necessidade de realização auditorias internas periódicas, que visam verificar se as atividades laboratoriais continuam a ser executadas em conformidade com o sistema de gestão (SG) implementado e com a referida norma. No âmbito deste tipo de auditorias existem as auditorias técnicas, que são auditorias de primeira parte realizadas a todo o processo que engloba a execução de um método de ensaio.

Ao longo deste estágio foram efetuadas auditorias técnicas a oito métodos de ensaio físico-químicos executados no laboratório de química clássica, sendo estes:

- ✓ ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method), ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method) e ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method);

- ✓ NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total;
- ✓ NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda;
- ✓ ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method);
- ✓ PAFQ.372.2:2018 Latícínios. Determinação do teor de cálcio;
- ✓ ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.

No final de cada auditoria é exigida a elaboração de um relatório que englobe todas as constatações observadas no processo da auditoria e evidências encontradas, permitindo um posterior planeamento de ações corretivas a executar e análise de causas das não conformidades encontradas.

Palavras-chave: Setor agroalimentar; Qualidade; Acreditação; NP EN ISO/IEC 17025; Auditorias técnicas.

Abstract

The present curricular internship took place in *Silliker Portugal, SA*, which belongs to the *Mérieux NutriSciences*' group, and it lasted for nine months, beginning in October 2017 and ending in June 2018. Its main goal resided in the monitoring and conduction of technical audits to physical-chemical test methods executed in the company's wet chemistry laboratory, which is accredited by NP EN ISO/IEC 17025. The present paper starts by introducing a short approach to the host location and an overall summary of the accomplished internship, having posteriorly been presented a theoretical exposition about the following topics: Quality, accreditation, the NP EN ISO/IEC 17025 standard and audits.

Silliker Portugal, SA is an independent company that performs in the provision of services in the food industry. Being food safety one of the main worries of society nowadays, *Silliker Portugal, SA* exerts an important role in the protection of consumers' health and in food quality and safety through the vast number of physical-chemical and microbiological analysis to food kinds that it offers. The accreditation of its laboratories and of the test methods executed by them according the NP EN ISO/IEC 17025 standard guarantees the recognition of its technical competence and it requires a strict quality control to the analysis that they execute, ensuring an excelling quality level in the performance of its technical activities and transmitting reliability in the results produced.

One of the management requirements of the NP EN ISO/IEC 17025 standard is the need of conducting periodic internal audits that aim to verify if laboratory activities still continue to be executed in conformity to the implemented management system and to the referred standard. In scope of this kind of audits, it exists the denominated technical audits, which are first-party audits conducted to all of the process that includes the execution of a test method.

Throughout this internship, there were carried out eight technical audits to physical-chemical test methods executed in the wet chemistry laboratory, which were:

- ✓ ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method), ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method) and ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method);

- ✓ NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total;
- ✓ NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda;
- ✓ ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method);
- ✓ PAFQ.372.2:2018 Latícios. Determinação do teor de cálcio;
- ✓ ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.

At the end of each audit, it's required to elaborate a final report that includes all the findings observed in the audit process and found evidences, allowing a posterior planning of corrective actions to conduct and a root cause analysis of the non-conformities found.

Keywords: Food industry; Quality; Accreditation; NP EN ISO/IEC 17025; Technical audits.

Índice

Agradecimentos.....	V
Resumo.....	VII
Abstract.....	IX
Índice de Figuras	XV
Índice de Tabelas	XVII
Lista de Símbolos, Unidades e Abreviaturas.....	XIX
1. Introdução.....	1
1.1. Contextualização do Estágio.....	1
1.2. Instituição de Acolhimento	2
1.2.1. O Projeto <i>Mérieux NutriSciences</i>	3
1.2.1.1. O Património <i>Mérieux</i>	3
1.2.1.2. Fundação do Projeto	5
1.2.1.3. Perfil.....	6
1.2.1.4. Valores e Compromissos	6
1.2.2. Acreditação e Reconhecimentos.....	6
2. A Qualidade	9
2.1. Evolução do Conceito “Qualidade”	9
2.2. Implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade	11
3. Acreditação em Laboratórios	13
3.1. Calibração de Equipamentos de Medição Física.....	15
3.2. Calibração Analítica	17
3.2.1. Limites de Detecção e Quantificação.....	18
3.3. Controlo da Qualidade em Análises Químicas	20
3.3.1. Controlo da Qualidade Externo	20
3.3.1.1. Materiais de Referência Certificados.....	20
3.3.1.2. Ensaio Interlaboratoriais	23
3.3.2. Controlo da Qualidade Interno	25
3.3.2.1. Duplicados	26
3.3.2.2. Amostras Cegas.....	27
3.3.2.3. Controlo de Brancos.....	27
3.3.2.4. Fortificação de Amostras/Brancos.....	27
3.3.2.5. Materiais de Referência Internos.....	28
3.3.2.5.1. DPCS	29

3.3.2.6. Cartas de Controlo	29
3.3.2.6.1. Cartas de Controlo de Médias ou de Indivíduos	30
3.3.2.6.2. Cartas de Controlo Baseadas em Valores Fixos	31
3.3.2.6.3. Zeta-Safe	32
3.4. Resultados de Análises Químicas.....	32
3.4.1. Apresentação Técnica de Resultados.....	33
4. NP EN ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e Calibração.....	35
4.1. Normalização	36
4.1.1. Organizações Internacionais	36
4.1.2. Organizações Nacionais	37
4.2. Requisitos de Gestão	38
4.2.1. Organização.....	38
4.2.2. Sistema de Gestão.....	38
4.2.3. Controlo dos Documentos	42
4.2.4. Análise de Consultas, Propostas e Contratos	42
4.2.5. Subcontratação de Ensaaios e Calibrações	43
4.2.6. Aquisição de Produtos e Serviços.....	43
4.2.7. Serviço ao Cliente	43
4.2.8. Reclamações	44
4.2.9. Controlo de Trabalho de Ensaio e/ou de Calibração Não Conforme	44
4.2.10. Melhoria	45
4.2.11. Ações Corretivas.....	45
4.2.12. Ações Preventivas	45
4.2.13. Controlo de Registos.....	46
4.2.14. Auditorias Internas	46
4.2.15. Revisões pela Gestão	47
4.3. Requisitos Técnicos	48
4.3.1. Generalidades.....	48
4.3.2. Pessoal	48
4.3.3. Instalações e Condições Ambientais.....	49
4.3.4. Métodos de Ensaio e Calibração e Validação dos Métodos	49
4.3.5. Equipamento	50
4.3.6. Rastreabilidade das Medições	51
4.3.7. Amostragem.....	52
4.3.8. Manuseamento dos Itens a Ensaiar ou Calibrar	52
4.3.9. Garantir a Qualidade dos Resultados de Ensaio e Calibração	53

4.3.10. Apresentação dos Resultados.....	53
5. Auditorias.....	55
5.1. Auditorias Internas.....	56
5.2. Auditorias Realizadas no Laboratório de Química Clássica	66
5.2.1. Método ISO 3727 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat.....	67
5.2.1.1. Método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method).....	67
5.2.1.2. Método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content.....	68
5.2.1.3. Método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method).....	71
5.2.2. Método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total.....	71
5.2.3. Método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.....	74
5.2.4. Método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).....	75
5.2.5. Método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio	80
5.2.6. Método ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.....	83
6. Conclusões	91
7. Referências.....	95
8. Anexos.....	103
Anexo 1: Método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method).....	103
Anexo 2: Método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content.....	115
Anexo 3: Método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method).....	129
Anexo 4: Método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total.....	136
Anexo 5: Método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda	148
Anexo 6: Método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)	158
Anexo 7: Método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio.....	171

Anexo 8: Método ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.....	186
---	-----

Índice de Figuras

Figura 1: Silliker Portugal, SA	3
Figura 2: Marcel Mérieux. ¹²	4
Figura 3: O património atual <i>do Institut Mérieux</i> . ¹³	5
Figura 4: Estrutura de uma carta de controlo de médias ou de indivíduos. ⁵²	30
Figura 5: Estrutura de uma carta de controlo de valores fixos. ⁵²	31
Figura 6: Organigrama representativo da estrutura referente a autoridades e responsabilidades da Silliker Portugal, S.A. ¹¹	41
Figura 7: Evidência da desatualização dos registos relativos à hotte 44B no impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL.	77
Figura 8: Evidência da ausência de indicação em "Equipamentos", no impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos onde os dados relativos à amostra auditada verticalmente foram registados, de qual a balança analítica utilizada nas pesagens da amostra no ensaio da mesma.	79
Figura 9: Evidência no impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL da obtenção de resultados não aceitáveis na avaliação da hotte 44A.	82
Figura 10: Evidência no IQ.82.2 do teste de homogeneidade efetuado à curva de calibração cujo padrão menor corresponde a 10 µg/mL de P ₂ O ₅ e padrão maior corresponde a 70 µg/mL de P ₂ O ₅	85
Figura 11: Evidência no IQ.82.2 do teste de homogeneidade efetuado à curva de calibração cujo padrão menor corresponde a 10 µg/mL de P ₂ O ₅ e padrão maior corresponde a 80 µg/mL de P ₂ O ₅	86
Figura 12: Evidência na lista de trabalho nº 2018/018459 da ausência de datação em ambas as emendas manuscritas efetuadas e da ausência de assinatura da analista numa delas.	88

Índice de Tabelas

Tabela 1: Critério de aceitação do "Z-score". ⁵²	22
Tabela 2: Tipos de ECI e respetivas áreas de atuação. ⁵⁷	23
Tabela 3: Suporte documental da Silliker Portugal, SA, e respetivas funções. ¹¹	39
Tabela 4: Relatório de auditoria técnica utilizado na Silliker Portugal, S.A..	59
Tabela 5: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-1:2001.	67
Tabela 6: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-2:2001.	69
Tabela 7: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método NP 1974:2009.	72
Tabela 8: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método NP-475:1983.	74
Tabela 9: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 2450:2008.	76
Tabela 10: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método PAFQ.372.2:2018.	81
Tabela 11: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 13730:1996.	84
Tabela 12: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method).	103
Tabela 13: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content.	115
Tabela 14: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method).	129
Tabela 15: Relatório de auditoria ao método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total.	136
Tabela 16: Relatório de auditoria ao método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	148
Tabela 17: Relatório de auditoria ao método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).	158
Tabela 18: Relatório de auditoria ao método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio.	171

Tabela 19: Relatório de auditoria ao método ISO 13730:1996 Meat and meat products.
Determination of total phosphorus content. Spectrometric method. 186

Lista de Símbolos, Unidades e Abreviaturas

°C	Graus Celsius
%RSD	Desvio padrão relativo
µg	Micrograma
CASCO	Comité de Avaliação de Conformidade da ISO
CCMC	Centro de Gestão CEN-CENELEC
CEN	Comité Europeu de Normalização
CENELEC	Comité Europeu de Normalização Eletrotécnica
DGERT	Direção-Geral do Emprego e das Relações de Trabalho
DPCS	Amostras de controlo diário dos processos
ECI	Ensaio interlaboratorial
EFTA	Associação Europeia de Livre Comércio
EGI	Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Lda.
EMA	Erro máximo admissível
EN	Norma Europeia
En	Erro normalizado
Er	Erro relativo
ETSI	Instituto Europeu de Normalização das Telecomunicações
EU	União Europeia
FAO	<i>Food and Agriculture Organization of the United Nations</i>
FSC	<i>Food Science Center</i>
g	Grama
I.P.	Instituto Português
IEC	Comissão Eletrotécnica Internacional
IFFA	<i>Institut Français de Fièvre Aphteuse</i>
INRB	Instituto Nacional dos Recursos Biológicos, I.P.
IPAC	Instituto Português de Acreditação, I.P.
IPMA	Instituto Português do Mar e da Atmosfera
IPQ	Instituto Português da Qualidade
ISO	Organização Internacional de Normalização
IQ	Impresso da Qualidade
L	Litro
LD	Limite de deteção
Lda	Limitada

LQ	Limite de Quantificação
mL	Mililitro
MR	Material de referência
MRC	Material de referência certificado
MRI	Material de referência interno
MQ	Manual da Qualidade
N	Número de amostras analisadas ou normalidade
NC	Não conformidade
nm	Nanómetro
NP	Norma Portuguesa
OEN	Organismos Europeus de Normalização
OIML	<i>International Organization for Legal Metrology</i>
ONN	Organismo Nacional de Normalização
PAFQ	Procedimentos Relativos aos Ensaios Laboratoriais de Análises Físico-Químicas
PAM	Procedimentos Relativos aos Ensaios Laboratoriais de Análises Microbiológicas
PCE	Procedimentos Relativos à Calibração de Equipamentos
PCQ	Procedimentos de Controlo de Qualidade
PEQ	Procedimentos Relativos à Utilização de Equipamentos
PGL	Procedimentos Gerais do Laboratório
PGQ	Procedimentos de Gestão de Qualidade
PME	Procedimentos Relativos à Manutenção de Equipamentos
Q	Química
S	Unidade de desvio
s₀	Desvio padrão do branco
SA	Sociedade Anónima
SG	Sistema de gestão
SGQ	Sistema de gestão da Qualidade
SI	Sistema Internacional
SPQ	Sistema Português da Qualidade
S_{xlab}	Desvio padrão associado a X _{lab}
t	Teste t
TQC	Controlo Total da Qualidade
TQM	Gestão da Qualidade Total
U_{lab}	Incerteza determinado para o valor experimental obtido para o MRC
U_{ref}	Incerteza determinada para o valor verdadeiro
UV-vis	Ultravioleta/Visível

VMA Valores máximos aceitáveis

x_0 Valor do branco

X_{lab} Valor obtido experimentalmente na análise do MRC ou a média aritmética dos valores obtidos experimentalmente na análise do MRC

X_v valor do certificado do MRC

1. Introdução

1.1. Contextualização do Estágio

De acordo com a FAO (*Food and Agriculture Organization of the United Nations*), a segurança alimentar entende-se como “uma situação que existe quando todas as pessoas, em qualquer momento, têm acesso físico, social e económico a alimentos suficientes, seguros e nutricionalmente adequados, que permitam satisfazer as suas necessidades nutricionais e as preferências alimentares para uma vida ativa e saudável”.¹ Atualmente, a segurança dos produtos alimentícios é um dos fatores mais preocupantes a nível mundial, assim como essencial na proteção dos consumidores, visto que estes podem contrair doenças na sequência da ingestão de produtos contaminados química, física ou microbiologicamente na sua produção, preparação, armazenamento, exposição e/ou venda.² De modo a evitar que tal aconteça, devem ser implementadas medidas de precaução, que podem incluir uma boa higienização do local e equipamentos de manuseamento ou a implementação de controlo de pesticidas eficazes.³

Como tal, existem variadas análises laboratoriais que poderão ser feitas a alimentos. Os serviços analíticos requisitados a géneros alimentícios no âmbito da verificação da segurança e qualidade alimentares são uma via para a realização de uma análise de risco necessária a este setor e do cumprimento da responsabilidade social para com a saúde pública, sendo essencialmente esse o principal foco da empresa *Silliker Portugal, SA*.^{2,4,5,6}

De modo a garantir a qualidade dos produtos e a nutrir a confiança dos consumidores, os laboratórios que efetuem análises a este tipo de produtos deverão ser acreditados. A acreditação transmitirá aos consumidores que o governo e as entidades reguladoras têm confiança nos métodos e resultados advindos de um dado laboratório, significando isso que esse local opera de acordo com os padrões globais estabelecidos para este fim e que é capaz de produzir resultados corretos, rastreáveis e reprodutíveis.⁷ Os laboratórios da *Silliker Portugal, SA* são acreditados pelo IPAC (Instituto Português de Acreditação, I.P.) e segundo a NP EN ISO/IEC 17025.⁸ Parte da garantia da qualidade de um laboratório passa ainda pela avaliação periódica do mesmo, através da realização de auditorias que permitem a identificação de possíveis problemas e a

implementação de medidas corretivas, constituindo uma ferramenta vital na melhoria do sistema de gestão (SG) e da segurança alimentar de um laboratório.⁹

Deste modo, o presente estágio curricular tem como objetivo o acompanhamento de métodos de ensaio físico-químicos acreditados pela NP EN ISO/IEC 17025, implementados no laboratório de Química da *Silliker* Portugal, SA, para posterior realização de auditorias técnicas aos mesmos. Na execução destas atividades, pretende-se desenvolver competências no âmbito da Gestão da Qualidade.

1.2. Instituição de Acolhimento

A *Silliker* Portugal, SA é uma empresa independente fundada em Vila Nova de Gaia, em julho de 1992, sob a designação de EGI (Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Lda) (figura 1). Integra-se no mercado agroalimentar na prestação de serviços às necessidades demonstradas por variados ramos deste setor industrial. Nesta época, a EGI facilmente assume a liderança nacional neste setor, devido à falta de oferta de serviços de análises e assessoria em Portugal, dado o progressivo aumento da relevância de temas como a prevenção da qualidade e segurança alimentar.

Obteve a acreditação do seu laboratório um ano após a sua fundação, em 1993, passando, assim, a integrar ao Sistema Português da Qualidade (SPQ).

A avaliação organolética na caracterização de produtos de consumo tornou-se num parâmetro a que a empresa decidiu dar relevância a partir do ano 2000, surgindo, deste modo, o laboratório de Análise Sensorial.

Em 2005 as suas instalações foram renovadas, pois as antigas instalações já não eram suficientes para acompanhar o forte crescimento da empresa. As novas instalações tiveram como suporte um desenvolvimento futuro, possibilitando nas mesmas a inserção de todos os laboratórios e serviços da empresa.

É então em 2008 que a empresa se passa a denominar de *Silliker* Portugal, SA, aquando da aquisição de 86% do capital da empresa pela multinacional norte-americana *Silliker*, uma das maiores influências a nível mundial na área de prestação de serviços no setor da qualidade e segurança alimentar, tendo em 2011 adquirido mais 10% deste capital.¹⁰

Em 2009 surge o primeiro serviço na área de Inovação & Tecnologia, com a oferta de Estudos de Vida Útil, de modo a auxiliar o cliente a validar um determinado prazo de validade estabelecido para os produtos por si comercializados.

Na área ambiental, em novembro de 2010, foi obtida a acreditação para os oito primeiros ensaios de águas de consumo humano, tendo em janeiro de 2012 obtido acreditação para mais dois ensaios neste âmbito e na colheita de amostras para a realização destes ensaios. Ainda neste ano, foi igualmente obtida a acreditação no âmbito das análises veterinárias, mais concretamente na pesquisa de *Salmonella* em amostras de matéria fecal e ambientais provenientes de produção primária.

Em 2014, surgem os serviços de análises de biocidas, produtos cosméticos e farmacêuticos. A expansão do Grupo para segmentos técnicos além do alimentar, levou a que, em 2016, a empresa passasse a ser representada globalmente pela marca *Mérieux NutriSciences*.¹¹



Figura 1: Silliker Portugal, SA

1.2.1. O Projeto *Mérieux NutriSciences*

1.2.1.1. O Património *Mérieux*

A família Mérieux iniciou a sua missão no ramo da Biologia com a criação do instituto *Mérieux*, em 1897, por Marcel Mérieux (figura 2), um estudante de Louis Pasteur e Émile Roux. A sua direção esteve inicialmente a cargo do Dr. Charles Mérieux (filho de Marcel Mérieux), tendo mais tarde sido atribuída a Alain Mérieux (neto de Marcel Mérieux), que levaram o instituto a assumir a liderança a nível mundial na área das vacinas humanas

e veterinárias. Este sucesso levou à fundação de várias outras empresas, todas sob a posse da família Mérieux, até 1994, quando a família retirou o seu contributo no trabalho na área das vacinas. Estas empresas mantêm até hoje um papel relevante na área da saúde pública: Pasteur Mérieux Connaught, que mais tarde se tornou Aventis Pasteur e, posteriormente, Sanofi Pasteur, na área da medicina humana, e IFFA (*Institut Français de Fièvre Aphteuse*), que mais tarde se tornou Rhône Mérieux e, posteriormente, Merial, na área da medicina veterinária.



Figura 2: Marcel Mérieux.¹²

Paralelamente ao contributo no ramo das vacinas, Alain Mérieux fundou a *bioMérieux*, em 1963, uma empresa focada no ramo dos diagnósticos *in vitro*.

O património da família expandiu-se ainda mais com a compra da empresa *Transgene*, no ramo da imunoterapia, da empresa norte-americana *Silliker*, no ramo da segurança alimentar, e da empresa norte-americana *ABL*, no ramo da investigação em virologia. De forma a unir todos estes serviços, foi criada a *Mérieux Alliance*. No entanto, em 2009 o seu nome voltou a ser alterado para *Institut Mérieux*, de modo a melhor representar os seus valores quanto ao ramo da Biologia, bem como a sua aceitação de novos desafios na área da Saúde Pública global. Após esta mudança, foi ainda fundada a *Mérieux Development*, uma empresa de investimentos no ramo da saúde (figura 3).^{12,13}

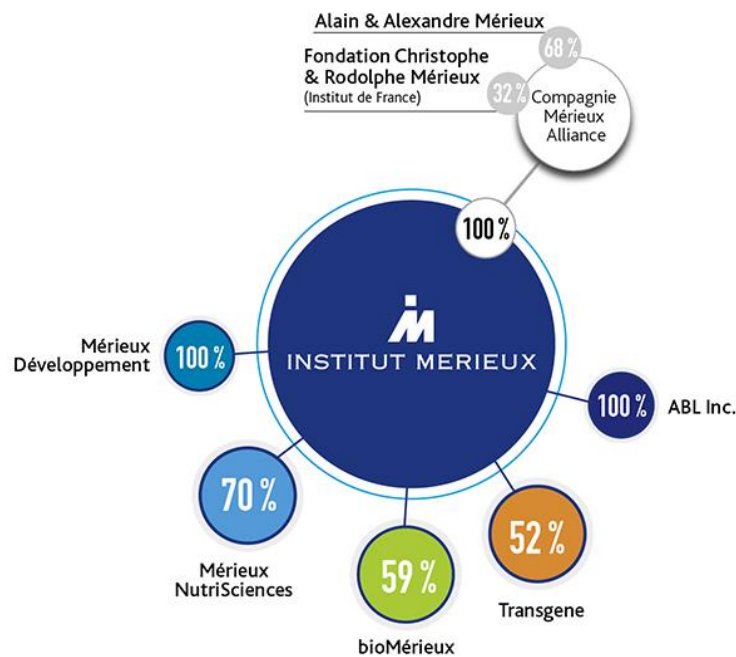


Figura 3: O património atual do Institut Mérieux.¹³

1.2.1.2. Fundação do Projeto

Foi em 1990 que património da família Mérieux se expandiu nas áreas da nutrição e segurança alimentar, com a aquisição da *Silliker*. Esta empresa pioneira norte-americana tem como principal função a prestação de serviços no ramo da análise alimentar, tendo sido a sua compra a base para, em 2010, o instituto *Mérieux* assumir um maior compromisso na área da Saúde e Nutrição, fundando a *Mérieux NutriSciences*. Este projeto tem como finalidade a proteção da saúde dos consumidores de riscos associados ao consumo de alimentos e água, bem como aos da exposição ao meio ambiente. Disponibiliza maioritariamente serviços analíticos e de consultadoria para as indústrias alimentar e de nutrição, mas não se restringe apenas a estes setores, oferecendo também serviços a empresas que se enquadram nas áreas da água e ambiente, agroquímicos, bens de consumo, farmacêutica e cosméticos.^{10,12}

A *Silliker* foi o suporte da fundação deste projeto, tendo sido criada em 1967, nos Estados Unidos da América, pelo Dr. John H. Silliker. Este senhor trata-se de um microbiologista reconhecido pelo seu trabalho em *Salmonella*, que decidiu criar a sua própria empresa, com uma equipa de apenas quatro elementos. A empresa tem vindo a desenvolver-se rapidamente nos últimos anos, estando atualmente sediada em Chicago, Illinois.¹⁰

1.2.1.3. Perfil

A *Mérieux NutriSciences* representa um conjunto de empresas de prestação de serviços com mais de 50 anos de experiência, cuja 70% da posse pertence ao *Institut Mérieux*. Encontra-se presente em 21 países, tendo aproximadamente 100 laboratórios acreditados espalhados por todo o mundo. Ao seu serviço estão mais de 6500 funcionários empenhados em satisfazer as necessidades dos seus clientes.¹⁴

Trata-se de uma organização que pretende intervir na melhoria da segurança e qualidade alimentares através do seu vasto leque de serviços disponíveis. Estes serviços consistem em variadas análises físico-químicas e microbiológicas, tais como a deteção de microrganismos patogénicos e as suas micotoxinas ou realização de análises nutricionais, bem como o desenvolvimento e implementação de Planos de Segurança Alimentar em empresas, segundo a legislação aplicável. Para além disto, a *Mérieux NutriSciences* efetua ainda serviços de auditoria, consultadoria e formação, que podem ser adaptados às necessidades de cada cliente.^{4,15}

1.2.1.4. Valores e Compromissos

Todos os colaboradores das empresas associadas à *Mérieux NutriSciences* têm a responsabilidade ética e o compromisso de respeitar quatro valores fundamentais:

- Excelência – Assumindo a liderança na área científica e promovendo uma cultura orientada para o desempenho;
- Integridade – Mantendo um comportamento ético, honesto e de confiança;
- Iniciativa – Mantendo um comportamento flexível, inovador e acessível, criando proximidade e desenvolvendo uma abordagem pró-ativa;
- Responsabilidade – Demonstrando compromisso, confiança e domínio em todas as suas atividades.¹⁶

1.2.2. Acreditação e Reconhecimentos

Os laboratórios espalhados por todo o mundo associados à *Mérieux NutriSciences* possuem uma acreditação de acordo com o referencial ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, uma norma

internacional que permite a homogeneidade dos serviços oferecidos por esta organização em todo o mundo. Esta acreditação é efetuada por um organismo independente que, no caso da *Silliker Portugal, SA*, se trata do IPAC, o organismo nacional de acreditação. A acreditação pelo IPAC garante uma avaliação objetiva e o reconhecimento da competência técnica dos laboratórios e o funcionamento de um SG, garantindo, assim, a “precisão, exatidão e repetibilidade” dos resultados analíticos.^{8,17,18}

A *Silliker Portugal, SA* possui também o reconhecimento por parte do IPMA – Instituto Português do Mar e da Atmosfera (anteriormente designado por INRB – Instituto Nacional dos Recursos Biológicos, I.P.), desde 2008, para a realização de análises microbiológicas em moluscos bivalves vivos.¹⁹

A *Silliker Portugal, SA* foi ainda certificada pelo DGERT – Direção-Geral do Emprego e das Relações de Trabalho, em 2015, como entidade formadora na área de indústrias alimentares.²⁰

2. A Qualidade

A qualidade de produtos e serviços disponibilizados por uma organização é definida pela capacidade de satisfazer os seus clientes e pelo impacto sob outras partes interessadas que sejam relevantes, tendo em conta não só funções e desempenhos desejados na oferta da empresa, como também o valor percebido pelo cliente e de que forma este pode beneficiar com essa oferta. Entende-se, assim, por qualidade o “grau de satisfação de requisitos dado por um conjunto de características intrínsecas de um objeto”.²¹ Deste modo, empreende-se que para que um produto ou serviço tenha qualidade, é essencial saber a quem se destina e qual a sua expectativa em relação ao mesmo, não devendo, ainda, desprezar o custo que o cliente estará disposto a pagar. Deve-se, assim, procurar atingir uma solução que corresponda a um maior valor para o consumidor ao menor custo possível para o mesmo.^{22,23} Para atender às necessidades do cliente, a organização recorre a inúmeros recursos, tais como mão-de-obra, matéria-prima, equipamentos, etc, sendo estes recursos transformados em produtos ou serviços solicitados pelo cliente através de processos específicos. O nível de qualidade desses produtos ou serviços é, então, determinado pela gestão e controlo desses processos.²²

2.1. Evolução do Conceito “Qualidade”

A preocupação com a qualidade de produtos e serviços não é algo recente.²⁴ O homem sempre tentou obter aquilo que se adequasse mais às suas necessidades e a relação cliente-fornecedor desde sempre se manifestou tanto nas suas relações como na sociedade em geral.²⁵ O acesso às informações, a chegada da Internet e a velocidade do conhecimento conduziram a transformações no setor empresarial e nas atividades humanas que levaram a uma modernização dos sistemas de produção, ao aparecimento de novos mercados, ao aumento de informações e a mudanças nos hábitos de consumo por parte dos consumidores, que se tornaram cada vez mais exigentes. Inevitável e conseqüentemente, a qualidade tornou-se num setor dinâmico, vítima de mudanças que a fizeram evoluir ao longo do tempo, aparecendo consoante a época e o momento de desenvolvimento organizacional e definindo-se em quatro eras que se distinguem pela forma de obter Qualidade: a Era da Inspeção (até 1900), a Era do Controle Estatístico da Qualidade (1900 – 1930), a Era da Garantia da Qualidade (1930 – 1950) e a Era da Gestão da Qualidade Total (TQM) (desde 1950).^{25,26,27}

Na Era da Inspeção a preocupação residia no estado do produto acabado, tendo sido desenvolvido um sistema baseado em inspeções de produto, que consistia em examinações, medições ou testes de um ou mais atributos do mesmo, assegurando, assim, a sua Qualidade.^{24,25} O principal objetivo era o alcance de uma Qualidade semelhante e uniforme em todos os produtos, controlando e separando os produtos sem defeito dos produtos com defeito, atribuindo-se, desta forma, um maior valor à conformidade.²⁵

Com a chegada da produção em massa, o modelo baseado na inspeção torna-se caro e ineficaz, surgindo, deste modo, a Era do Controle Estatístico. Esta era caracterizou-se, essencialmente, pela introdução de técnicas de amostragem e de outras técnicas estatísticas para o controlo de processos, assim como pela criação do setor de controlo de qualidade.^{24,25} Surge, então, o conceito de gestão corretiva, identificando as causas de variabilidade e tomando ações sobre elas. A identificação de variações permitiu manter os processos sob controlo através da quantificação das mesmas e da estipulação de limites estatísticos.²⁵

Após a Segunda Guerra Mundial ocorreu um desenvolvimento tecnológico e industrial significativo, incorporando no mercado novos materiais e novas fontes de energia, com requisitos tecnológicos muito exigentes. Este fator, associado ao aumento da pressão por indústrias concorrentes, levou a que ocorresse uma revisão profunda dos conceitos de Qualidade adotados até então, bem como transformações administrativas e económicas nas empresas e na sociedade, nascendo, assim, a Era da Garantia da Qualidade, onde se tornou a garantia de Qualidade como parte integrante da gestão das empresas.^{23,25} Nesta era valorizou-se o planeamento prévio para se obter Qualidade, assim como a coordenação das atividades praticadas por diferentes departamentos das empresas, o estabelecimento de padrões da Qualidade e o aprofundamento das técnicas estatísticas, tendo surgido, nesta época, quatro principais movimentos:

- Quantificação dos custos da Qualidade: Os custos da Qualidade foram evidenciados em 1951, por Juran, que pretendeu expor o impacto das ações da Qualidade nos custos das empresas, comprovando que ações da Qualidade direcionadas para a prevenção resultariam numa redução dos custos totais das empresas.²⁵
- Controlo Total da Qualidade (TQC): Introduzido em 1956 por Feigenbaum, baseia-se num controlo do produto desde a elaboração do projeto até à entrega ao consumidor, atuando-se, desta forma, sobre todo o sistema e sobre todas as potenciais causas de não conformidade (insatisfações de um ou mais requisitos).^{21,25}

- Técnicas de Confiabilidade: Foram aprofundados os estudos sobre teorias da probabilidade e estatística, levando a que a aplicação de técnicas baseadas neste tipo de estudos impeça a ocorrência de falhas no produto ao longo do seu uso.
- Programa Zero Defeitos: Surgiu em 1961, tendo como objetivo a correta execução do trabalho à primeira vez que é praticado. Este programa teve principal foco em aspetos motivacionais e de treino para o desenvolvimento da assertividade nos funcionários, estabelecendo, também, objetivos e divulgando os resultados da Qualidade obtidos, transmitindo o devido reconhecimento pelos mesmos.²⁵

Na Era da Gestão da Qualidade Total, que se prolonga até aos dias de hoje, a Qualidade deixou de se basear em aspetos do produto/serviço e de ser da responsabilidade de apenas um departamento, para passar a ser parte integrante das preocupações da empresa, na sua globalidade, devendo estar presente não só no produto, como nas pessoas, nos departamentos, nos sistemas, na venda, no atendimento e na assistência pós-venda.^{24,25} Trata-se, portanto, de uma evolução natural das três Eras que a antecederam, no entanto, mantendo como prioridade os clientes e a sua satisfação, fazendo destes o veículo de preservação e ampliação dos negócios.²⁵ Foi também neste período que começou a ocorrer um maior desenvolvimento das ferramentas da qualidade, que são técnicas estatísticas a que se recorre de modo a definir, mensurar, analisar e propor soluções para problemas que possam ser detetados e que interfiram com o bom funcionamento dos processos de trabalho, auxiliando à busca da excelência. Os principais motores desta Era são o foco no cliente, o trabalho em equipa, com devidas recompensas da organização, as decisões baseadas em factos e dados, a busca constante pela solução de problemas e a diminuição de erros cometidos.²⁴

2.2. Implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade

Segundo a norma ISO 9001:2015, “a adoção de um sistema de gestão da qualidade (SGQ) é uma decisão estratégica de uma organização que pode ajudar a melhorar o seu desempenho global e proporcionar uma base sólida para iniciativas de desenvolvimento sustentável”.²⁸ Os SGQ consistem, portanto, em elementos interrelacionados que permitem a administração da Qualidade numa organização, estabelecendo regras e princípios associados à Qualidade que são aplicados na rotina da empresa. Refere-se, essencialmente, a tudo o que a empresa pratica de modo a gerir

os seus processos ou atividades com um grau máximo de excelência, tendo em vista a melhoria contínua dos sistemas e produtos e/ou serviços.^{29,30} As principais preocupações deverão passar pela realização da visão e missão organizacional, pelo alcance dos objetivos definidos pela empresa e pela conquista das metas estabelecidas, procurando satisfazer ao máximo o interesse dos *stakeholders* (“pessoa ou organização que pode afetar, ser afetada por, ou considerar-se como sendo afetada por uma decisão ou atividade”).^{21,29}

São um dos principais meios de avaliação da atuação de uma empresa face ao mercado, bem como de estruturação das suas funções de gestão, passando por efetuar uma identificação inicial das necessidades do mercado até à satisfação final dos requisitos da norma aplicada. A conformidade de um SGQ com os requisitos de uma norma internacional confere resultados positivos internos à empresa, garantindo a qualidade dos produtos e/ou serviços oferecidos pela mesma e favorecendo uma relação de maior confiança entre cliente e fornecedor.²⁴

A implementação de um SGQ resulta em diversos benefícios para a entidade que o implementa, entre os quais:

- Satisfação do cliente: Através da melhoria do desempenho do produto e/ou serviço;
- Imagem da organização: O cliente retém uma melhor imagem daquilo que percebe da empresa;
- Redução de custos: Através do aumento da produtividade e eficiência, criando uma metodologia de planeamento, execução e controlo constantes;
- Motivação dos colaboradores: A comunicação, moral e satisfação são melhoradas no trabalho, que se torna, conseqüentemente, mais motivante.²⁹

Uma empresa pode recorrer à implementação de um SGQ somente para otimizar os seus processos e melhorar a qualidade dos seus produtos e/ou serviços. Contudo, para que os resultados gerados sejam reconhecidos formalmente, a empresa deverá obter um certificado de qualidade através de uma auditoria de terceira parte efetuada por um organismo certificador ou de acreditação.²²

3. Acreditação em Laboratórios

Para que seja reconhecida a competência de um laboratório no que diz respeito às suas atividades, é necessário obter a acreditação dos seus ensaios.³¹ A acreditação reside na demonstração e reconhecimento da competência técnica de entidades na execução de atividades específicas de avaliação de conformidade, mediante a avaliação efetuada por um Organismo de Acreditação. Este Organismo tem como função testar a conformidade e concordância do laboratório com normas e regulamentos através do teste aos seus ensaios, verificação, inspeção e calibração, de forma imparcial e transparente e de acordo com metodologias harmonizadas globalmente.^{32,33} Ressalva-se que todos os laboratórios de ensaio e calibração deverão ser acreditados segundo o referencial ISO/IEC 17025, uma vez que este define uma metodologia harmonizada e válida para a acreditação em Portugal e a nível internacional, devido a acordos de reconhecimento mútuo entre os organismos de acreditação, tendo como guia da aplicação o Guia IPAC OGC001.^{34,35}

É o principal objetivo do processo de acreditação promover e impor um nível de qualidade exímio a ensaios laboratoriais, levando à redução de erros cometidos na prática dos mesmos.³⁶ Assim, um laboratório com ensaios acreditados comporta a evidência de que este possui os recursos humanos, equipamentos, métodos, instalações e procedimentos laboratoriais exigidos para gerar resultados cumpridores dos requisitos dos clientes e das boas práticas aplicáveis.³¹ Torna-se, portanto, um instrumento de avaliação da eficácia do SGQ do laboratório, e não algo necessário ao alcance de altos níveis de consistência, exatidão e confiabilidade, pois isso depende apenas do próprio SGQ aplicado.³⁶ Atua como um regulador técnico, que visa garantir que a preocupação dos laboratórios em reduzir e otimizar ao máximo os custos de funcionamento não coloca em causa a sua competência técnica e confiança na execução de atividades acreditadas. Esta regulação pode ser solicitada pelo próprio laboratório, por questões de melhoria e/ou *marketing*, como também imposta por legislação ou pelo mercado.³² Obtendo a acreditação dos seus ensaios, um laboratório é capaz de conquistar e transmitir confiança na execução das suas atividades técnicas, pois possui uma garantia de um nível de qualidade, *performance*, confiabilidade e eficiência mínimos, reconhecidos nacional e internacionalmente, ganhando vantagem competitiva nas suas áreas de atuação e alcançando novos mercados.^{33,36,37} Sem a acreditação, não são claros quais os padrões ou SGQ empregues no laboratório.³⁸ Adicionalmente, a acreditação viabiliza a cooperação e parceria entre laboratórios e

outras entidades, tendo em vista a partilha de informação, promovendo a harmonização e uniformização da execução de procedimentos e normas.³⁹ A acreditação é evidenciada através de um Certificado de Acreditação onde é mencionado ao pormenor quais as atividades da entidade inseridas no âmbito da acreditação. Este certificado é válido até ser necessário alterar/atualizar a informação nele constante (tais como identificação da empresa, alteração da morada, entre outros elementos), não tendo uma validade definida. Contudo, os laboratórios devem ser sujeitos a auditorias anualmente, exigindo-se ao laboratório que mantenha ou melhore o nível com que obteve na concessão da sua acreditação.^{31,40} Isto permite que haja uma redução do número de auditorias e avaliações efetuadas por clientes, dado que têm o conhecimento do laboratório estar a ser auditado regularmente por um Organismo de Acreditação, possibilitando a implementação de medidas corretivas e preventivas que promovem uma melhoria contínua do SGQ do mesmo.^{39,41}

A acreditação é um processo que deve ser distinguido da certificação, pois existem diferenças processuais significativas tanto nos seus objetivos como nos respetivos referenciais. A certificação está inserida no âmbito de atividades de avaliação de conformidade, correspondendo a uma avaliação de terceira parte ao cumprimento de determinados requisitos da qualidade, enquanto que a acreditação é depreendida como o reconhecimento da competência técnica para exercer as atividades de avaliação de conformidade. Um laboratório pode escolher como referencial da avaliação de conformidade do SGQ apenas a certificação segundo a norma ISO 9001 ou a acreditação segundo a norma ISO/IEC 17025. Se escolher ser certificado pela norma ISO 9001, este possui a garantia de que a calibração ou ensaio são efetuados em conformidade com procedimentos escritos e fundamentados que asseguram os requisitos deste referencial. Se a escolha for a acreditação segundo a norma ISO/IEC 17025, não basta apenas executar a calibração ou ensaio de acordo com procedimentos escritos, mas também comprovar a competência técnica de quem realiza estas tarefas.⁴²

No caso de laboratórios químicos, o IPAC definiu quatro critérios fundamentais de avaliação para que uma entidade seja devidamente acreditada:

- Calibração de equipamentos de medição física;
- Calibração analítica;
- Controlo da qualidade em análises químicas;
- Resultados de análises químicas.⁴³

3.1. Calibração de Equipamentos de Medição Física

Entende-se por calibração uma “operação que estabelece, sob condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando a obtenção dum resultado de medição a partir de uma indicação.”⁴⁴ É, portanto, um meio de analisar as propriedades metrológicas e/ou funcionais dos equipamentos.⁴⁵

Antes de serem colocados ao serviço, os equipamentos utilizados no laboratório e na amostragem deverão ser sujeitos a um processo de calibração, nomeadamente as suas principais grandezas ou valores, caso possuam um impacto relevante sobre os resultados. Os resultados obtidos aquando da calibração deverão atingir os valores de exatidão exigidos e cumprir com especificações pertinentes para a função do equipamento. Os equipamentos que precisem de ser calibrados deverão estar devidamente etiquetados, codificados ou identificados de alguma forma com a indicação das datas das última e próxima calibrações ou critérios que a estabeleçam, assim como devem ser mantidos registos relativos e relevantes para as calibrações efetuadas, tais como:

- ✓ Identificação de itens do equipamento e respetivo *software*;
- ✓ Nome do fabricante, identificação de modelo e número de série (ou outra identificação inequívoca);
- ✓ Verificações de cumprimento com especificações;
- ✓ Se pertinente, a sua localização no quotidiano;
- ✓ Resultados, cópias de relatórios e certificados de calibrações, ajustes e critérios de aceitação;
- ✓ Se pertinente, planos de manutenção e manutenções efetuadas;
- ✓ Danos, avarias, modificações ou reparações.⁴⁶

A calibração pode ser efetuada interna ou externamente, através de entidades competentes. A seleção do local de calibração deverá ocorrer de acordo com uma avaliação e qualificação do fornecedor prévios, tendo em consideração as incertezas determinadas para os resultados de calibração.⁴³

Os critérios de aceitação/rejeição dos equipamentos deverão ser definidos através de valores máximos (VMA) e/ou mínimos aceitáveis, que atuam como critérios de

análise dos resultados da calibração, permitindo definir qual a utilização e fim apropriados ao equipamento.⁴⁵

As propriedades do equipamento, a sua frequência e modo de utilização deverão ser critérios de indicação ao utilizador para que este defina a periodicidade de calibração do mesmo, tendo igualmente em consideração a experiência com possíveis calibrações já realizadas anteriormente. É essencial que a periodicidade definida assegure que o equipamento cumpre o erro máximo admissível (EMA) durante o intervalo entre calibrações.⁴³ Por EMA entende-se o “valor extremo do erro de medição, com respeito a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição.”.⁴⁴

O laboratório deverá estar encarregue de efetuar verificações intermédias, entre calibrações e com periodicidades definidas, das propriedades metrológicas e funcionais dos equipamentos, que permitem uma determinação de possíveis desvios nos valores obtidos e a averiguação da sua qualidade de funcionamento, levando a deteções atempadas de possíveis avarias ou falhas de funcionamento e uma preservação da confiança do estado de calibração dos equipamentos.^{45,46} Se o equipamento não cumprir a especificações previamente definidas, poderá ser necessário rever a periodicidade das calibrações externas.⁴⁷

Dentro dos equipamentos de medição física destacam-se:

- Balanças: Os instrumentos de pesagem utilizados para efetuar medições rigorosas ou que tenham impacto nos resultados do ensaio devem ser calibrados por uma entidade competente ou internamente, através de massas-padrão calibradas e procedimentos baseados no EURAMET/Calibration Guide n.º 18. As calibrações deverão ser efetuadas no respetivo local de trabalho.
- Material Volumétrico: Todo o material em que esteja implícito na norma de ensaio a necessidade de calibração ou que tenha uma importante influência no resultado do ensaio deverá ser calibrado por uma entidade competente ou internamente, através do método gravimétrico, a menos que se utilize um padrão interno nos ensaios ou a medição de volume constante com o mesmo equipamento. Relativamente a seringas, pipetas e micropipetas automáticas integradas em equipamentos, para fins de medição de volumes variáveis, deverá ser feito um controlo que comprove a adequabilidade do seu uso, uma vez que não são passíveis de serem calibrados.
- Termómetros e controladores de temperatura: Os termómetros deverão ser calibrados por uma entidade competente ou internamente, através de padrões de

referência calibrados e meios de transferência adequados. Deverão ser efetuadas verificações funcionais de equipamentos com controladores de temperatura integrados através de instrumentos calibrados e adequados à exatidão exigida, de modo a avaliar o seu comportamento térmico. Devem ser efetuados no respetivo local de trabalho.

- Calibrações Instrumentais: Deverão ser calibrados quando implícito na norma de ensaio a sua necessidade ou se estes tiverem uma importante influência no resultado do ensaio tal como, por exemplo, um comprimento de onda medido por um espectrofotómetro.⁴³

3.2. Calibração Analítica

Considera-se como calibração analítica toda a calibração que recorra a materiais de referência e/ou a padrões químicos na sua execução.⁴⁵ Este tipo de calibração deve ser efetuado quando a norma associada ao ensaio assim o exigir ou quando tal tiver um impacto direto ou de relevo no resultado, sendo que nos métodos instrumentais de análise química esta calibração é normalmente executada em conjunto com a análise de amostras.⁴⁸ São vários os métodos de calibração analítica existentes, entre os quais:

- ✓ Curva de calibração;
- ✓ Adição de padrão;
- ✓ Padrão interno/padrão externo;
- ✓ Fator de resposta.

O uso destes métodos fica a critério do laboratório, devendo ser definido quais os parâmetros de escolha e aplicabilidade dos mesmos, bem como critérios de aceitação das calibrações efetuadas, avaliando especificamente a sua linearidade, tipo de ajuste polinomial e coeficiente de correlação.⁴³ O laboratório pode ainda recorrer a métodos desenvolvidos internamente, desde que devidamente validados, documentados e autorizados antes da sua prática.⁴⁹

A calibração analítica deverá, ainda, ser complementada com o programa de controlo da qualidade, que poderá incluir, por exemplo, a utilização de amostras diárias de controlo dos processos (DPCS), que têm como fim a monitorização diária dos processos laboratoriais.^{43, 50, 51}

A periodicidade deste procedimento deverá estar definida na norma na qual o ensaio se baseia, sendo, no caso de método com curvas de calibração, geralmente, diária ou a cada sessão de trabalho. No entanto, se existir o conhecimento de que o sistema analítico em questão é estável, nomeadamente se o declive é uma reta, é permitida a calibração periódica. A calibração periódica exige o cumprimento de vários critérios, nomeadamente a utilização de matrizes conhecidas e estáveis, uma comprovação da estabilidade do sistema através de, pelo menos, 5 calibrações iniciais, bem como uma verificação da validade da calibração em cada sessão de trabalho, analisando os dois pontos extremos da reta ou outros que enquadrem as amostras, de modo a ser efetuado um controlo do declive. Se a gama de concentrações da série de amostras em análise for baixa, deverá igualmente ser efetuada uma verificação do branco, de modo a controlar possíveis contaminações. Deverão existir critérios de aceitação tanto das verificações mencionadas, como da calibração periódica.

Os reagentes, solventes e soluções utilizados na preparação de padrões químicos deverão ter uma pureza e estabilidade que lhes permita atingir a qualidade de resultados requerida. Deverão cumprir-se as condições e períodos de armazenamento necessários à conservação das propriedades dos mesmos, assim como o seu manuseamento, registando as respetivas datas de abertura. Nos recipientes que os acondicionam deverão estar assinalados as substâncias armazenadas e o seu prazo de validade. O laboratório deverá, ainda, assegurar a rastreabilidade dos registos associados aos padrões químicos.⁴³

3.2.1. Limites de Detecção e Quantificação

O limite de deteção (LD) é equivalente ao “início do intervalo em que é possível distinguir com uma dada confiança estatística (normalmente 95%), o sinal do branco do sinal da amostra e como tal indicar se o analito em questão está ausente ou presente.”⁴³ Corresponde, assim, à mais pequena quantidade de analito que é possível detetar na análise de uma amostra.⁵² Por outro lado, o limite de quantificação (LQ) representa o “início da gama em que o coeficiente de variação do sinal e o erro relativo se reduziram a valores razoáveis (normalmente 10%) para se poder efetuar uma avaliação quantitativa”.⁴³ Corresponde, assim, à mais pequena quantidade de analito passível de ser quantificado com uma determinada precisão e exatidão, sendo representado, normalmente, pelo padrão de calibração de menor concentração (excluindo o branco).⁵² É de salientar que o intervalo de valores existentes entre o LD e o LQ é designado como

uma zona de deteção semi-quantitativa e não quantitativa e, tendo em conta o que o LQ representa, apreende-se, assim, que o LQ deve ser dado como o início da zona onde os valores obtidos poderão começar a ser reportados.⁴³ Deste modo, considera-se que em análises qualitativas a determinação do LQ é irrelevante, sendo o LD, por outro lado, um parâmetro fundamental neste tipo de análises, uma vez que, em termos qualitativos, o LD determina a concentração mínima na amostra que é possível distinguir de outra amostra com igual matriz, mas que não tem o analito presente em solução. No entanto, relativamente a análises quantitativas, ambos os parâmetros constituem importantes fatores de análise.⁵² Os valores referentes a ambos os parâmetros deverão ser mencionados na apresentação dos resultados quando for reportado que o analito em causa não foi detetado ou quantificado.

Caso o número de ensaios realizados seja significativo, a determinação do LD e do LQ deve seguir uma distribuição normal reduzida. Neste caso, o LD deverá encontrar-se três vezes o desvio-padrão do branco (s_0) acima do valor do branco (x_0), como a fórmula (1) exemplifica:

$$LD = x_0 + 3,3s_0 \quad (1)$$

Quanto ao LQ, de acordo com a fórmula (2), este deverá corresponder a dez vezes o desvio-padrão do branco acima do valor do branco:

$$LQ = x_0 + 10s_0 \quad (2)$$

No caso do número de ensaios para estimativa do LQ não ser estatisticamente significativo, deverá ser utilizada uma distribuição de t de Student.

Tanto o LD como o LQ podem ser estimados através de três métodos:

- ✓ Experimentalmente, através da razão sinal/ruído instrumental;
- ✓ Experimentalmente, através do cálculo da média e desvio-padrão obtidos através de uma série de análise constituindo um branco representativo ou um padrão de menor concentração;
- ✓ Estatisticamente, através do método dos mínimos quadrados, referente à curva de calibração.

Para gamas de analito baixas, estes parâmetros devem ser reavaliados sempre que haja uma alteração de equipamento, pessoal e/ou critérios, dado que existe a

possibilidade destes valores serem influenciados por estes fatores ou outros relacionados⁴³

3.3. Controlo da Qualidade em Análises Químicas

O controlo da qualidade engloba todas as atividades que têm influência no controlo estatístico de um sistema.⁵³ É a área da gestão de qualidade responsável pelo cumprimento dos requisitos da qualidade e tem como finalidade detetar, avaliar e corrigir erros que surgem devido a falhas do sistema, condições ambientais ou à *performance* do operador, antes dos resultados serem reportados.⁴⁰ Está diretamente relacionado com a monitorização da exatidão e precisão de todos os processos que fazem parte da análise química, encontrando-se, assim, associado a processos que são necessários periodicamente. Para tal, recorre-se a operações de controlo de qualidade externo e interno, sendo, deste modo, possível a validação dos resultados analíticos.^{40,43,54}

3.3.1. Controlo da Qualidade Externo

O controlo de qualidade externo é efetuado no laboratório, contudo é também dependente de uma intervenção alheia ao laboratório, tendo como intuito propiciar uma comparabilidade de resultados, avaliando, assim, a exatidão dos resultados analíticos obtidos e transmitindo ao cliente se o laboratório é capaz de produzir resultados de confiança.^{40,43,55} Tal consiste na avaliação de desempenho dos técnicos de laboratório através da utilização de materiais de referência certificados e recurso a ensaios interlaboratoriais.⁴⁸ A periodicidade do seu uso em rotina deverá ser estabelecida de acordo com a complexidade dos ensaios, a sua frequência, a experiência do laboratório e o grau de confiança exigido aos resultados obtidos.^{43,48}

3.3.1.1. Materiais de Referência Certificados

Os materiais de referência certificados (MRC) são padrões preparados por entidades reconhecidas e por processos tecnicamente válidos, podendo ser úteis em inúmeras atividades, tais como a validação de métodos, a calibração, a estimativa de incertezas de medição, o treino de colaboradores e o controlo da qualidade, permitindo atestar o

desempenho do laboratório em determinações de parâmetros de interesse. Desta forma, é, também, garantida a rastreabilidade das medições químicas e a prevenção da ocorrência de erros sistemáticos.^{43,45,55,56} Devem ser acompanhados ou rastreáveis a um certificado ou documento elaborado pela entidade certificadora.⁵⁵ Os valores das grandezas associados aos parâmetros de interesse são certificados, correspondendo a cada um deles uma estimativa da incerteza.^{45,49}

A escolha do MRC adequado ao ensaio parte do tipo de amostra que é utilizado, devendo o MRC apresentar o mesmo tipo de matriz da amostra, simulando, desta forma, uma amostra vulgar. Caso tal não seja possível, a matriz deverá ser, pelo menos, semelhante aos padrões de calibração.⁴³ Após efetuada uma análise, o valor obtido para o MRC deverá ser comparado ao valor certificado, de forma a ser determinado o erro e a exatidão do ensaio. Caso o valor obtido se encontre fora do intervalo de incerteza estipulado para o valor certificado, as causas do desvio deverão ser identificadas, competindo ao laboratório, posteriormente, decidir corrigi-las ou aceitá-las. Esta metodologia deverá ser efetuada, no mínimo, anualmente, devendo a sua periodicidade depender da frequência da realização dos métodos.⁵⁵

Os resultados obtidos através da análise de um MRC podem ser avaliados por quatro métodos:

- Erro relativo (Er): Permite a análise da exatidão de um método de ensaio, exprimindo a componente de erros sistemáticos. O cálculo é dado em percentagem, através da fórmula (3), X_{lab} o valor obtido experimentalmente na análise do MRC ou a média aritmética dos valores obtidos experimentalmente na análise do MRC e X_v o valor do certificado do MRC e, portanto, aceite como verdadeiro:

$$Er (\%) = \frac{(X_{lab} - X_v)}{X_v} \times 100 \quad (3)$$

- Teste de hipóteses (teste t): A averiguação da existência de erros sistemáticos pode ser efetuada através de um teste de hipóteses, aplicando a fórmula (4), denominada de teste t:

$$t = \frac{(X_{lab} - X_v) \times \sqrt{N}}{S_{X_{lab}}} \quad (4)$$

Por X_{lab} compreende-se a média aritmética dos valores obtidos experimentalmente na análise do MRC, sendo que por N compreende-se o número de amostras analisadas e $S_{X_{lab}}$ é o desvio padrão associado a X_{lab} .

Posteriormente, compara-se o valor t obtido a um valor t_{tab} , que é um valor t tabelado para um dado grau de confiança e $N-1$ graus de liberdade.

- Fator de desempenho Z (“Z-score”): Através do cálculo do fator de desempenho Z é possível avaliar o desempenho do laboratório, sendo, para isso, necessário recorrer à fórmula (5):

$$Z = \frac{(X_{lab} - X_v)}{S} \quad (5)$$

S é a unidade de desvio, que tanto pode ser a incerteza da medição do MRC como qualquer outra unidade de desvio interna. O critério de aceitação encontra-se definido na tabela 1:⁵²

Tabela 1: Critério de aceitação do “Z-score”.⁵²

Valor do “Z-score”	Critério de Aceitação
$ Z \leq 2$	Satisfatório
$2 < Z \leq 3$	Questionável
$ Z > 3$	Incorreto

NOTA: No caso de ensaios interlaboratoriais (ECI) globais realizados pelo grupo *Silliker*, é aceitável um $|Z| \leq 3$, sendo questionável um $|Z| > 3$. Para os restantes fornecedores, considera-se aceitável um $|Z| \leq 2$ e questionável um $|Z| > 2$. Todos os resultados questionáveis são registados como não conformes e, se possível, nos laboratórios de Química e Ambiente, a amostra do ECI que gerou a não conformidade deverá voltar a ser analisada como amostra cega.⁵¹

- Erro normalizado (En): Recorre-se ao cálculo do erro normalizado quando o valor verdadeiro para o MRC não se encontra dentro do intervalo de incerteza determinado para o valor experimental obtido para o MRC, sendo esta incerteza denominada U_{lab} e a incerteza determinada para o valor verdadeiro U_{ref} . Assim,

determina-se se a incerteza determinada experimentalmente está corretamente estimada através da fórmula (6):

$$En = \frac{(X_{lab} - X_v)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (6)$$

Caso $|En| \leq 1$, a incerteza do resultado obtido experimentalmente para o MRC está corretamente estimada.⁵²

3.3.1.2. Ensaio Interlaboratoriais

De acordo com o Guia ISO 43, um ECI consiste na “organização, realização e avaliação de ensaios no mesmo (ou similar) item ou material, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-determinadas.”.⁵⁵ Assim, segundo consta na definição apresentada, é requerida a participação ativa de mais do que um laboratório neste procedimento, sendo que os resultados obtidos apenas serão considerados conclusivos com a participação de, pelo menos, cinco laboratórios.

Existem cinco tipos diferentes de ECI, cada um deles com a sua respetiva análise estatística. Os diferentes tipos de ECI encontram-se descritos na tabela 2.⁵⁷

Tabela 2: Tipos de ECI e respetivas áreas de atuação.⁵⁷

Tipo de Ensaio	Caracterização	Área de Atuação
Ensaio de aptidão ou competência	Tem como finalidade a avaliação do desempenho do analista ou dos laboratórios em causa, tendo como referência a exatidão e precisão dos resultados obtidos. Tal consiste na realização de um ou mais ensaios em um ou mais laboratórios, recorrendo a um ou mais materiais idênticos e, geralmente, consentindo a escolha do método de análise aos laboratórios	Estudo do Comportamento de Laboratórios

Ensaio colaborativo	O seu objetivo é a caracterização do procedimento de um método de análise. O método utilizado pelos laboratórios é o mesmo, bem como o protocolo e materiais de análise utilizados, sendo dados como o erro sistemático do método e a precisão intra e interlaboratórios determinados através da sua execução	Estudo do Comportamento de Métodos Analíticos
Ensaio comparativo	Este tipo de ensaio compara os resultados obtidos por cada laboratório para um material de análise, através de diversos métodos. Os protocolos e os materiais utilizados pelos laboratórios são semelhantes, sendo o objetivo desta metodologia a comparação dos resultados obtidos na execução dos diferentes métodos	
Ensaio de consenso ou conformidade	Consiste na análise de um material, ou materiais, por parte de um grupo de laboratórios, de a efetuar uma caracterização das suas propriedades. Desta forma, determina-se o “valor verdadeiro” de um dado parâmetro e o material analisado poderá ser utilizado futuramente em estudos interlaboratoriais ou no controlo de qualidade de laboratórios	Estudo do Comportamento de Materiais
Ensaio de certificação	É seu objetivo a certificação de um dado valor, e respetiva incerteza, de um parâmetro de um material candidato a material de referência certificado. Para tal, recorre-se a um grupo selecionado de laboratórios peritos para efetuar a análise, utilizando, para isso, os métodos considerados mais apropriados	

Se o laboratório tiver interesse na avaliação da repetibilidade e da reprodutibilidade, comprovando também, desta forma, a compatibilidade da precisão entre os diferentes laboratórios em participação no ECI, deverá ser selecionado o ensaio colaborativo ou o ensaio comparativo, também denominados de ensaios de normalização, visto estes serem parâmetros que se enquadram no estudo do método analítico. Se, por outro lado, o objetivo for evidenciar a exatidão dos resultados que obteve, deverá optar por um

ensaio de aptidão. Este tipo de ensaio deve ser rastreado a um MRC e, nalguns países, é um fator obrigatório para a obtenção da acreditação.⁵²

É recomendada a participação do laboratório em ECI, nomeadamente nos de aptidão, uma vez que é um dos métodos que o laboratório pode escolher para comprovar a sua competência, potenciando, simultaneamente, a sua evolução técnica, dado que se submete à análise de diferentes matrizes com valores de parâmetros desconhecidos.^{43,45} A análise da amostra do ECI deverá ser efetuada como se esta se tratasse de uma amostra vulgar, devendo apresentar uma matriz semelhante à das restantes amostras da série de trabalho e sendo analisada de igual forma.^{40,43} A obtenção de um mau resultado irá provocar a o desenvolvimento de medidas corretivas, contudo um bom resultado não é uma garantia de que todos os resultados obtidos pelo analista sejam da qualidade conseguida no ensaio relativo ao ECI. Assim, é recomendado que esta seja uma prática regular e que permita a criação de um histórico de ensaios que possibilitem tirar conclusões mais significativas quanto ao desempenho global do laboratório.⁵⁴ A *Silliker* participa, no mínimo, e sempre que possível, em dois circuitos por ano para cada método acreditado, sendo que a participação nos ECI globais da *Silliker* é obrigatória.⁵¹

Os resultados obtidos pelos laboratórios participantes são posteriormente enviados à organização responsável, sendo, então, submetidos a uma análise de resultados. Após efetuada a avaliação dos mesmos, os laboratórios recebem uma nota acerca da sua *performance* e da sua relação com os resultados dos restantes laboratórios participantes.⁴⁰ Estes são divulgados, geralmente, sob a forma de “Z-score”.⁵⁶

3.3.2. Controlo da Qualidade Interno

Este tipo de controlo de qualidade é caracterizado pela dependência única do laboratório e dos seus meios para o efetuar, ou seja, não existem intervenções externas em qualquer fase do processo.⁵⁵ No geral, quando inserido na rotina laboratorial, um controlo de qualidade interno permite evidenciar a variabilidade dos resultados com o tempo, controlando, assim, a precisão dos resultados obtidos pelo laboratório.^{48,55} Desta forma, o analista terá conhecimento imediato do controlo estatístico do sistema.⁵³ Por norma, este tipo de controlo representa, pelo menos, 5% do volume total de amostras, excetuando se algum documento oficial requerer uma percentagem diferente, e deve fazer parte de cada série analítica efetuada. O sistema de controlo de qualidade interno de um laboratório pode ser composto por diversas ferramentas, tais como o uso de

materiais de referência internos (MRI) e de técnicas complementares de controlo de qualidade de resultados, e ainda o tratamento estatístico de dados. O tipo de técnicas complementares de controlo de qualidade de resultados selecionado relaciona-se com a complexidade e dificuldade dos métodos, tendo também em conta as fontes de erro que se pretende controlar.⁴³

3.3.2.1. Duplicados

Entende-se por duplicado um ensaio efetuado sob duas tomas da mesma amostra sujeitas ao mesmo procedimento analítico separadamente.⁴³ Esta metodologia não tem impacto na exatidão dos resultados, uma vez que na existência de um erro sistemático ambas as tomas serão influenciadas pelo mesmo. Porém, na existência de um erro accidental numa das tomas em análise, a realização de uma amostra em duplicado irá gerar um erro menor no valor médio obtido entre os resultados de ambas as tomas amostrais. Além disso, quando existe um número substancial de amostras analisadas em duplicado, a lei normal de distribuição de erros faculta uma confiança razoável na compensação de erros accidentais. Assim, esta metodologia é essencialmente útil na deteção de erros accidentais e no controlo da repetibilidade. Deste modo, recomenda-se que recorra à avaliação de duplicados em análises que requerem vários passos e contenham muitas fontes de erro e para novas amostras ou amostras de difícil homogeneização e/ou estabilidade. É ainda uma prática aconselhável no treino de novos analistas e no domínio ou aprendizagem de novos ensaios.⁵⁵

Quando a metodologia é realizada em amostras que são desconhecidas, a sua frequência de análise deverá corresponder a, pelo menos, 5% da totalidade de medições. Se as amostras em análise forem conhecidas, admite-se uma frequência de aplicação da metodologia menor, contudo é desejável que esta seja uma prática regular.⁴³ Na *Silliker*, são realizados duplicados entre 5% a 10% do total de amostras analisadas, sendo a sua escolha aleatória e da responsabilidade do analista que executa o ensaio. A diferença entre os duplicados deverá ser inferior à repetibilidade definida para o método.⁵¹

3.3.2.2. Amostras Cegas

As amostras cegas tratam-se de amostras cujo(s) parâmetro(s) de análise são de conhecimento do(s) supervisor(es), mas não dos analistas, que julgam tratar-se de amostras vulgares.⁵⁵ Os materiais utilizados como amostras cegas podem ser amostras excedentes de clientes, de ECI, de DPCS ou, ainda, de materiais de referência (MR). São amostras que têm como principal intuito a qualificação e/ou manutenção de competências dos analistas, podendo, contudo, ser analisadas a precisão e/ou a exatidão, no caso de materiais de referência certificados ou padrões, dos resultados obtidos e sempre que o pessoal técnico da qualidade e/ou outro responsável assim o entenda.^{51,55} A escolha do tipo de amostras a analisar, dos ensaios e da sua periodicidade é da responsabilidade do pessoal técnico da qualidade e/ou outro responsável. A sua avaliação baseia-se numa comparação entre os resultados obtidos na análise da amostra cega com um resultado obtido no passado, no caso de amostras excedentes de clientes, ou verificando se o resultado se encontra dentro dos limites estabelecidos.⁵¹

3.3.2.3. Controlo de Brancos

Um branco trata-se de uma preparação que contém todas as componentes da matriz, exceto o analito, sendo sujeito ao mesmo procedimento analítico que a amostra em análise.^{53,56} É importante no controlo de possíveis contaminações ou deterioração de reagentes e na análise de gamas de concentração baixas, devendo estar, ainda, associado à verificação periódica do LQ e do LD.^{43,55}

3.3.2.4. Fortificação de Amostras/Brancos

Uma amostra fortificada trata-se de uma amostra ou branco a que foi adicionada, deliberadamente, uma quantidade conhecida de determinado analito, que tanto poderá ser um parâmetro de interesse ou um interferente.^{43,49,53} Esta prática, no caso de amostras, tem como objetivo a eliminação do efeito de matriz, que tem origem na diferente composição dos padrões e das amostras, avaliando, assim, a exatidão dos resultados obtidos, bem como a sua seletividade e especificidade.^{51,55} Por outro lado, o uso desta prática em brancos tem como intuito apenas a avaliação da *performance* dos

procedimentos analíticos na sua generalidade, indicando a possível existência de erros sistemáticos.⁵³ A análise de uma amostra fortificada consiste em analisá-la antes e depois da adição de uma quantidade conhecida de analito, devendo a diferença entre ambas as medições corresponder à quantidade adicionada de analito padronizado, sendo esta prática conhecida por ensaio de recuperação. Caso o valor obtido não corresponda ao mesmo adicionado, ou seja, se a recuperação não corresponder a 100%, conclui-se que existe um problema de matriz.⁵⁶ Porém, a prática desta metodologia não é uma garantia da obtenção de um valor verdadeiro, pois podem existir outro tipo de interferências ou erros.⁵⁵

Na *Silliker*, para os métodos que são efetuados, pelo menos, uma vez por mês, são efetuados ensaios de recuperação 5 a 10 vezes por ano, podendo cada ensaio incluir o estudo de mais do que uma matriz. Para métodos que não se realizem com tanta frequência, são efetuados 2 a 4 ensaios por ano.⁵¹

3.3.2.5. Materiais de Referência Internos

Os MRI são também denominados como materiais de referência do laboratório e devem dispor de uma estabilidade a médio/longo prazo que permita um controlo da precisão, através da análise da variabilidade ao longo do tempo, comparando os lotes de MRI novos com lotes antigos.^{43,55} Poderão também ser utilizados para um controlo da exatidão caso sejam previamente calibrados com MRC ou outros padrões.⁵⁵ Além disso, a sua homogeneidade deverá ser igual ou superior à precisão requerida aos resultados. O tipo de materiais utilizados como MRI podem ser amostras de controlo, padrões de matriz ajustada com a das amostras, padrões semelhantes e/ou que sejam remanescentes de amostras de ECI.⁴³

É recomendado que a sua matriz seja semelhante à das amostras em análise e que as suas concentrações sejam semelhantes às das amostras ou que se encontrem perto de zonas de interesse.

A periodicidade com que são utilizados deverá constituir, pelo menos, 5% do total de análises de rotina, sendo que se os ensaios para determinada análise se efetuarem com pouca frequência, esta percentagem deverá ser superior.⁵⁵

3.3.2.5.1. DPCS

Os MRI podem, ainda, ser utilizados como DPCS ao serem sistematicamente incluídos em cada série de ensaios, acreditados ou não, e validando, desta forma, o trabalho diário.^{48,58} Para a maioria dos laboratórios que fazem parte da *Mérieux NutriSciences*, as amostras de DPCS utilizadas são distribuídas, homogeneizadas, embaladas e distribuídas pela *Food Science Center* (FSC), sendo da sua responsabilidade a garantia da homogeneidade e estabilidade das mesmas. Porém, tal não impede que possam ser utilizadas, para algumas análises, padrões DPCS provenientes de fornecedores comerciais. Para amostras que não possam ser distribuídas devido a restrições de expedição ou à estabilidade de produtos frescos, os laboratórios tentam obter as amostras de DPCS de matriz semelhante localmente.⁵⁸

Os resultados obtidos para os DPCS deverão ser empregues na construção de cartas de controlo estatístico.⁴⁸ Se um DPCS gerar um resultado não aceitável, os resultados de amostras analisadas em conjunto com esse DPCS, desde o último resultado aceitável de DPCS, não poderão ser comunicados ao cliente.⁵⁸

3.3.2.6. Cartas de Controlo

As cartas de controlo representam uma forma de fazer uma estimativa das variações de um processo devido a causas aleatórias e fora do comum.⁵⁸ Atuam eficientemente no controlo estatístico dos resultados obtidos através de uma representação gráfica, permitindo, desta forma, a deteção de possíveis erros.^{53,55}

Esta é uma metodologia bastante utilizada no registo de resultados obtidos em análises de MRI, brancos, padrões de calibração, repetição de amostras, desvio entre duplicados, recuperação de adições e/ou dados referentes a parâmetros instrumentais ou de calibração.⁴³ Associadas a cada carta de controlo deverão existir fichas de registo que forneçam ao operador informações sobre o método de ensaio utilizado, o equipamento, o material utilizado, a data da construção da carta de controlo em vigor e a periodicidade da execução do método de ensaio com determinado material. Além do referido, deverá existir uma área onde o operador possa anotar os resultados que obteve, bem como a realização do método de ensaio e a sua rubrica.⁵⁹

Existem dois tipos de cartas de controlo a que a *Silliker* recorre: as cartas de controlo de médias ou de indivíduos e as cartas de controlo baseadas em valores fixos.⁵¹

3.3.2.6.1. Cartas de Controlo de Médias ou de Indivíduos

Nas cartas de controlo de médias ou de indivíduos, os resultados obtidos são registados segundo a ordem com que são gerados, criando, assim, um registo contínuo do estado estatístico do sistema analítico e permitindo a determinação de uma média de resultados, bem como do respetivo desvio-padrão, para uma determinada concentração de analito, caso seja aparente a eficiente execução do método. Numa carta de controlo de um sistema analítico estatisticamente controlado, os dados obtidos irão provocar apenas variações aleatórias e estáveis em torno do valor da média, apresentando-se consistentes com os valores obtidos originalmente para a média e desvio-padrão, não evitando, contudo, que o sistema esteja afetado por erros sistemáticos.^{53,54,55} Assim, um sistema analítico estatisticamente controlado não garante uma maior exatidão de resultados.⁵⁵ Por outro lado, se o sistema deixar de estar sob controlo estatístico, os dados obtidos irão ser influenciados por fontes de erros adicionais, que irão provocar uma alteração da média ou um aumento do respetivo desvio-padrão.⁵³ A média é representada por uma linha central na carta de controlo, o que ajuda a identificar possíveis tendências na carta de controlo, sendo linhas definidas a uma multiplicação do desvio padrão por -1 e +1 valores acima ou abaixo da média, também como outras linhas de referência, as linhas de aviso e linhas de controlo, a partir de quais os resultados obtidos começam a ser rejeitados, tal como se verifica na figura 4.^{40,51,54} A linha temporal é definida pelo eixo das abcissas e no eixo das ordenadas são localizados os valores obtidos do parâmetro que se pretende controlar.⁵¹

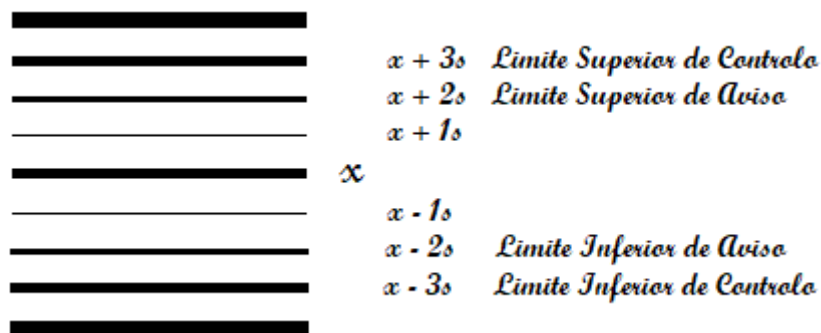


Figura 4: Estrutura de uma carta de controlo de médias ou de indivíduos.⁵²

A *Silliker* identifica como tendências sistemáticas representativas de sistemas fora de controlo estatístico neste tipo de carta de controlo:

- ✓ Séries de 7 ou mais pontos consecutivos em movimento ascendente ou descendente, sugerindo, normalmente, o desvio de um equipamento dos limites da calibração e, portanto, uma degradação da sua *performance* ao longo do tempo;
- ✓ Conjuntos de 8 ou mais pontos consecutivos acima ou abaixo da média, podendo sugerir que ocorreu uma mudança repentina das condições, tendo tal gerado uma nova média.

Para construir esta carta de controlo e definir os limites de controlo deverão existir pelo menos 20 pontos obtidos em análises efetuadas previamente, preferencialmente durante o mesmo período em que a carta de controlo seja válida para representação de dados.⁵¹ Contudo, poderão ser definidos limites de controlo temporários na obtenção de 7 pontos.⁵⁸

3.3.2.6.2. Cartas de Controlo Baseadas em Valores Fixos

Este tipo de cartas de controlo é correntemente utilizado para verificação da temperatura de equipamentos. A linha central deverá ser definida pela temperatura alvo a atingir, estabelecida por uma fonte de literatura ou pelos equipamentos, existindo acima e abaixo dessa linha um limite superior de temperatura e um limite inferior de temperatura, respetivamente, devendo os valores lidos estar situados dentro desses limites. A representação gráfica deste tipo de carta de controlo pode ser observada na figura 5. O eixo das abcissas corresponde a uma referência temporal, sendo que o eixo das ordenadas corresponde à temperatura em °C a uma escala que depende dos valores a controlar ⁵¹

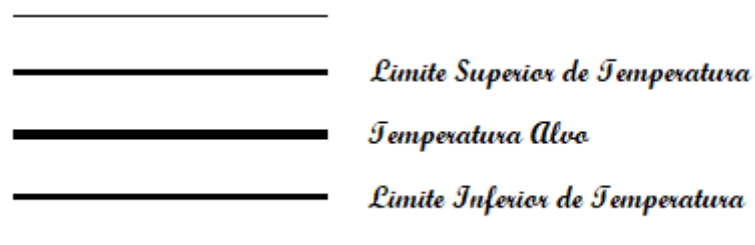


Figura 5: Estrutura de uma carta de controlo de valores fixos.⁵²

3.3.2.6.3. Zeta-Safe

A *Silliker* utiliza um *software* específico para documentação e tratamento de dados registados em cartas de controlo. Todos os laboratórios associados têm obrigatoriamente de utilizar este *software*, excetuando no caso de novos laboratórios, que têm um período de dois anos para proceder à instalação do *software*. Deste modo, recorrendo a este *software* não só é possível interpretar os dados obtidos pelo laboratório, como os dos restantes laboratórios associados.

Utilizando o *Zeta-Safe*, é possível comparar a média obtida para determinado DPCS pelo laboratório com a média que o grupo *Mérieux* fornece correspondente a esse DPCS, através do valor de Z-score, avaliando, desta forma, a exatidão dos métodos. Por outro lado, a precisão é avaliada através da análise do desvio-padrão relativo (%RSD). Estes valores são considerados como não conformes quando se encontram superiores aos limites de %RSD definidos pelo grupo *Mérieux*.⁵⁸

3.4. Resultados de Análises Químicas

Os resultados que sejam incluídos em relatórios de ensaio ou boletins analíticos devem ser sujeitos a uma validação técnica prévia por um ou mais elementos devidamente identificados, qualificados e designados para o efeito, que garantam que os resultados obtidos satisfazem os requisitos da qualidade.^{43,55} Esta validação é independente da validação oficial ou administrativa respetiva aos relatórios de ensaio ou boletins analíticos. Os elementos responsáveis pela validação técnica dos resultados de um método devem ser capazes de o executar e monitorizar, bem como identificar os seus pontos fracos ou críticos, avaliar os resultados fornecidos pelo controlo da qualidade e apresentar os resultados obtidos de forma correta.⁴³

Deverão ser empregues critérios de aceitação/rejeição da qualidade dos resultados, expressos numericamente, assim como subcritérios de aceitação nas diferentes fases do processo de obtenção desse resultado. Deste modo, é possível alcançar um melhor controlo e gestão do resultado que se obtém. As ações corretivas a desenvolver no caso de rejeição de um resultado deverão estar estabelecidas.⁵⁵

Na *Silliker*, os resultados analíticos obtidos são apresentados e enviados ao cliente sob a forma de boletins analíticos. Estes possuem uma formatação uniforme, que é efetuada de modo automático pelo *software* *LABOLIMS*, concebido para processar toda a informação relativa a ensaios e amostras, desde a receção de amostras, distribuição

de ensaios, emissão de folhas de trabalho, introdução de dados, emissão de relatórios e estatísticas.^{60,61} Todos os critérios referidos estão definidos para cada método no *LABOLIMS*, que os aplica automaticamente no boletim analítico a emitir.⁶⁰

3.4.1. Apresentação Técnica de Resultados

Os resultados apresentados em relatórios de ensaio ou boletins analíticos deverão ser tecnicamente exatos, claros, corretos, objetivos, coerentes e facilmente compreensíveis, transmitindo toda a informação que seja pertinente, sem que se induza o cliente em erro. O número de algarismos significativos e as unidades associados aos resultados deverão ser definidos consoante regras e critérios estabelecidos pelo laboratório e que sejam coerentes com a legislação e normas de ensaio utilizadas, ou então de acordo com a incerteza associada ao resultado apresentado.^{43,51,55} O laboratório deverá detetar quais os parâmetros que têm influência na incerteza dos resultados e, de acordo com essa informação, proceder a uma estimativa da incerteza dos mesmos, que poderá ser apresentada conjuntamente com os resultados.⁴⁸

Todos os resultados que sejam inferiores ao LQ definido deverão ser acompanhados de uma nota que transmita inequivocamente ao cliente que o valor do resultado está abaixo do valor correspondente ao LQ, que deverá ser igualmente comunicado.⁴³

4. NP EN ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e Calibração

O referencial adotado pela *Silliker Portugal, SA*, a NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e Calibração, foi desenvolvido pelo ISO/CASCO *Committee on Conformity Assessment* em colaboração com o comité CEN/CLC/TC 1 *Criteria for Conformity Assessment Bodies*. Foi primeiramente publicado em 1999, substituindo, assim, os referenciais Guia ISO/IEC 25 e EN 45001. Nesta primeira edição, são especificados os requisitos que os laboratórios de ensaio e calibração têm de satisfazer quando têm como objetivo a gestão eficaz de um SG, a técnica competente e a produção de resultados tecnicamente válidos. Contudo, com a substituição das normas ISO 9001:1994 e ISO 9002:1994, as quais são referenciadas nessa edição, pela norma ISO 9001:2000, foi necessário o ajuste da ISO/IEC 17025 a essa alteração.¹¹ Surgiu, assim, a segunda edição deste referencial normativo em 2005, que incorpora os requisitos de gestão da norma ISO 9001:2000 considerados relevantes para os serviços de ensaio e calibração, bem como pelos requisitos técnicos, tendo sido todas as alterações e/ou modificações efetuadas à primeira edição feitas consoante o que é referenciado na ISO 9001:2000. Assim, os laboratórios de ensaio e calibração que estiverem acreditados segundo este referencial, funcionam de forma conforme também para com a ISO 9001:2000.^{46,62}

Esta norma encontra-se dividida em duas secções principais: a secção 4 – Requisitos de Gestão e a secção 5 – Requisitos Técnicos, sendo esta a secção relacionada com a capacidade dos laboratórios estarem em conformidade com os requisitos das normas e legislação específicas aplicáveis a cada tipo de ensaio ou calibração efetuados.

O estabelecimento de uma metodologia harmonizada, passível de ser acreditada em Portugal e internacionalmente, facilita a internacionalização das empresas, assim como a cooperação entre laboratórios e outros organismos e a partilha de informação e experiência entre os mesmos.^{35,46}

4.1. Normalização

As normas, ou outro tipo de documentos relativos à normalização de produtos, serviços e/ou processos, são elaborados por organismos de normalização privados, de modo a estipular determinadas especificações técnicas que garantam o alcance de um dado nível de qualidade, segurança e fiabilidade. O seu uso não é obrigatório, no entanto é recomendada a sua utilização para assegurar que existe conformidade na prática em questão.⁶³

4.1.1. Organizações Internacionais

Na Europa, a normalização é desenvolvida, harmonizada e adotada pelos seguintes Organismos Europeus de Normalização (OEN), reconhecidos pela União Europeia (EU) e pela Associação Europeia de Livre Comércio (EFTA): o Comité Europeu de Normalização (CEN), o Comité Europeu de Normalização Eletrotécnica (CENELEC) e o Instituto Europeu de Normalização das Telecomunicações (ETSI).^{63,64}

O CEN é uma associação com mais de 50000 técnicos especializados em diversas áreas, que agrega as organizações nacionais de normalização de 34 países europeus.⁶⁴ Em 2010, o CEN e o CENELEC, uma associação fundada em 1973 com o intuito de desenvolver normas na área da engenharia eletrotécnica, consolidaram a sua colaboração ao criar o Centro de Gestão CEN-CENELEC (CCMC) em Bruxelas.^{65,66} São associações sem fins lucrativos que, trabalhando conjuntamente, permitem a criação de uma plataforma de desenvolvimento de normas europeias numa ampla variedade de setores.^{66,67}

O CEN e o CENELC cooperam ainda, respetivamente, com a Organização Internacional de Normalização (ISO) e com a Comissão Eletrotécnica Internacional (IEC). A ISO é uma organização independente e não-governamental criada em 1946 e que se define como uma rede de 161 organizações nacionais de normalização que se encontram associadas e representam a ISO no seu país. O seu principal intuito é facilitar a gestão e harmonização de normas industriais internacionais, existindo, para tal, 780 comités técnicos e subcomités encarregues dessa tarefa.⁶⁸ Apesar de não ser um organismo certificador, a ISO apresenta um comité específico para o tratamento de temas relacionados com a avaliação de conformidade e que publica normas relativas ao processo de certificação, o Comité de Avaliação de Conformidade da ISO (CASCO).^{69,70} A IEC foi fundada em 1906 e é uma organização líder a nível mundial no

desenvolvimento e publicação de normas internacionais no âmbito dos setores elétrico, eletrónico e tecnologias afins, contando com o contributo de cerca de 20000 especialistas.⁷¹

4.1.2. Organizações Nacionais

No âmbito nacional, o Instituto Português da Qualidade (IPQ) é a organização responsável pela gestão, coordenação e desenvolvimento do SPQ. Entende-se por SPQ como o conjunto integrado de entidades e organizações interrelacionadas e interatuantes que, seguindo princípios, regras e procedimentos aprovados a nível internacional, promove e impulsiona a qualidade em Portugal. Este sistema está encarregue de administrar três subsistemas: O subsistema da normalização, responsável pelo desenvolvimento de normas, bem como outro tipo de documentos de carácter normativo de âmbito nacional, europeu e internacional; o subsistema da qualificação, encarregue de enquadrar procedimentos como acreditação, certificação, bem como outras relativas a reconhecimento de competências e avaliação de conformidade, no âmbito do SPQ; o subsistema da metrologia, responsável pela garantia do rigor e exatidão em medições efetuadas, não comprometendo a sua rastreabilidade e comparabilidade a nível nacional e internacional, recorrendo ainda à realização, manutenção e desenvolvimento de padrões das unidades de medição.⁷²

O IPQ é a entidade que se assume como Organismo Nacional de Normalização (ONN) e como Instituição Nacional de Metrologia. Para além de se responsabilizar pelo SPQ, tem também como missão a coordenação de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe forem assinalados por lei, assim como promover e organizar atividades que contribuam para a demonstração da credibilidade da ação dos agentes económicos e o desenvolvimento de atividades no âmbito da sua função como laboratório nacional de metrologia.⁷³ Assim, o IPQ tem como objetivo garantir a "procura da qualidade de produtos e serviços para o aumento da qualidade de vida dos cidadãos, aumento da competitividade das atividades económicas num contexto de progressiva liberdade de circulação de bens".⁷² O IPQ é ainda o representante de Portugal em várias estruturas europeias e internacionais pertinentes para aquilo que são as suas funções, tais como no CEN, no CENELEC, na IEC, na *Conference General des Poids et Mesures*, na *International Organization for Legal Metrology* (OIML) e na ISO.⁷³

4.2. Requisitos de Gestão

4.2.1. Organização

A organização deve ser uma entidade cuja identificação jurídica esteja devidamente comprovada num documento legal apropriado. Tem como responsabilidade o cumprimento dos requisitos da norma mencionada e a satisfação das necessidades dos clientes e das restantes partes interessadas, no âmbito da execução dos seus ensaios e/ou calibrações.

Deverá ser criado um Manual da Qualidade (MQ) onde é referido o SG do laboratório, identificando as unidades permanentes, temporárias e móveis associadas às suas atividades acreditadas. No caso da organização ser parte integrante de uma empresa que gere também outro tipo de atividades, deverá ser referenciado num documento todas as atividades que possam desencadear um conflito de interesses, identificando as responsabilidades dos elementos da empresa. Deverão ser ainda criadas cláusulas por escrito que previnam os órgãos de gestão e o pessoal de sofrerem eventuais pressões internas/externas, bem como cláusulas de confidencialidade, políticas e procedimentos que garantam a proteção de informação confidencial e dos direitos de propriedade dos seus clientes.

É sugerida a criação de um organigrama relativo à organização e estrutura de gestão do laboratório e a definição por escrito de autoridades da gestão da organização.^{45,46}

Deste modo, a *Silliker Portugal, SA* assume o compromisso de cumprir os requisitos desta norma na realização dos seus ensaios, bem como de satisfazer as necessidades dos clientes, das entidades regulamentadoras ou das organizações encarregues de conceder reconhecimento.¹¹

4.2.2. Sistema de Gestão

A organização deve definir, implementar e manter um SG adequado, documentando todas as suas políticas, sistemas, programas, procedimentos, instruções, funções e responsabilidades da gestão técnica e do gestor da qualidade, de modo a estar acessível ao pessoal relevante e tendo em vista a garantia da qualidade dos resultados dos seus ensaios e/ou calibrações e a satisfação do cliente. O SG da *Silliker Portugal, SA* encontra-se estruturado com base no suporte documental designado na tabela 3.

Tabela 3: Suporte documental da Silliker Portugal, SA, e respetivas funções.¹¹

Suporte Documental	Função
Manual da Qualidade (MQ)	Descreve a estrutura documental utilizada, apresenta a empresa e a sua política de qualidade e define os objetivos do SG.
Procedimentos de Gestão de Qualidade (PGQ)	Descrevem o modo como são aplicados os requisitos do SG no laboratório.
Procedimentos de Controlo de Qualidade (PCQ)	
Procedimentos Gerais do Laboratório (PGL)	Descrevem as regras gerais de funcionamento do laboratório.
Procedimentos Relativos aos Ensaios Laboratoriais: Análises Microbiológicas (PAM) Análises Físico-Químicas (PAFQ)	Descrevem o modo de realização dos ensaios laboratoriais.
Procedimentos Relativos ao Equipamento: Utilização (PEQ) Manutenção (PME) Calibração (PCE)	Descrevem o modo de funcionamento dos aparelhos e estabelecem as regras para a sua manutenção e calibração.
Registos, Impressos e outros documentos	Constituem o suporte para a organização e sistematização dos registos do sistema da qualidade.

Uma das formas de documentar a delineação de autoridades e atribuição de responsabilidades da empresa é através de um organigrama representativo dessa estrutura. (figura 6).

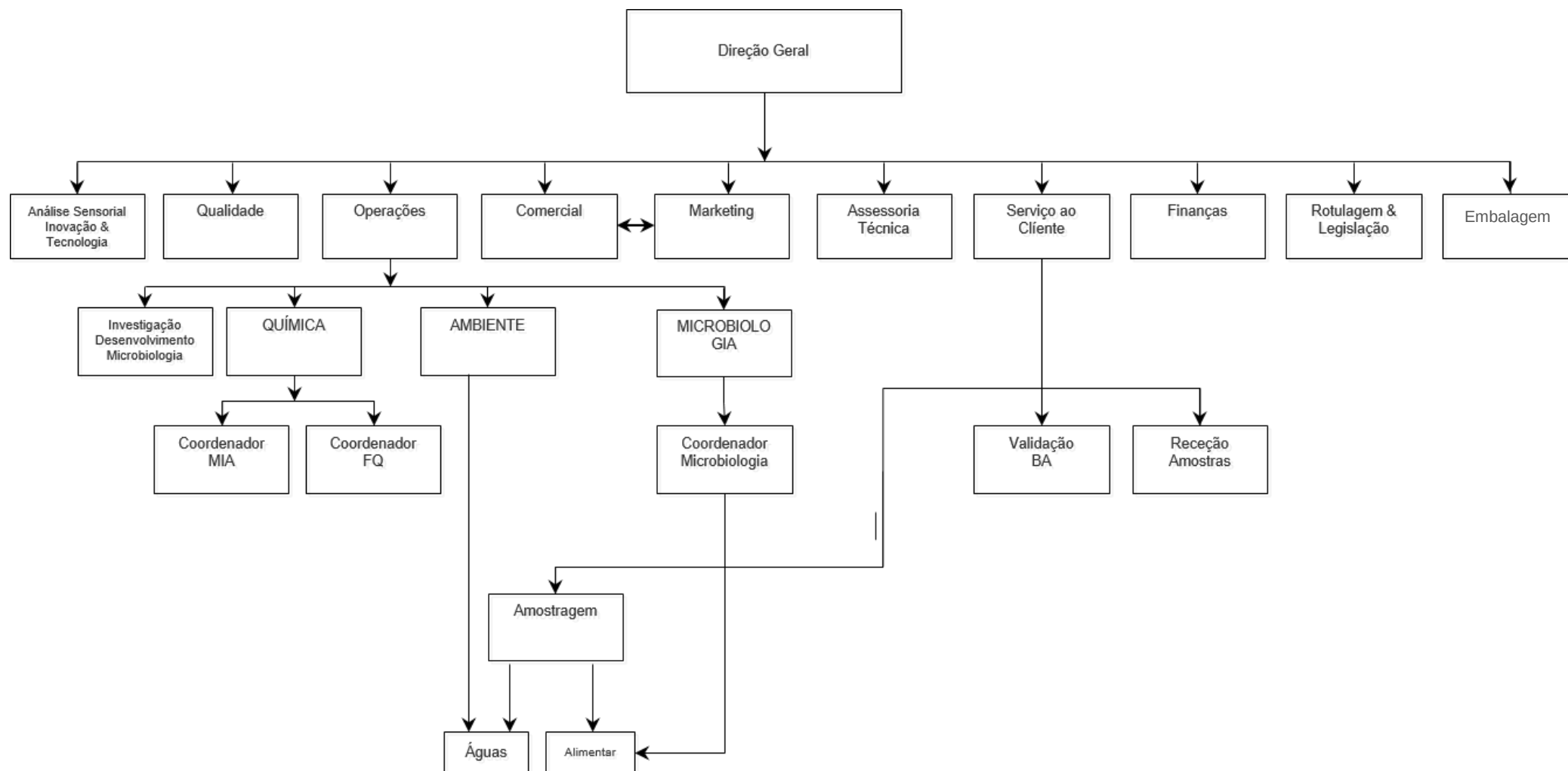


Figura 6: Organograma representativo da estrutura referente a autoridades e responsabilidades da Silliker Portugal, S.A ¹¹

O MQ deve incorporar as políticas definidas para o SG do laboratório relacionadas com a qualidade, uma declaração da política da qualidade e os objetivos globais definidos para estas políticas.

A melhoria contínua deve ser um compromisso da gestão de topo, que deverá participar ativamente nesses processos e garantir a integridade do SG quando são previstas e/ou efetuadas modificações ao mesmo.^{45,46}

4.2.3. Controlo dos Documentos

Todos os documentos que integram o SG, internos ou externos, deverão ser controlados, bem como revistos, atualizados e aprovados antes da sua emissão e distribuição ao pessoal devidamente autorizado. Os documentos que se identifiquem como obsoletos deverão ser submetidos a procedimentos que garantam a inutilização dos mesmos. Todas as alterações efetuadas aos documentos deverão ser devidamente identificadas, rubricadas e datadas.^{45,46}

4.2.4. Análise de Consultas, Propostas e Contratos

Os requisitos relativos à análise de consultas, propostas e contratos deverão estar devidamente definidos, documentados e compreendidos, transmitindo a garantia ao cliente de que o laboratório possui os recursos necessários para satisfazer estes requisitos e garantindo que é selecionado o método a utilizar necessário e capaz de satisfazer o cliente.

Todas as diferenças existentes entre a consulta, proposta e/ou contrato deverão ser debatidas antes da realização de qualquer serviço, devendo este estar em concordância com os objetivos de ambas as partes interessadas.

Deverá ser mantido um registo de diálogos pertinentes mantidos com os clientes, bem como registos de análises ou alterações significativas aos contratos, durante o período de execução dos mesmos. No caso de existir a necessidade de alguma modificação no contrato após a assinatura do mesmo, o mesmo processo de análise contratual deverá ser efetuado, bem como comunicadas quaisquer modificações a todas as partes interessadas.^{45,46}

4.2.5. Subcontratação de Ensaios e Calibrações

Todos os laboratórios subcontratados deverão atuar em conformidade com esta norma, pelo que deverão ser acreditados para o respetivo ensaio requerido. O laboratório deverá manter um registo da comprovação da conformidade destes subcontratados com a norma, bem como deverá manter registos de todo o trabalho subcontratado efetuado. O cliente deverá ser informado pelo laboratório da subcontratação efetuada e, se assim for exigido, obter a sua aprovação para o fazer.

A responsabilidade sob o trabalho subcontratado recai no laboratório, excetuando quando o laboratório subcontratado é designado pelo cliente ou por uma entidade regulamentadora para executar o ensaio pretendido.^{45,46}

4.2.6. Aquisição de Produtos e Serviços

Deverá existir uma política, bem como procedimentos descritos, para a seleção e compra dos produtos e serviços relevantes para os ensaios e calibrações a que o laboratório recorre. Todos os fornecedores a que o laboratório recorre deverão ser avaliados, sendo que o laboratório deverá manter um registo destas avaliações, bem como uma seleção dos fornecedores aprovados.

Todos os produtos, reagentes e consumíveis adquiridos deverão ser submetidos a uma inspeção antes de serem utilizados no laboratório. Esta inspeção deverá ser registada e os registos deverão ser mantidos.

Os documentos associados aos produtos e serviços adquiridos pelo laboratório deverão incluir dados que descrevam a encomenda efetuada, assim como serem submetidos a um processo de análise e aprovação por um responsável competente relativamente ao seu conteúdo técnico.^{45,46}

4.2.7. Serviço ao Cliente

A cooperação para com os clientes ou com os seus representantes em qualquer esclarecimento necessário ou pedido de acompanhamento quanto ao trabalho desempenhado pelo laboratório deverá estar presente, sob a condição de confidencialidade para com outros clientes. Deverá ser procurado junto dos clientes um juízo de valor relativamente ao trabalho desempenhado pelo laboratório, de modo a

propiciar uma melhoria contínua do SG da organização, das atividades de ensaio e/ou calibração e do serviço ao cliente.^{45,46}

4.2.8. Reclamações

Deverá ser mantido um registo das reclamações efetuadas por clientes ou terceiros relativamente a atividades acreditadas, bem como de investigações e ações corretivas desenvolvidas pelo laboratório. Todo este processo deverá ter por base uma política e procedimentos propostos para a resolução destas reclamações, que poderão ser vistas como oportunidades de melhoria. A entidade que apresentar a reclamação deverá ser informada do tratamento e conclusão da mesma.^{45,46} Todos os colaboradores da *Silliker Portugal, SA* deverão ser sensibilizados para a relevância do tratamento de não conformidades, e, particularmente, das reclamações.¹¹

4.2.9. Controlo de Trabalho de Ensaio e/ou de Calibração Não Conforme

Quando se detetar a existência de trabalho que não esteja em conformidade com os procedimentos definidos pelo laboratório ou com os requisitos definidos com o cliente, o laboratório deverá apresentar uma política e procedimentos que garantam a identificação de responsabilidades e autoridades na gestão de não conformidades, tomando ações sempre que forem detetadas, registando-as e executando correções imediatas ou aceitando o trabalho não conforme, justificadamente. Deverão também ser apresentadas avaliações da significância do trabalho não-conforme, assim como uma indicação do responsável pela autorização da retoma dos trabalhos.

Se a avaliação efetuada revelar a possibilidade de voltar a acontecer não conformidades ou se não existir segurança quanto à conformidade do funcionamento do laboratório ou da execução dos seus procedimentos, deverá ser efetuada uma análise de causas, seguida da implementação de ações corretivas pertinentes.^{45,46}

4.2.10. Melhoria

A política da qualidade, os objetivos da qualidade, os resultados de auditorias, a análise de dados, as ações corretivas e preventivas e a revisão pela gestão deverão ser recursos da melhoria contínua da eficácia do SG do laboratório, que poderá ser implementada através de projetos, aumentando a probabilidade de atingir a satisfação dos clientes e das restantes partes interessadas. Deverão existir indicadores mensuráveis e um conjunto de objetivos a alcançar, de modo a que seja possível um acompanhamento sistemático do progresso conseguido relativamente aos objetivos designados, garantindo, assim, que o SG implementado é apropriado e eficaz.^{11,45,46}

4.2.11. Ações Corretivas

A implementação de ações corretivas a trabalho não conforme ou a desvios detetados a políticas e procedimentos alusivos ao laboratório deverá ser efetuada por responsáveis com designada autoridade para tal. Tal consistirá primeiramente numa análise de causas, onde se investiga e regista quais as causas profundas que geraram a necessidade de ações corretivas.

A seleção das possíveis ações corretivas a aplicar deverá ter como prioridade a maximização da eliminação do problema e o impedimento da sua repetição. Estas deverão ser devidamente documentadas, bem como o resultado da avaliação da sua eficácia.

Se a deteção de problemas suscitar a dúvida de que o laboratório não está a atuar em conformidade nas suas atividades com as suas políticas definidas ou com a norma, deverá ser realizada uma auditoria interna a essas atividades.^{45,46}

4.2.12. Ações Preventivas

As potenciais causas de não conformidade e as respetivas melhorias requeridas devem ser identificadas e incorporadas no desenvolvimento, implementação e acompanhamento de planos de ação de redução da eventualidade de ocorrência dessas não conformidades, com o objetivo de maximizar as oportunidades de melhoria. Este procedimento é também exigido no caso de ser necessário a aplicação de ações preventivas que evitem o aparecimento de não conformidades ou que atuem na

promoção da melhoria. A metodologia associada à aplicação de ações preventivas deve consistir na prática destas ações e na sua monitorização, de modo a garantir a sua eficácia.^{45,46}

4.2.13. Controlo de Registos

Determina-se que o laboratório deverá criar metodologias de identificação, recolha, indexação, acesso, arquivo, armazenamento, manutenção e eliminação de registos técnicos e de qualidade, que deverão executar e registar de forma permanente e legível, num local seguro e de fácil acesso, onde fiquem devidamente preservados durante um período definido. Deverão ainda existir no laboratório procedimentos relativos à proteção e obtenção de cópias de segurança dos registos armazenados em suporte eletrónico. Os registos associados a auditorias internas, revisões pela gestão e ações corretivas e/ou preventivas pertencem ao departamento da qualidade. Os registos relativos a observações, dados ou cálculos deverão ser efetuados logo que possível.

As cópias originais dos registos, e de todas as resultantes dos mesmos e pertinentes para a realização de auditorias verticais, bem como os registos relativos a calibrações e ao pessoal, devem ser conservadas durante um dado período. Tal também se aplica às cópias de relatórios de ensaio e/ou certificados de calibração emitidos.

Os registos relativos a calibrações e/ou ensaios devem conter dados que possibilitem a identificação de fatores que afetem a incerteza e a repetição da calibração e/ou ensaio em condições semelhantes às efetuadas originalmente, bem como a identificação dos responsáveis pela amostragem, pela realização das calibrações e/ou ensaios e pela verificação dos resultados dos mesmos.

Os erros detetados nos registos manuscritos deverão ser apenas traçados, de modo a que continuem legíveis, submetendo uma emenda assinada ao seu lado. Nos registos eletrónicos deverá ser aplicado um método que equivalentemente permita a conservação dos dados originais alterados.^{45,46}

4.2.14. Auditorias Internas

A realização de auditorias internas às atividades praticadas no laboratório deverá ser periódica e de acordo com um programa destinado ao SG, cujo cumprimento é da responsabilidade do gestor da qualidade, contendo também processos associados e

definidos pré-estabelecidos, de modo a verificar se os laboratórios continuam a executar as suas atividades em conformidade com o SG e com a norma mencionada. A sua execução deverá estar a cargo de pessoal devidamente qualificado e treinado e, se possível, independente da atividade a auditar, que deverá implementar uma ação corretiva se assim verificar conveniente e necessário. Se as avaliações demonstrarem a hipótese dos resultados laboratoriais poderem ter sido afetados, os clientes deverão ser notificados por escrito.

Deverão ser feitos registos da área de atividade auditada, bem como constatações da auditoria e ações corretivas monitorizadas advindas da mesma, evidenciando que todos os requisitos da norma foram auditados, assim como todas as áreas técnicas acreditadas.^{11,45,46}

4.2.15. Revisões pela Gestão

A gestão de topo deve assegurar um programa e metodologia pré-estabelecidas para uma revisão periódica, preferencialmente anual, do SG e das atividades do laboratório, de modo a garantir a continuidade do seu ajuste à norma e da eficácia do mesmo, conduzindo a possíveis alterações ou melhorias no SG. As áreas de revisão do SG devem abranger a adequação das políticas e procedimentos, os relatórios do pessoal dirigente e supervisor, os resultados das auditorias internas recentes, as ações corretivas e preventivas, as avaliações efetuadas por organismos externos, os resultados de comparações interlaboratoriais ou de ensaios de aptidão, as alterações do volume e do tipo de trabalho, o retorno de informação dos clientes, as reclamações, as recomendações de melhoria, bem como outros fatores relevantes, que incluem atividades de controlo de qualidade, recursos e formação do pessoal.

Todos os resultados obtidos devem ser registados, assim como as decisões tomadas resultantes dos mesmos, que devem ser colocadas em prática dentro de prazos definidos.^{45,46}

4.3. Requisitos Técnicos

4.3.1. Generalidades

Os ensaios e/ou calibrações realizados num laboratório devem gerar resultados exatos e fiáveis, que podem ser influenciados por aspetos humanos, pelas instalações e condições ambientais, por métodos de ensaio e calibração e validação de métodos, pelo equipamento, pela rastreabilidade das medições, pela amostragem e pelo manuseamento de itens a ensaiar ou calibrar. Estes parâmetros contribuem para a incerteza total das medições, que, por sua vez, depende do número e tipo de ensaios e/ou calibrações executadas. A elaboração de metodologias e procedimentos de ensaio e/ou calibração, bem como a formação e qualificação do pessoal e a seleção e calibração do equipamento em uso deve ter em conta as possíveis variações decorrentes dos fatores mencionados.^{45,46}

4.3.2. Pessoal

Todos os colaboradores das atividades da empresa deverão ter a devida qualificação e competência para o fazer, devendo estar registado num documento, e referenciado no MQ, as qualificações mínimas aceites para cada cargo/função na empresa, bem como as descrições das funções de cada colaborador. Deverá ser garantida uma supervisão adequada a todo o pessoal que se encontrar em processo de formação, podendo esta formação ser fornecida através de entidades externas ou internas. A eficácia da formação transmitida deverá ser avaliada e comprovada quando esta se considerar como sendo relevante.

Os colaboradores do laboratório deverão ser efetivos ou contratados pelo mesmo. Deverão ainda ser efetuados registos de autorizações, competência, escolaridade e qualificação profissional, formação, perícia e experiência de todos os colaboradores técnicos, incluindo os contratados. Estes registos deverão ser de fácil acesso e conter a data da confirmação da autorização e/ou competência. Quando um colaborador cessa as suas funções na empresa, os interesses da *Silliker Portugal, SA*, deverão ser assegurados de salvaguarda.^{11,45,46}

4.3.3. Instalações e Condições Ambientais

Devem ser garantidas instalações, fontes de energia, iluminação, condições ambientais e outros aspetos relevantes, adequados para a correta execução de ensaios e/ou calibrações no laboratório. As condições ambientais existentes no laboratório não deverão causar a invalidação de resultados ou diminuir a qualidade das medições que os reproduzem, devendo todos os casos ou circunstâncias em que tal aconteça estar reportados. Deverão ser efetuadas monitorizações, processos de controlo e registos das condições ambientais de acordo com o exigido documentalmente, ou quando a qualidade dos resultados é afetada.

Quando as atividades executadas são incompatíveis, deverão existir separações permanentes entre as áreas onde se realizam. O laboratório deverá garantir ainda a devida limpeza e arrumação das instalações, devendo ser definidos procedimentos especiais quando assim se justifique.^{45,46}

Deverão estar descritas as tarefas a realizar diariamente à entrada e saída do laboratório, bem como definido o planeamento de segurança da empresa. Deverão ainda salientar-se alguns perigos a que os colaboradores presentes no laboratório estão sujeitos e descritas informações sobre o que fazer em caso de acidentes, e como evitá-los.¹¹

4.3.4. Métodos de Ensaio e Calibração e Validação dos Métodos

O laboratório deverá ser responsável pelo recurso a métodos e procedimentos relativos à amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento e preparação dos itens a ensaiar e/ou calibrar adequados, efetuando ainda, quando relevante, uma estimativa da incerteza da medição e uma análise estatística dos dados obtidos através das medições. Todos os equipamentos considerados significativos para as atividades do laboratório devem estar acompanhados de instruções sobre a sua utilização e funcionamento, bem como as práticas de manuseamento e preparação dos itens a analisar. As instruções, normas, manuais e dados de referência disponibilizados no laboratório deverão estar atualizados, devendo quaisquer alterações aos mesmos estar devidamente documentados, justificados a nível técnico, autorizados e aceites pelo cliente. Os métodos praticados no laboratório devem estar, de preferência, publicados em normas internacionais, regionais ou nacionais, devendo ser utilizadas as últimas edições das mesmas, sempre que seja apropriado e possível, desde que o laboratório

prove a sua competência na utilização de métodos normalizados. Poderão ainda ser utilizados métodos publicados por organismos técnicos reconhecidos, em revistas e artigos científicos, referidos por fabricantes de equipamentos, ou métodos desenvolvidos internamente ou adotados pelo laboratório, quando adequados e validados, devendo o cliente ser sempre informado e autorizar o método utilizado. Todos os procedimentos efetuados na validação de métodos, tal como os resultados obtidos, devem ser registados, devendo também ser escrita uma declaração quanto à pertinência do método para a utilização em questão.

Deverão ser identificadas quais as componentes associadas às medições a considerar e quais as que poderão ser desprezadas. Quando não é possível fazer uma estimativa rigorosa da incerteza, o laboratório deverá evidenciá-lo.

Todos os cálculos e transferências de dados efetuados deverão estar sujeitos a verificações adequadas e sistemáticas. A utilização de computadores ou de aparelhos automatizados para aquisição, processamento, registo, apresentação, armazenamento ou recuperação de dados de medições, é permitida, devendo ser garantido o uso de *software* adequado para o efeito, bem como a proteção de dados e a manutenção dos equipamentos em uso num local em que as condições ambientais e de funcionamento não interfiram na integridade dos dados das análises.^{45,46}

4.3.5. Equipamento

Todo o equipamento necessário à execução conforme dos métodos de amostragem, medição e ensaio deverá estar disponível no laboratório, sendo que cada item do mesmo e/ou respetivo *software* deverão estar devidamente identificados. Tanto o equipamento como o seu *software* devem ser capazes de atingir a exatidão exigida nas atividades laboratoriais executadas e de cumprir com especificações relevantes para os métodos em questão. Para tal, deverá existir uma calibração e/ou verificação anterior à sua entrada no serviço.

Apenas o pessoal autorizado deverá estar responsável pelo funcionamento do equipamento, devendo ter acesso a instruções atualizadas relativas à sua utilização e manutenção.

Todos os itens e/ou *software* integrantes de um equipamento deverão ter associados registos relevantes à atividade laboratorial, tais como o nome do fabricante, a identificação do modelo e o número de série, as verificações do cumprimento da especificações exigidas, a sua localização (quando apropriado), as instruções do

fabricante (se disponíveis) ou a sua localização, as datas, resultados e cópias dos relatórios e certificados das calibrações, ajustes, critérios de aceitação e data prevista da próxima calibração, um plano de manutenção, se necessário, e as manutenções realizadas até então e quaisquer danos, avarias, modificações ou reparações efetuadas.

Os equipamentos que sofreram qualquer tipo de deficiência ou desvio relativamente às especificações exigidas, deverão ser colocados fora de serviço e etiquetado como tal, ou isolado.

Os equipamentos para os quais sejam exigidas calibrações periódicas deverão ser etiquetados de diferente modo, de modo a identificar o estado de calibração. Deverão ser igualmente efetuadas verificações intermédias das suas características metrológicas ou funcionais, sendo devidamente justificadas quando não se efetuam. Deverão, ainda, existir meios de proteção contra ajustes que possam afetar indevidamente os resultados de ensaio e/ou calibração, podendo, no entanto, ser efetuados ajustes no equipamento se o objetivo for o de manter, repor ou melhorar o seu funcionamento.^{45,46} Os critérios definidos para a aceitação do erro máximo admitido (EMA) em instrumentos de pesagem, de acordo com os critérios de metrologia legal, deverão estar descritos.¹¹

4.3.6. Rastreabilidade das Medições

Todos os equipamentos existentes no laboratório, que tenham como finalidade a realização de ensaios e/ou calibrações e afetem de forma relevante os resultados obtidos, deverão ser submetidos a uma calibração prévia à sua entrada no serviço.

As calibrações deverão ser efetuadas de modo a garantir a rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades, recorrendo a padrões exclusivos ou instrumentos de medição ao sistema SI que são submetidos a sucessivas calibrações ou comparando os padrões mencionados a padrões primários relevantes das unidades SI. Quando as calibrações são efetuadas externamente, deverão ser da responsabilidade de laboratórios competentes e que demonstrem ser capazes de fazer as medições e rastrear. Nos certificados de calibração emitidos deverão ser indicados os resultados obtidos, não esquecendo a incerteza da medição e/ou uma declaração de conformidade.

Relativamente a padrões de referência, estes devem igualmente ser calibrados por uma entidade competente, que garanta a viabilidade do seu uso em calibrações. Os materiais de referência devem, preferencialmente, ser rastreados às unidades SI ou a materiais de referência certificados. Estes devem ser ainda manuseados, transportados,

armazenados e utilizados segundo procedimentos que os protejam de qualquer tipo de danos à sua integridade.

Deverão ser definidos procedimentos de verificações intermédias que garantam a solidez do estado de calibração de padrões de referência, padrões primários e padrões de trabalho.^{45,46}

4.3.7. Amostragem

O plano e procedimentos de amostragem devem ser de fácil acesso aos colaboradores no local da atividade. Neles, deverá ser evidenciado quais os parâmetros que devem estar sob controlo, de modo a garantir a qualidade dos resultados dos ensaios e/ou calibrações, sendo baseados em métodos estatísticos sempre que aplicável.

Todas as indicações e alterações sugeridas pelo cliente deverão ser registadas em documento, inclusive todos os que apresentarem resultados de ensaios e/ou calibrações, e ser divulgados a todos os colaboradores de interesse.

Deverá ser definido qual o procedimento de amostragem em aplicação, a identificação dos colaboradores inseridos nesta atividade, as condições ambientais, sempre que relevante, meios para identificar o local de amostragem e as técnicas estatísticas associadas aos procedimentos utilizados, se for aplicável.^{45,46}

4.3.8. Manuseamento dos Itens a Ensaiar ou Calibrar

Todos os itens a ensaiar e/ou calibrar deverão ser devidamente identificados durante o seu período de utilização no laboratório. Na sua receção, quaisquer defeitos ou desvios do expectável deverão ser registados, e no caso de existir dúvidas quanto à sua aplicação em determinado método ou ao seu funcionamento, deverão ser requisitadas mais informações ao cliente, as quais deverão também ser registadas.

Devem estar descritos procedimentos de proteção aos itens em causa, bem como disponíveis instalações adequadas ao seu armazenamento, manuseamento e preparação, de modo a salvaguardar os interesses do cliente e da *Silliker Portugal, SA*. As instruções de manuseamento fornecidas juntamente com o item deverão ser respeitadas e quando estes tiverem de ser armazenados e/ou condicionados em determinadas condições ambientais, estas deverão ser praticadas, monitorizadas e

registadas. Também o laboratório deverá ter condições de segurança e armazenamento que permitam a manutenção da integridade do item em análise.^{11,45,46}

4.3.9. Garantir a Qualidade dos Resultados de Ensaio e Calibração

Os ensaios e/ou calibrações efetuados no laboratório deverão ser sujeitos a procedimentos que garantam o controlo de qualidade destas atividades, de forma a existir uma monitorização, e posterior validação, das mesmas. Tais procedimentos deverão estar documentados, bem como referenciados no MQ. Os resultados obtidos através destes procedimentos deverão ser registados e analisados. A monitorização efetuada a estas atividades poderá incluir o uso regular de materiais de referência certificados e/ou um controlo de qualidade interno (recorrendo a materiais de referência secundários), participações em programas de comparação interlaboratorial ou ensaios de aptidão, a realização das atividades em replicado, a repetição de ensaios e/ou calibrações de itens retidos e a correlação de resultados de características distintas de um dado item.

Quando os critérios definidos para o controlo de qualidade não são alcançados, deverão ser praticadas medidas de correção do problema e impedir a emissão de resultados inválidos.^{45,46}

4.3.10. Apresentação dos Resultados

Os resultados obtidos das atividades praticadas no laboratório deverão ser apresentados de forma exata, clara, inequívoca e objetiva, tendo igualmente em conta as indicações exigidas pelos métodos de ensaio ou calibração em causa. Estes deverão ser apresentados em relatórios de ensaio ou em certificados de calibração.

Sempre que se incluam opiniões ou interpretações, estas devem ser devidamente fundamentadas e claramente assinaladas como tais.

Todas as emendas efetuadas a relatórios de ensaio ou certificados de calibração após a sua emissão implicam a emissão de um novo documento, com referência ao documento original.^{45,46}

Deverão ser estabelecidas metodologias e regras para a validação de resultados analíticos e emissão de boletins analíticos, bem como para a gestão de resultados equívocos e questionáveis.¹¹

5. Auditorias

Os SGQ são responsáveis pelos mecanismos que desenvolvem e distribuem produtos e serviços aos clientes. Se estes sistemas dependerem dos clientes para os informar acerca da eficácia do seu controlo de qualidade, poderá ser tarde demais e correm o risco de perder um consumidor, no caso da consideração do cliente ser negativa. Assim, um SGQ eficaz deverá incluir regularmente verificações, testes e metodologias para ações corretivas, que poderão advir de práticas denominadas de auditorias.⁷⁵ Uma auditoria é um processo sistemático, independente e documentado que tem como objetivo obter evidências objetivas que possam ser contrapostas a uma série de princípios, procedimentos ou requisitos que visam ser cumpridos, contribuindo para que uma auditoria seja uma ferramenta de gestão eficaz e fidedigna na manutenção de políticas e regulamentos de gestão de uma organização.^{21,76,77} Trata-se de uma avaliação objetiva planeada e programada que contribui para a melhoria contínua do desempenho das organizações auditadas, identificando não conformidades e fornecendo informações que se tornam uma base para a tomada de medidas corretivas que permitam um aperfeiçoamento da *performance* de SGQ certificados/acreditados.^{21,75,76,77,78} Para tal, seleciona-se uma amostra representativa das atividades da organização, retratando, desta forma, o estado do seu SGQ.⁷⁸ Os resultados da auditoria irão, também, influenciar a programação de futuras auditorias, podendo existir uma auditoria de seguimento, caso sejam implementadas medidas corretivas resultantes da realização de uma dada auditoria.^{74,79,80} Estas atividades de seguimento permitem a verificação e registo da implementação e eficácia das ações corretivas tomadas.⁴⁶

A auditoria pode ser executada por qualquer pessoa que integre a organização, desde que a sua área de trabalho seja independente da área a ser auditada, minimizando, assim, possíveis conflitos de interesses, e esta possua o devido treino, capacidade e qualificação para executar uma auditoria.^{74,76,77} Contudo, em organizações pequenas nem sempre é possível atingir uma total independência dos auditores em relação à área auditada, devendo os auditores, ainda assim, fazer um esforço para conseguir o máximo de objetividade possível na sua avaliação.⁷⁵ Podem ser efetuadas não só a SGQ, como também a processos, produtos ou serviços.⁸¹

As auditorias podem ser conduzidas segundo uma abordagem horizontal ou vertical. As auditorias horizontais acompanham um processo desde o seu começo até ao seu término, tendo como especial foco os procedimentos desse processo e podendo-se estender a variadas funções e/ou departamentos. São normalmente efetuadas no

âmbito de uma certificação/acreditação. Por outro lado, as auditorias verticais examinam em profundidade uma função ou departamento em particular, monitorizando a utilidade de todos os procedimentos relevantes que suportam determinada função ou atividade. São normalmente caracterizadas como auditorias internas.⁷⁴

Existem dois tipos de auditorias: as externas e as internas. Das auditorias externas identificamos as de segunda parte e as de terceira parte.⁷⁸ As auditorias de segunda parte são efetuadas por um cliente ou por uma organização contratada pelo cliente, podendo a auditoria ser executada por alguém que tenha a devida competência na organização contratada ou por uma agência externa contactada pela organização contratada. As auditorias de terceira parte são executadas por agências independentes reconhecidas como competentes para avaliar SGQ segundo documentos normativos, como organismos de certificação/acreditação ou alguns departamentos governamentais.^{74,78} Por outro lado, as auditorias internas, também conhecidas por auditorias de primeira parte, são auditorias realizadas pela organização aos seus próprios sistemas, procedimentos e instalações, recorrendo a pessoal próprio qualificado ou a auditores contratados.^{11,78} No âmbito deste tipo de auditorias, existem ainda as auditorias técnicas, que são auditorias realizadas, preferencialmente, por um analista aos ensaios efetuados no laboratório, garantindo que todos os métodos abrangidos pela acreditação são auditados em cada ciclo de acreditação.⁸²

5.1. Auditorias Internas

O laboratório deve realizar auditorias internas às suas atividades de modo a verificar se as operações que executa continuam a satisfazer os requisitos do SG e da norma NP EN ISO/IEC 17025, assim como identificar e corrigir possíveis deficiências existentes. Estas auditorias devem ser realizadas periodicamente e segundo um programa e procedimento pré-estabelecidos, que deve incluir todos os elementos do SG, evidenciando que todos os requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025 e áreas técnicas abrangidas ou a abranger pela acreditação estão incluídos no ciclo de auditoria.^{45,46} É recomendado que o ciclo deste tipo de auditorias seja concluído em intervalos de 12 meses, sendo que se este período for ultrapassado o laboratório deverá apresentar motivos válidos que o justifique.⁴⁵ É, geralmente, da responsabilidade do Gestor da Qualidade a seleção, treino e gestão dos auditores da qualidade que a irão executar, bem como o planeamento e a coordenação da mesma.^{46,74} Geralmente, este tipo de auditorias é calendarizado e anunciado com uma antecedência de, pelo menos,

duas semanas relativamente à data prevista da sua realização, podendo, sob condições excepcionais, ser efetuado sem qualquer aviso prévio.⁸²

Este tipo de auditorias pode ser realizado por pessoas que pertençam ao *staff* do próprio laboratório ou elementos externos, com o devido acompanhamento de um responsável superior, desde que a iniciativa de iniciar e concluir as auditorias pertença ao laboratório, existam evidências de que o auditor ou a equipa auditora possua a competência para o fazer, estando devidamente qualificada para a norma NP EN ISO/IEC 17025 e para os métodos de ensaio e/ou calibração e que as auditorias sejam eficazes.^{45,82} A independência destes auditores pode ser comprovada pela não responsabilidade pela área a auditar.¹¹

O laboratório deve implementar medidas corretivas atempadas quando a auditoria suscitar dúvidas sobre a eficácia das suas operações ou no rigor ou validade dos resultados obtidos nos seus ensaios e/ou calibrações. Se a auditoria averiguar que os resultados obtidos pelo laboratório possam ter sido afetados, os clientes deverão ser informados da situação por escrito.⁴⁶ A identificação de não conformidades deve ser conjugada com uma análise de causas que permita a sua correta gestão e uma resolução simples e direta, de modo a evitar que problemas que não sejam devidamente corrigidos resultem em repetições dessas não conformidades. Nalguns casos é possível que a correção executada elimine a causa da não conformidade, porém, quando tal não acontece, deverá ser efetuada a descrição e implementação da(s) ação(ões) corretiva(s) que proporcione(m) uma maior probabilidade de eliminação de ocorrência do mesmo tipo de não conformidade.⁸⁰

Aquando da realização da auditoria, deverão ser mantidos registos relativos ao programa de auditorias, das habilitações dos auditores responsáveis pela mesma, do relatório resultante e dos planos de medidas corretivas e verificação da sua eficácia.⁷⁹

No final da auditoria, o auditor ou a equipa auditora deverá elaborar um relatório onde apresenta os dados relativos à auditoria efetuada e que deverão incluir, no mínimo:

- ✓ Data de realização da auditoria e data de elaboração do respetivo relatório;
- ✓ Identificação do auditor ou equipa auditora;
- ✓ Identificação e registos do(s) analista(a) auditado(s);
- ✓ Registo das constatações da auditoria;
- ✓ Lista dos documentos auditados;
- ✓ Registos de ensaios e equipamentos auditados.⁸²

Na tabela 4 encontra-se exemplificada a estrutura de relatório de auditoria técnica utilizada na *Silliker* Portugal, SA:

Tabela 4: Relatório de auditoria técnica utilizado na Silliker Portugal, S.A..

					Método:	
					Data da auditoria:	
					Auditor(a):	
					Data da elaboração do relatório:	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?						
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?						
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.						
Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?						

Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?						

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?						

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?						

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?						
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?						

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?						
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?						

Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?						
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?						
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

5.2. Auditorias Realizadas no Laboratório de Química Clássica

A realização de uma auditoria a um método requer um estudo prévio do mesmo, de modo a que no decorrer da mesma se detenha o conhecimento necessário sobre a metodologia em avaliação, bem como uma devida identificação dos seus pontos críticos e procedimentos de controlo de qualidade exigidos. Para a realização da auditoria presencial, é necessário consultar a disponibilidade do analista, uma vez que é perentório que se acompanhe a execução do método na sua totalidade, incluindo a preparação da amostra, se possível. Este tipo de auditorias pode, ainda, ser conduzido durante vários dias, no caso de métodos que não possam ser concluídos em apenas um dia. Quanto às auditorias verticais, por consistirem na verificação da rastreabilidade dos resultados produzidos, a sua duração está totalmente dependente da pessoa que audita.

No decorrer deste estágio curricular, foram realizadas 6 auditorias, no Laboratório de Química Clássica das instalações da *Silliker Portugal, SA*, aos seguintes métodos físico-químicos:

- ✓ ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method), ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method) e ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method);
- ✓ NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total;
- ✓ NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda;
- ✓ ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method);
- ✓ PAFQ.372.2:2018 Latícínios. Determinação do teor de cálcio;
- ✓ ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.

5.2.1. Método ISO 3727 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat

5.2.1.1. Método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method)

Princípio do método: Secagem de uma quantidade de massa conhecida de manteiga na presença de pedra-pomes, a $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Pesagem do resíduo de massa seca obtido, de forma a ser determinada a perda em massa ocorrida.⁸³

Na tabela 5 encontram-se definidos os reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-1:2001:

Tabela 5: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-1:2001.

Reagentes	Equipamentos
Pedra-pomes	Câmara frigorífica
	Sondas de temperatura
	Frigorífico
	Banho
	Estufa de secagem
	Balança analítica
	Termohigrómetros
	Conta-minutos

No decorrer da auditoria presencial, foi evidenciado que o procedimento descrito na norma é cumprido na íntegra pela analista. Contudo, foram encontradas as seguintes não conformidades:

- ✓ Ausência de validação do impresso IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco, utilizado pela analista para introdução e tratamento de dados relativos ao método;
- ✓ Ausência de registo de manutenção semestral da câmara frigorífica 20B(1) no IQ.17 Registo de manutenção e anomalias do equipamento, tal como definido no PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores;
- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Foram abertas notas de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativas a todas as não conformidades identificadas e acima mencionadas. Implementaram-se, ainda, algumas correções a tomar no seguimento das não conformidades detetadas:

- ✓ Validação do impresso IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco;
- ✓ Atualização do procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores;
- ✓ Atualização dos dados de validação do método ISO 3727-1:2001.

Relativamente à auditoria vertical, não foram detetadas quaisquer não conformidades, pelo que toda a rastreabilidade efetuada se encontra atualizada e corretamente detalhada, assim como os cálculos determinados no impresso IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco e no LIMS se apresentam corretamente efetuados.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 1).

5.2.1.2. Método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content

Princípio do método: Evaporação de água de uma quantidade de massa conhecida de manteiga. Extração de gordura com éter de petróleo. Determinação da massa de substâncias residual.⁸⁴

Na tabela 6 encontram-se definidos os reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-2:2001:

Tabela 6: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método ISO 3727-2:2001.

Reagentes	Equipamentos
Éter de petróleo (40 – 60) °C	Câmara frigorífica
	Sondas de temperatura
	Frigorífico
	Banho
	Estufa de secagem
	Balança analítica
	Termohigrómetros
	Conta-minutos

Durante a realização da auditoria presencial, constataram-se algumas mudanças ao procedimento normativo por parte da analista, entre as quais a pesagem isolada da cápsula utilizada, quando a norma refere no ponto 8.1.3 a pesagem da cápsula em conjunto com a vareta de vidro após a sua secagem e posterior arrefecimento. Tal não foi efetuado por a analista não considerar a presença da vareta de vidro relevante no prato de pesagem naquele momento, não afetando o resultado final pois a pesagem final é igualmente efetuada sem a presença da mesma. Ainda, no ponto 8.3.1 da norma é referida a adição de 15 mL de éter de petróleo à amostra presente na cápsula, contudo a analista não mediu o volume de reagente adicionado rigorosamente, tendo recorrido a um gobelé de 400 mL para o efeito. A técnica refere que uma maior quantidade de reagente garante o total desengorduramento do cadinho, sem que tal afete o resultado obtido. Também no ponto 8.3.3 da norma menciona a adição de 25 mL de éter de petróleo pré-aquecido a 25 °C, no entanto esse pré-aquecimento não foi efetuado, tendo sido utilizado à temperatura ambiente. A analista afirma que este passo já foi testado utilizando o éter de petróleo a diversas temperaturas, não tendo observado qualquer alteração significativa no uso de éter de petróleo pré-aquecido relativamente a éter de petróleo à temperatura ambiente. Ainda neste passo, o volume de éter de petróleo foi

medido de forma não rigorosa com um gobelé de 400 mL, sendo a justificação semelhante à mencionada anteriormente. Todavia, apesar dos fatos apontados constituírem, efetivamente, mudanças à norma em questão, a Responsável Técnica da Qualidade considera que não possuem relevância suficiente para serem considerados não conformidades, sendo estas alterações aprovadas pela mesma.

Relativamente ao restante processo de avaliação que integra a auditoria presencial, foram encontradas algumas não conformidades, sendo elas:

- ✓ Ausência de validação do impresso IQ.90.2D Determinação de resíduo seco isento de matéria gorda, utilizado pela analista para introdução e tratamento de dados relativos ao método;
- ✓ Ausência de registo de manutenção semestral da câmara frigorífica 20B(1) no IQ.17 Registo de manutenção e anomalias do equipamento, tal como definido no PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores – não conformidade NC 1054/Q/Fev2018 já registada na auditoria realizada ao método ISO 3727-1:2001;
- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Foram abertas notas de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativas a todas as não conformidades identificadas e acima mencionadas, cujo registo ainda não estivesse efetuado. Implementaram-se, ainda, algumas correções a tomar no seguimento das não conformidades detetadas:

- ✓ Validação do impresso IQ.90.2D Determinação de resíduo seco isento de matéria gorda;
- ✓ Atualização dos dados de validação do método ISO 3727-2:2001.

Relativamente à auditoria vertical, não foram detetadas quaisquer não conformidades, pelo que toda a rastreabilidade efetuada se encontra atualizada e corretamente detalhada, assim como os cálculos determinados no impresso IQ.90.2D Determinação de resíduo seco isento de matéria gorda e no LIMS se apresentam corretamente efetuados.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 2).

5.2.1.3. Método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method)

Princípio do método: Cálculo do teor de gordura através da subtração das frações de massa de substâncias determinadas pelos procedimentos ISO 3727-1 e ISO 3727-2 à fração de massa total de substâncias (equivalente a 100%).⁸⁵

Para este método, foi apenas efetuada uma auditoria vertical, dado que o mesmo consiste num cálculo. No decorrer da mesma, identificou-se apenas a seguinte não conformidade:

- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Foi aberta uma nota de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativa à não conformidade identificada e acima mencionada. Implementou-se, ainda, a seguinte correção a tomar no seguimento da não conformidades detetada:

- ✓ Atualização dos dados de validação do método ISO 3727-3:2001.

Verificou-se que o cálculo determinado no LIMS se encontra corretamente efetuado.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 3).

5.2.2. Método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total

Princípio do método: Tratamento da amostra com solução de ácido clorídrico fervente para libertação da fração lipídica. Filtração, secagem da matéria gorda retida no filtro e extração pelo éter de petróleo. Eliminação do solvente por evaporação, secagem e pesagem do extrato.⁸⁶

Na tabela 7 encontram-se definidos os reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método NP 1974:2009:

Tabela 7: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método NP 1974:2009.

Reagentes	Soluções	Equipamentos
Ácido clorídrico 37%	Solução de ácido clorídrico 4N	Frigorífico
		Sondas de temperatura
		Estufa de secagem
		Placa de aquecimento
Éter de petróleo (40 – 60) °C		Balança analítica
		Termohigrômetros
		Timer de matéria gorda
		Soxtec avanti

No decorrer da auditoria presencial, foi identificada uma mudança relativamente à metodologia descrita no procedimento normativo. No passo 9.2 da norma, é pedido que após a lavagem do balão cónico e do filtro com água quente, o filtro seja colocado numa cápsula de vidro e seco em estufa durante 1 hora. Contudo, a analista executa este passo de uma outra forma, deixando o filtro numa cápsula de vidro à temperatura ambiente durante aproximadamente 24 horas, afirmando que esta alteração se deve apenas a questões de gestão de trabalho. Ainda assim, considera-se que esta modificação não afeta o resultado final, pois o que se pretende é apenas a secagem do filtro e, portanto, a Responsável Técnica da Qualidade não qualifica esta alteração ao procedimento normativo como não conformidade, tendo aprovado a modificação efetuada ao mesmo.

Relativamente ao restante processo de avaliação que integra a auditoria presencial, foram encontradas algumas não conformidades, sendo elas:

- ✓ Ausência de validação do impresso IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet, utilizado pela analista para introdução e tratamento de dados relativos ao método;

- ✓ Inexistência do certificado de lote nº 0462, relativo à proveta graduada de vidro de 100 mL utilizada;
- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Foram abertas notas de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativas a todas as não conformidades identificadas e acima mencionadas. Implementaram-se, ainda, algumas correções a tomar no seguimento das não conformidades detetadas:

- ✓ Validação do impresso IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet;
- ✓ Pedido do certificado de lote nº 0462, relativo à proveta graduada de vidro de 100 mL utilizada;
- ✓ Atualização dos dados de validação do método NP 1974:2009.

No âmbito da auditoria presencial, foi ainda detetada a inexistência do certificado de calibração relativo à calibração da estufa de secagem utilizada, a estufa 14I, e, conseqüentemente, a falta de evidência da etiqueta IQ.146.3 Confirmação do EMA. No entanto, a Responsável Técnica da Qualidade transmitiu a informação de que teria sido efetuada uma calibração à estufa 14I entre os dias 15 e 18 de janeiro, estando, inclusivamente, exposto no aparelho uma etiqueta com a designação “em instalação”. Por este motivo, e sendo que a auditoria decorreu pouco depois da realização da calibração, entre os dias 22 e 24 de janeiro, não havendo, assim, tempo suficiente para que os resultados da mesma tivessem sido transmitidos à empresa, optou-se por não considerar estas ocorrências como não conformidades.

Relativamente à auditoria vertical, não foram detetadas quaisquer não conformidades, pelo que toda a rastreabilidade efetuada se encontra atualizada e corretamente detalhada, assim como os cálculos determinados nos impressos IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet e IQ.23.0G Determinação de matéria gorda – Soxhlet – DPCS, e igualmente no LIMS, se apresentam corretamente efetuados.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 4).

5.2.3. Método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda

Princípio do método: Secagem de uma determinada quantidade de leite em estufa a $(101 \pm 1) ^\circ\text{C}$ até obtenção do mínimo de massa, antes da verificação do aumento de massa devido à oxidação. Cálculo do resíduo seco isento de matéria gorda, determinada segundo a ISO 1211.⁸⁷

Na tabela 8 encontram-se definidos os reagentes e equipamentos necessários à realização do método NP-475:1983:

Tabela 8: Listagem dos reagentes e equipamentos necessários à realização do método NP-475:1983.

Reagentes	Equipamentos
Areia do mar	Estufa de secagem
	Sonda de temperatura
	Balança analítica
	Termohigrómetros
	Conta-minutos

No decorrer da auditoria presencial, identificou-se uma alteração ao procedimento descrito na norma por parte da analista que realizou o método. Na preparação da cápsula com a areia do mar, a analista colocou-a na estufa a secar durante toda a noite, ao invés de 2 horas, tal como referido no ponto 9 da presente norma. No entanto, esta ocorrência não é identificada como não conformidade pela Responsável Técnica da Qualidade, que entende que se trata de uma alteração ao procedimento que garante a completa secagem da areia sem que haja qualquer modificação das propriedades da mesma e, portanto, aprova a sua prática no presente método.

Relativamente ao restante processo de avaliação que integra a auditoria presencial, foram encontradas algumas não conformidades, sendo elas:

- ✓ Ausência de validação do IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco, utilizado pela analista para introdução e

tratamento de dados relativos ao método – não conformidade NC 1053/Q/Fev2018 já registada na auditoria realizada ao método ISO 3727-1:2001;

- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Foi aberta uma nota de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativa à não conformidade “Ausência de procedimento relativo à validação do método”, pois era a única cujo registo não se encontrava efetuado. Implementou-se, ainda, a seguinte correção a tomar no seguimento da não conformidade detetada:

- ✓ Atualização dos dados de validação do método NP-475:1983.

Relativamente à auditoria vertical, não foram detetadas quaisquer não conformidades, pelo que toda a rastreabilidade efetuada se encontra atualizada e corretamente detalhada, assim como os cálculos determinados no impresso IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco e no LIMS se apresentam corretamente efetuados.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 5).

5.2.4. Método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

Princípio do método: Extração da matéria gorda de uma solução amoniacal e etanólica da amostra com éter dietílico e éter de petróleo. Remoção dos solventes por evaporação e determinação por gravimetria da matéria gorda extraída. Método de Röse-Gottlieb.⁸⁸

Na tabela 9 encontram-se definidos os reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 2450:2008:

Tabela 9: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 2450:2008.

Reagentes	Soluções	Equipamentos
Hidróxido de amónia	Solução de etanol 96% (v/v)	Banho
		Sondas de temperatura
Etanol absoluto		Estufa de secagem
		Termómetro
Éter dietílico		Balança eletrónica de precisão
		Balança analítica
		Termohigrómetros
Éter de petróleo (40 – 60) °C		Conta-minutos
		Hotte

No decorrer da auditoria presencial, foi evidenciado que o procedimento descrito na norma é cumprido na íntegra pela analista. Contudo, foram encontradas as seguintes não conformidades:

- ✓ Inexistência de sonda associada à estufa de secagem utilizada, 14B. A sonda que estava associada a esta estufa avariou no dia anterior ao rastreamento da mesma, não tendo sido colocada qualquer sonda substituta no equipamento até então;
- ✓ Inexistência do certificado de lote nº 0462, relativo à proveta graduada de vidro de 100 mL com tampa utilizada;
- ✓ Atualização dos registos relativos à verificação da hotte 44B não concordante com o definido no PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. O procedimento define uma verificação anual e foi constatado no IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL que a última verificação foi efetuada a 14/09/2016, tal como se pode observar na figura 7.
- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método.

Verificação da velocidade do ar Hottes e CFL

Anemómetro n.º: 131 _____

Frequência: Anual_____

Procedimento: PEQ.33_____

[illegible]

Observações/notas: Em caso de desvio, registrar a não conformidade no impresso IQ.123.
As medições foram efetuadas em 3 pontos:
a) Esquerda
b) Direita
c) Centro
a uma altura aproximada de 30cm da base. O anemômetro encontrava-se a 30cm da porta da horta.
T = 22,5°C

10 000 000

Figura 7: Evidência da desatualização dos registos relativos à hotte 44B no impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL.

Foram abertas notas de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativas a todas as não conformidades identificadas e acima mencionadas. Implementaram-se, ainda, algumas correções a tomar no seguimento das não conformidades detetadas:

- ✓ Entrada ao serviço de uma nova sonda a associar à estufa de secagem 14B;
- ✓ Pedido do certificado de lote nº 0462, relativo à proveta graduada de vidro de 100 mL com tampa utilizada;
- ✓ Notificação à analista responsável da necessidade de efetuar a verificação da velocidade do ar das hottes e CFL e de, posteriormente, registar os resultados obtidos no IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL;
- ✓ Atualização dos dados de validação do método ISO 2450:2008.

Relativamente à auditoria vertical, foram detetadas as seguintes não conformidades:

- ✓ Não evidência no impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos da balança analítica utilizada, tal como se verifica na figura 8;
- ✓ Incorreta transcrição do resultado final para o sistema informático. A analista realizou o ensaio da amostra auditada em triplicado e transcreveu para o LIMS, erradamente, a média manual dos resultados obtidos nos 3 ensaios.

Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos

Equipamentos: 38A/9E/14B/30B/31B

Analista: mf

Data: 12-02-2018

[illegible]

Figura 8: Evidência da ausência de indicação em "Equipamentos", no impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos onde os dados relativos à amostra auditada verticalmente foram registrados, de qual a balança analítica utilizada nas pesagens da amostra no ensaio da mesma.

Foram abertas notas de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativa às não conformidades identificadas e acima mencionadas. Implementaram-se, ainda, algumas ações corretivas a tomar no âmbito das não conformidades detetadas:

- ✓ Sensibilização da analista para a importância da rastreabilidade dos equipamentos que utiliza;
- ✓ Transmissão à analista da incorreção por si praticada na utilização de ensaios em triplicado para a obtenção manual de um resultado final registado no sistema informático. Alerta para a informação designada na norma, onde a repetibilidade é definida apenas para ensaios em duplicado, devendo, portanto, o resultado final ser obtido através do resultado de 2 ensaios apenas.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 6).

5.2.5. Método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio

Princípio do método: Precipitação e consequente filtração das substâncias proteicas de uma amostra por intermédio de uma solução de ácido tricloroacético. Precipitação do cálcio presente no filtrado, sob a forma de oxalato de cálcio. Separação do mesmo por centrifugação. Lavagem, dissolução e titulação do precipitado de cálcio com uma solução de permanganato de potássio 0,02 N.⁸⁹ Este procedimento é apenas aplicável a: Leites (fermentados, leites em pó e soro de leite em pó) e iogurtes.

Na tabela 10 encontram-se definidos os reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método PAFQ.372.2:2018:

Tabela 10: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método PAFQ.372.2:2018.

Reagentes	Soluções	Equipamentos
Ácido tricloroacético	Solução I (ácido tricloroacético 200 g/L)	Banho
Oxalato de amónio	Solução II (ácido tricloroacético 120 g/L)	
Vermelho de metilo	Solução saturada de oxalato de amónio (a frio)	Sondas de temperatura
Ácido acético glacial	Solução de etanol 96% (v/v)	Balança analítica
Amoníaco 25%	Solução de vermelho de metilo 0,05% em etanol 96% (v/v)	Termohigrómetros
	Solução de ácido acético 20% (v/v)	
	Solução I de amónia (25%, v/v)	Conta-minutos
Ácido sulfúrico 96%	Solução II de amónia (2%, v/v)	Hotte
Permanganato de potássio	Solução de ácido sulfúrico 96% (v/v)	Centrífuga
Oxalato de sódio	Solução de permanganato de potássio 0,1 N	Agitador magnético
Etanol absoluto	Solução de permanganato de potássio 0,02 N	

No decorrer da auditoria presencial, foi evidenciado que o procedimento descrito na norma é cumprido na íntegra pela analista. Relativamente a outros aspetos relacionados com a execução do método e que foram auditados presencialmente, constatou-se que os mesmos se processam de forma regular e em conformidade.

Relativamente à auditoria vertical, foi detetada a seguinte não conformidade:

- ✓ Apresentação de resultados não aceitáveis na avaliação da velocidade do ar na hotte 44A, no impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL, como se pode verificar na figura 9 - não conformidade NC 1137/Q/Maio2018 já registada previamente.

Verificação da velocidade do ar
Hottes e CFL

Equipamento n.º: 44A		Anemómetro n.º: 131		Procedimento: PEQ.33		
Data	Posição	Resultado (m/s)	Mínimo permitido (m/s)	Máximo permitido (m/s)	Avaliação	Analista
09-05-2018	Lado direito	0,22	0,25	0,50	ND - Alertar RT e sobre HC	IP
		0,25			OK	
		0,22			ND - Alertar RT e sobre HC	
	Lado esquerdo	0,20	0,25	0,50	ND - Alertar RT e sobre HC	
		0,21			ND - Alertar RT e sobre HC	
		0,21			ND - Alertar RT e sobre HC	
	Centro	0,20	0,25	0,50	ND - Alertar RT e sobre HC	
		0,22			ND - Alertar RT e sobre HC	
		0,24			ND - Alertar RT e sobre HC	

IQ.08.1

Figura 9: Evidência no impresso IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL da obtenção de resultados não aceitáveis na avaliação da hotte 44A.

Verificou-se, ainda, que os cálculos registados na lista de trabalho nº 2018/017893 e no LIMS se apresentam corretamente efetuados.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 7).

5.2.6. Método ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method

Princípio do método: Secagem da amostra e consequente incineração do resíduo obtido. Após arrefecimento, hidrólise das cinzas com ácido nítrico. Filtração e diluição das mesmas, constatando-se a formação de um composto amarelo com a adição de uma mistura de monovanadato de amónia e heptamolibdato de amónia. Medição espectrofotométrica a 430 nm.⁹⁰

Na tabela 11 encontram-se definidos os reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 13730:1996:

Tabela 11: Listagem dos reagentes, soluções e equipamentos necessários à realização do método ISO 13730:1996.

Reagentes	Soluções	Equipamentos
Ácido nítrico 68%	Solução de monovanadato de amónia 2,5 g/L	Câmara frigorífica
		Sondas de temperatura
		Placa de aquecimento
Monovanadato de amónia	Solução de heptamolibdato de amónia 50 g/L	Mufla
		Banho
Molibdato de amónia 4H	Solução de ácido nítrico 1+2 (v/v)	Balança analítica
		Termohigrómetros
		Conta-minutos
Dihidrogenofosfato de potássio		Hotte
		Espectrofotómetro de UV-Vis

No decorrer da auditoria presencial, foi evidenciado que o procedimento descrito na norma é corretamente cumprido pela analista. Todavia, no ponto 9.3.1 da presente norma, é pedido a preparação das seguintes soluções de calibração: 10 µg, 20 µg, 30 µg, 40 µg, 50 µg e 60 µg por mL de P₂O₅, mas a analista, para além de preparar as soluções de calibração exigidas pela norma, prepara ainda soluções de calibração de P₂O₅ com 70 µg/mL e 80 µg/mL. Segundo a Responsável Técnica da Qualidade, tal é feito para garantir que a curva de calibração abranja amostras com teores de fósforo superiores a 60 µg/mL. Por esta razão, este acrescento ao procedimento normativo é considerado como aceitável, tendo sido, ainda, evidenciado os testes de homogeneidade de variâncias, IQ.82.2, realizado em 2016, para soluções de calibração de 70 µg/mL e 80 µg/mL, podendo estes ser verificados nas figuras 10 e 11, respetivamente.

Teste de homogeneidade de variâncias

Ano:	2016	Equipamento:	78
Método:	ISO 13730	Nº	0
Elemento/composto:	Fósforo	Localização:	FO

[illegible]

	Padrão menor	Padrão maior
Média	9.7463	69.97703
Variancia	0.100864384	0.340637022
Desvio padrão	0.317591537	0.583641176
Variancia relativa	1.034889238	0.486784052
Desvio padrão relativo	3.25858569	0.834048795

PGcal	2.125992487
Fstab	3.18
Conclusão	Gravemente afetada

Observações:

10.82.2

Figura 10: Evidência no IQ.82.2 do teste de homogeneidade efetuado à curva de calibração cujo padrão menor corresponde a 10 µg/mL de P2O5 e padrão maior corresponde a 70 µg/mL de P₂O₅.

Teste de homogeneidade de variâncias

Ano:	2016	Equipamento:	78
Método:	ISO 13720	N°	B
Elemento/composto:	Fósforo	Localização:	FQ

[illegible]

	Padrão menor	Padrão maior
Média	91,7493	89,23859
Variança	0,100864384	0,407961119
Desvio padrão	0,317591537	0,638710512
Variança relativa	1,034639236	0,508435265
Desvio padrão relativo	3,25858569	0,79603397
PGcal	2,035459202	
Flato	3,16	
Conclusão	Certo! Excelente!	

Observações:

110.82.2

Figura 11: Evidência no IQ.82.2 do teste de homogeneidade efetuado à curva de calibração cujo padrão menor corresponde a 10 µg/mL de P₂O₅ e padrão maior corresponde a 80 µg/mL de P₂O₅.

Relativamente ao restante processo de avaliação que integra a auditoria presencial, foram encontradas algumas não conformidades, sendo elas:

- ✓ Ausência de validação do IQ.309.0 Registo e avaliação dos ensaios em branco – métodos que envolvem curvas de calibração, utilizado pela analista para introdução e tratamento de dados relativos ao método;
- ✓ Ausência de registo de manutenção semestral da câmara frigorífica 20B(3) no IQ.17 Registo de manutenção e anomalias do equipamento, tal como definido no PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores – não conformidade NC 1054/Q/Fev2018 já registada na auditoria realizada ao método ISO 3727-1:2001;
- ✓ Ausência de procedimento atualizado relativo à validação do método - não conformidade NC 1199/Q/JUNHO2018 já registada previamente.

NOTA: A partir desta auditoria, as não conformidades relativas a falta de certificados de lote do material volumétrico deixou de ser considerada, excetuando as buretas calibradas.

Foi aberta uma nota de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativa à não conformidade “Ausência de validação do IQ.309.0 Registo e avaliação dos ensaios em branco – métodos que envolvem curvas de calibração“, pois era a única cujo registo não se encontrava efetuado. Implementou-se, ainda, a seguinte correção a tomar no âmbito da não conformidade detetada:

- ✓ Validação do impresso IQ.309.0 Registo e avaliação dos ensaios em branco – métodos que envolvem curvas de calibração.

Relativamente à auditoria vertical, foi detetada a seguinte não conformidade:

- ✓ Ausência da data numa emenda manuscrita efetuada na lista nº 2018/018459 e ausência de assinatura e data noutra emenda manuscrita efetuada na mesma lista, como evidenciado na figura 12.

EGI
DATA : 2018/05/17 às 15:38
NOME : Lara Raquel Fonseca Pinheiro
CÓDIGO : 000073

Lista de Trabalho N° 2018/018459

AMOST.	MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.
40486 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205		g/100g
		M- massa da toma	5,1203	g
		Conc da amostra lida curva	46,7281	µg/ml
				mg/kg
40494 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205		g/100g
		M- massa da toma	5,7405	g
		Conc da amostra lida curva	39,0987	µg/ml
				mg/kg
40538 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205		g/100g
		M- massa da toma	5,4058	g
		Conc da amostra lida curva	44,2853	µg/ml
				mg/kg
40562 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205		g/100g
		M- massa da toma	5,1129	g
		Conc da amostra lida curva	36,3516	µg/ml
				mg/kg
40586 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205		g/100g
		M- massa da toma	5,1923	g
		Conc da amostra lida curva	39,8852	µg/ml
				mg/kg
40610 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205 (2018/05/30)		g/100g
		M- massa da toma	5,0449	g
		Conc da amostra lida curva	69,1017	µg/ml
				mg/kg
40615 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205 (2018/05/30)		g/100g
		M- massa da toma	5,1081	g
		Conc da amostra lida curva	43,8447	µg/ml
				mg/kg
40626 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205 (2018/05/30)		g/100g
		M- massa da toma	5,0519	g
		Conc da amostra lida curva	28,6102	µg/ml
				mg/kg
40740 TRITURADO	ISO 13730-9	Det de fósforo total, exp em P205 (2018/05/25)		g/100g
		M- massa da toma	5,0513	g
		Conc da amostra lida curva	86,9604	µg/ml

Página nº 1 de 3

Figura 12: Evidência na lista de trabalho nº 2018/018459 da ausência de datação em ambas as emendas manuscritas efetuadas e da ausência de assinatura da analista numa delas.

Foi aberta uma nota de não conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes, relativa à não conformidade identificada e acima mencionada. Implementou-se, ainda, a seguinte ação corretiva a tomar no âmbito da não conformidade detetada:

- ✓ Sensibilização da analista para a importância de assinar e datar todas as emendas manuscritas por si efetuadas em qualquer documento.

O relatório de auditoria relativo ao presente método encontra-se exibido nos Anexos (Anexo 8).

6. Conclusões

A Qualidade existente numa organização é entendida como a capacidade da mesma de satisfazer os seus clientes, e/ou outras partes interessadas relevantes, através dos seus produtos e/ou serviços. Sendo uma matéria dinâmica, foi alvo de mudanças que provocaram a evolução do seu significado e metodologias ao longo de quatro eras e até à atualidade, onde se vivencia a Era da TQM.

A implementação de um SGQ numa organização permite a administração da Qualidade da mesma, contribuindo para uma melhoria contínua do seu desempenho global. A sua conformidade com uma norma internacional garante a qualidade dos resultados obtidos pela empresa, bem como dos seus produtos e/ou serviços, e propicia uma relação de maior confiança entre cliente e fornecedor.

A acreditação dos ensaios que um laboratório executa é necessária ao reconhecimento da sua competência técnica na prática dos mesmos, sendo obtida através da sua avaliação por parte de um Organismo de Acreditação. É um processo que visa, ainda, atestar a eficácia do SGQ implementado num laboratório. A obtenção da acreditação por parte de um laboratório transmite confiança na execução das suas atividades técnicas e nos resultados por si produzidos, adquirindo, assim, uma vantagem competitiva nas suas áreas de atuação e alcançando novos mercados.

Todos os laboratórios de ensaio e calibração em Portugal deverão ser acreditados segundo o referencial NP EN ISO/IEC 17025, comprovando, assim, ao cliente e às entidades reguladoras a sua competência e fiabilidade. Este referencial define, ainda, uma metodologia harmonizada, facilitando a internacionalização do laboratório, bem como a cooperação e partilha de informação entre laboratórios e outros organismos.

A realização periódica, idealmente anual, de auditorias internas às atividades laboratoriais é um dos requisitos da norma NP EN ISO/IEC 17025, de modo a avaliar se o laboratório continua a executar as suas atividades de acordo com o SGQ implementado e em conformidade com o referencial normativo mencionado. É uma forma de avaliação objetiva, planeada e programada, que contribui para a melhoria do desempenho dos laboratórios sujeitos a esse processo, possibilitando a identificação de não conformidades e a transmissão de informações que se tornam um veículo para a tomada de medidas corretivas que permitam o aperfeiçoamento da *performance* de SGQ acreditados ou certificados. No seio deste tipo de auditorias, existem as auditorias técnicas, que são auditorias de primeira parte efetuadas a métodos acreditados num laboratório. No final, deverá ser elaborado um relatório que inclua todos os dados relevantes para a auditoria efetuada, incluindo constatações observadas e evidências

encontradas. Todas as medidas corretivas tomadas deverão ser sujeitas a atividades de seguimento, de modo a assegurar a sua eficácia.

As auditorias técnicas efetuadas aos métodos laboratoriais ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method), ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method), ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method), NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total, NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda, ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method), PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio e ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method estão inseridas no plano de auditorias internas anuais da *Silliker* Portugal, SA, com o objetivo de dar cumprimento ao plano de auditorias técnicas estabelecido pela empresa, que define a realização de auditorias técnicas a todos os ensaios acreditados num período de 4 anos.

Relativamente à execução técnica por parte das analistas, verificaram-se algumas alterações ou acrescentos ao procedimento descrito na norma, contudo, considerou-se que nenhuma dessas mudanças compromete o cumprimento da norma e a conformidade das suas práticas.

No âmbito das auditorias presenciais exercidas, e avaliando todas as constatações efetuadas relativamente a não conformidades detetadas, verifica-se uma maior incidência de não conformidades relativas à utilização de impressos por validar por parte das analistas, no registo e tratamento de dados relativos aos métodos que executam e à desatualização da validação dos métodos praticados. Nesta categoria recaem também as não conformidades relativas à ausência de certificados de lote de material de vidro volumétrico recorrente no laboratório. Foram ainda detetadas outras não conformidades significativas, nomeadamente o não cumprimento de procedimentos de manutenção das câmaras frigoríficas descritos no respetivo PEQ, que se encontrava desatualizado quanto às metodologias de manutenção definidas pelo SGQ, e à desatualização de registos relativos à verificação das hottes.

Quanto às auditorias verticais efetuadas aos métodos, não se observa uma maior incidência de um determinado tipo de não conformidades, tendo sido a principal detetada a incorreta transcrição do resultado final para o sistema informático por parte da analista, que efetuava uma média manual dos resultados obtidos para 3 ensaios,

introduzindo no sistema o valor resultante desse cálculo. Destaca-se, ainda, a falta de datação por parte de uma analista em duas emendas manuscritas numa lista de trabalho e a falta de assinatura também numa dessas emendas manuscritas.

Todas as não conformidades identificadas foram devidamente tratadas pelo Laboratório e as analistas sensibilizadas para as ações corretivas a desenvolver. Conseguiu-se, deste modo, criar oportunidades de melhoria ao SGQ implementado na empresa e contribuir para a eliminação de causas de não conformidade e alcance de um grau de excelência máximo.

7. Referências

- ¹ Programa Nacional para a Promoção da Alimentação Saudável da Direção-Geral da Saúde – Estratégia de Segurança Alimentar e Nutricional - <http://www.alimentacaosaudavel.dgs.pt/pnpas/estrategia-de-seguranca-alimentar-e-nutricional>, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ² Naturlink – Informação Ambiental, SA - <http://naturlink.pt>, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ³ Australian Institute of Food Safety – What is Food Safety - <https://www.foodsafety.com.au/resources/articles/what-is-food-safety>, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ⁴ Mérieux NutriSciences – Qualidade e Segurança Alimentar - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/qualidade-e-seguranca-alimentar>, acedido a 7 de janeiro de 2018;
- ⁵ Mérieux NutriSciences – Indústria Alimentar - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/qualidade-e-seguranca-alimentar/industria-alimentar>, acedido a 2 de janeiro de 2018;
- ⁶ European Comission – Food Law General Principles - https://ec.europa.eu/food/S.A.fety/general_food_law/principles_en, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ⁷ Global Food Safety Resource – Accreditation for Food Testing Laboratories - <https://globalfoodsafetyresource.com/food-laboratory-accreditation>, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ⁸ Mérieux NutriSciences – Acreditação e Reconhecimentos - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/acreditacao-e-reconhecimentos>, acedido a 7 de janeiro de 2018;
- ⁹ Mérieux NutriSciences – Auditorias a Sistemas de Gestão da Qualidade e Segurança Alimentar - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/qualidade-e-seguranca-alimentar/auditorias-e-inspecoes/auditorias-a-sistemas-de-gestao-da-qualidade-e-seguranca-alimentar>, acedido a 12 de janeiro de 2018;
- ¹⁰ Mérieux NutriSciences – Silliker Portugal, SA - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/silliker-portugal>, acedido a 31 de dezembro de 2017;
- ¹¹ MQ. (2018). *Manual da Qualidade*. 13ª Edição. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;

- ¹² Institut Mérieux – A Pasteurian Tradition - <http://www.institut-merieux.com/en/deep-rooted-history/a-pasteurian-tradition>, acedido a 31 de dezembro de 2017;
- ¹³ Mérieux NutriSciences – Scientific Roots - <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/article/scientific-roots>, acedido a 31 de dezembro de 2017;
- ¹⁴ Institut Mérieux - Mérieux NutriSciences - <http://www.institut-merieux.com/en/public-health/merieux-nutrisciences>, acedido a 2 de janeiro de 2018;
- ¹⁵ Mérieux NutriSciences – Ensaios Microbiológicos - <https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/qualidade-e-seguranca-alimentar/controle-analitico-de-alimentos/ensaios-microbiologicos>, acedido a 7 de janeiro de 2018;
- ¹⁶ Mérieux NutriSciences – About Mérieux NutriSciences - <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/article/about-us>, acedido a 2 de janeiro de 2018;
- ¹⁷ Mérieux NutriSciences – Accreditations - <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/article/accreditations>, acedido a 7 de janeiro de 2018;
- ¹⁸ CA L0087. (2008). Certificado de Calibração L0087. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ¹⁹ Declaração. (2008). Instituto Português do Mar e da Atmosfera (IPMA). Lisboa;
- ²⁰ Certificado. (2015). Certificado nº 1865/2015. Direção-Geral do Emprego e das Relações de Trabalho (DGERT). Portugal;
- ²¹ NP ISO 9000. (2015). *Norma Portuguesa: Sistemas de gestão da qualidade. Fundamentos e vocabulário*. Instituto Português da Qualidade (IPQ). Portugal;
- ²² Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI), Centro da Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI Renato Archer) e Coordenação de Inovação Tecnológica (CIT). (2012). *Sistema de Gestão da Qualidade – SGQ – Um Guia para a Qualidade Organizacional*. Coordenação de Inovação Tecnológica (CIT) e Letras & Arte Comunicação. Campinas;
- ²³ Moraes, I. (2005). *Gestão da Qualidade Total*. Volume 7. Escola Superior de Tecnologia e Gestão da Guarda (ESTG). Guarda;
- ²⁴ Machado, S. (2012). *Gestão da Qualidade*. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás (IFG-Inhumas). Brasil;
- ²⁵ Barçante, L. (1998). *Qualidade Total – Uma Visão Brasileira*. Campus. Brasil;
- ²⁶ Freitas, C. (2009). *Gestão da Qualidade*. Centro Universitário do Norte (UNINORTE). Manaus;
- ²⁷ Knowles, G. (2011). *Quality Management*. Bookboon. London;

- ²⁸ ISO 9001. (2015). *Quality management systems – Requirements*. International Organization for Standardization (ISO).
- ²⁹ Azevedo, A., Martins, P., Martins, C., Neta, M. e Borges, R. (2011). *A Importância da Auditoria Interna no Processo de Implantação da Certificação ISO 9000*. VII Simpósio de Excelência em Gestão e Tecnologia.
- ³⁰ College of Physicians and Surgeons of British Columbia. (2018). *Guide to Quality Management Systems and Quality Manual*. Version 1.0. Vancouver;
- ³¹ Inovação e Qualidade Assistida (IQA) - http://www.iqa.pt/index.php?mod=articles&action=viewArticle&article_id=62, acedido a 2 de julho de 2018;
- ³² Instituto Português de Acreditação (IPAC) – A Acreditação - <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>, acedido a 2 de julho de 2018;
- ³³ International Accreditation Forum (IAF) e International Laboratory Accreditation Cooperation. (2013). *Accreditation: Facilitating world trade*.
- ³⁴ DRC005. (2012). *Procedimento para Acreditação de Laboratórios*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ³⁵ Portal QAS – A Acreditação de Laboratórios – ISO/IEC 17025 - <https://www.portalqas.pt/acreditacao-de-laboratorios-np-en-isoiec-17025.html>, acedido a 13 de janeiro de 2018 e a 3 de julho de 2018;
- ³⁶ Global Health Laboratories – Laboratory accreditation - globalhealthlaboratories.tghn.org/articles/laboratory-accreditation, acedido a 3 de julho de 2018;
- ³⁷ Agência Portuguesa do Ambiente – Acreditação - <https://www.apambiente.pt/index.php?ref=17&subref=161&sub2ref=1301>, acedido a 3 de julho de 2018;
- ³⁸ EHSToday – Accreditation: What It Means for Laboratories - http://www.ehstoday.com/industrial_hygiene/ehs_imp_38260, acedido a 3 de julho de 2018;
- ³⁹ Barradas, J. e Sampaio, P. (2011). ISO 9001 or ISO/IEC 17025: *What is more important for the metrology laboratory*. Proceedings of 12th International Symposium on Quality, Osijek, Croácia. pp. 309 – 318;
- ⁴⁰ World Health Organization (WHO). (2011). *Laboratory Quality Management System*. Versão 1.1. França;
- ⁴¹ Akinbade, D., Klein, R., Mangione, C., Philips, T., Salfinger, Y., Shea, S. e Thiex, N. (2014). *Building an Integrated Laboratory System to Advance the Safety of Food and Animal Feed*. Journal of Regulatory Science (JRS). Volume 2. pp. 1 – 6;

- ⁴² Barradas, J. e Sampaio, P. (2013). *Certificação e Acreditação: Duas perspetivas num laboratório de metrologia*. Techniques, Methodologies and Quality (TMQ). Volume 4. pp. 111-130;
- ⁴³ OGC002. (2011). *Guia para a Acreditação de Laboratórios Químicos*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁴⁴ Instituto Português da Qualidade (IPQ). (2012). *Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) – Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados*. 1ª Edição. Inmetro. Portugal.
- ⁴⁵ OGC001. (2010). *Guia para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁴⁶ NP EN ISO/IEC 17025. (2005). *Norma Portuguesa: Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração*. Instituto Português da Qualidade (IPQ). Portugal;
- ⁴⁷ PQG.16. (2016). *Gestão do equipamento de medição e ensaio*. Revisão 1. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁴⁸ Barros, J. (2004). Sistema de Gestão da Qualidade. Documentação e Controlo da Qualidade. Em: *Qualidade e Metrologia – Implementação de Sistemas de Gestão da Qualidade em Laboratórios*. Funchal;
- ⁴⁹ The Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC) e A Focus for Analytical Chemistry in Europe (EURACHEM). (2002). *Guide to Quality in Analytical Chemistry – An Aid to Accreditation*. The Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC) e A Focus for Analytical Chemistry in Europe (EURACHEM).
- ⁵⁰ FoodSafety Magazine – Lyophilized Microorganisms: Quality Assurance in a Pellet - <https://www.foodsafetymagazine.com/magazine-archive1/junejuly-2003/food-safety-insider-rapid-automated-microbiology-methods/lyophilized-microorganisms-quality-assurance-in-a-pellet>, acedido a 17 de julho de 2018;
- ⁵¹ PCQ.04. (2017). *Controlo da qualidade*. Revisão 5. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁵² Guia RELACRE 13. (2000). *Validação de Métodos Internos de Ensaio em Análise Química*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁵³ Harvey, D. (2000). *Modern Analytical Chemistry*. Edição Internacional. McGraw-Hill Higher Education. Estados Unidos da América.
- ⁵⁴ Food and Agriculture Organization of the United Nations. (1993). *manual of food quality control – 14. quality assurance in the food control chemical laboratory*. FAO Food and Nutrition Paper 14/14. Roma;

- ⁵⁵ Guia RELACRE 3. (1996). *Validação de Resultados em Laboratórios Químicos*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁵⁶ Miller, J. e Miller, J. (2010). *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. 6ª Edição. Pearson Educated Limited. Reino Unido;
- ⁵⁷ Guia RELACRE 7. (1996). *Ensaio Interlaboratoriais em Química*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁵⁸ AS-SOP-008. (2016). *Statistic Process Control Charting Chemistry*. Versão 8. Mérieux NutriSciences;
- ⁵⁹ Guia RELACRE 9. (1998). *Alguns Exemplos de Cartas de Controlo em Laboratórios de Análise Química*. Instituto Português de Acreditação (IPAC). Portugal;
- ⁶⁰ PGQ.17. (2017). *Resultados analíticos*. Revisão 4. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁶¹ PGQ.03. (2018). *Gestão da documentação*. Revisão 5. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁶² Sequeira, A. (2013). *Requisitos Técnicos da NP EN ISO/IEC 17025 e os Ensaio de Campo de Caracterização de Biogás e de Aterro*. Tese de Mestrado. Instituto Politécnico de Viana do Castelo (IPVC);
- ⁶³ União Europeia (EU) – As normas na Europa - https://europa.eu/youreurope/business/product/standardisation-in-europe/index_pt.htm, acedido a 18 de maio de 2018;
- ⁶⁴ European Committee for Standardization (CEN) – Who we are - <https://www.cen.eu/about/Pages/default.aspx>, acedido a 18 de maio de 2018;
- ⁶⁵ European Committee for Electrotechnical Standardization (CENELEC) – Who we are - <https://www.cenelec.eu/aboutcenelec/whoweare/index.html>, acedido a 18 de maio de 2018;
- ⁶⁶ CEN-CENELEC – About us - <https://www.cencenelec.eu/ABOUTUS/Pages/default.aspx>, acedido a 18 de maio de 2018;
- ⁶⁷ CEN-CENELEC – Mission and objectives - <https://www.cencenelec.eu/aboutus/Mission/Pages/default.aspx>, acedido a 18 de maio de 2018;
- ⁶⁸ International Organization for Standardization (ISO) – About ISO - <https://www.iso.org/about-us.html>, acedido a 25 de maio de 2018;
- ⁶⁹ International Organization for Standardization (ISO) – The facts about certification - <https://www.iso.org/certification.html>, acedido a 25 de maio de 2018;

- ⁷⁰ International Organization for Standardization (ISO) – ISO'S Committee on Conformity Assessment (CASCO) - <https://www.iso.org/casco.html>, acedido a 25 de maio de 2018;
- ⁷¹ International Electrotechnical Commission (IEC) – About the IEC – Vision & mission - <http://www.iec.ch/about/?ref=menu%20%E2%80%9320I>, acedido a 25 de maio de 2018;
- ⁷² Decreto-Lei nº 142/2007 de 27 de abril. Diário da República nº 82 – 1ª série. Ministério da Economia e do Emprego. Lisboa;
- ⁷³ Instituto Português da Qualidade (IPQ) – Instituto Português da Qualidade - <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/Pages/IPQ.aspx>, acedido a 25 de maio de 2018;
- ⁷⁴ The National Computing Centre Limited. (1996). *Internal Quality Audits: What They Are and How To Carry Them Out*. Issue 2. Manchester;
- ⁷⁵ ISO 19011. (2011). *Guidelines for auditing management systems*. International Organization for Standardization (ISO);
- ⁷⁶ Costa, J. (2009). *10 Páginas sobre Auditorias da Qualidade*. Gestão e Engenharia da Prevenção. Versão 1. Número MI037;
- ⁷⁷ Ramos, A. (1991). *Auditorias da Qualidade*. PRODUÇÃO. Volume 1. Número 2. pp. 87 – 95;
- ⁷⁸ Gomes, S. *Total Quality Management – II*. Capítulo 13;
- ⁷⁹ Escola Superior de Biotecnologia da Universidade Católica Portuguesa. *Gestão da Qualidade Total e Certificação de Empresas – O Sistema Português da Qualidade – Subsistemas da Normalização, Qualificação e Metrologia*. Formação em Qualidade Total. Porto;
- ⁸⁰ PGQ.05. (2016). *Gestão das não conformidades*. Revisão 0. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁸¹ Kettunen, J. (2012). *External and internal quality audits in higher education*. TQM Journal. Volume 24. Issue 6. pp. 518 – 528. Turku;
- ⁸² PGQ.13. (2015). *Auditorias Internas*. Revisão 3. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;
- ⁸³ ISO 3737-1. (2001). *Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents. Part 1: Determination of moisture content (Reference method)*. English Version. International Organization for Standardization (ISO);
- ⁸⁴ ISO 3737-2. (2001). *Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents. Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method)*. International Organization for Standardization (ISO);
- ⁸⁵ ISO 3737-3. (2003). *Butter – Determination of moisture, non-fat solids and fat contents. Part 3: Calculation of fat content*. International Organization for Standardization (ISO);

⁸⁶ NP 1974. (2009). *Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total*. Instituto Português da Qualidade (IPQ). Portugal;

⁸⁷ NP-475. (1983). *Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda*. Instituto Português da Qualidade (IPQ). Portugal;

⁸⁸ ISO 2450. (2008). *Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*. International Organization for Standardization (ISO);

⁸⁹ PAFQ.372. (2018). *Laticínios. Determinação do teor de cálcio*. Revisão 2. Silliker Portugal, S.A.. Vila Nova de Gaia;

⁹⁰ ISO 13730. (1996). *Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method*. International Organization for Standardization (ISO).

8. Anexos

Anexo 1: Método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method)

Tabela 12: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-1:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 1: Determination of moisture content (Reference method).

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Método: ISO 3727-1:2001 Butter - Determination of moisture, non-fat solids and fat - Part 1: Determination of moisture content (Reference method).
						Data da auditoria: 24 a 27 de Novembro de 2017
						Auditor(a): Mariana Silva
						Data da elaboração do relatório: 27 de Novembro
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	.	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. ISO 3727-1:2001. B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Lacticínios - Normas várias .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Elisabete Feiteira	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-11-30 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-11-30 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Elisabete Feiteira	X			A) 2017/096021	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Isabel Silva; DQ	X			A) Refrigeração. B) Sim. C) Sim. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Bela, no dia 2017-11-24, com o equipamento 9E. E) Sim, foi utilizado o banho 9E. F) Sim, no frigorífico 152C.	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Elisabete Feiteira, DQ	X			A) Sim. B) NA.	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X	X(B)		A) Sim. IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco. B) Não. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.90.5B.	1053/Q/Fev2018
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Elisabete Feiteira	X			A) Manteiga comercial. B) Preparação: 2017-06-07; C) NA. D) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X			<u>A1) 2017-11-24</u> SPA - Equipamento n.º 11J Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C <u>A2) 2017-11-27</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Isabel Silva; Ana Martins; Elisabete Feiteira	X	X [Câmara Frigorífica 20B(1) - I]	<u>CÂMARA FRIGORÍFICA 20B(1)</u> A) Câmara frigorífica 20B(1). B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Manutenção efetuada por Frilider, efetuada em 2017-05-26. H1) NA. I) Sim. I1) Sim. O PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores refere o registo da manutenção semestral no IQ.17 Registo de manutenção e anomalias do equipamento, no entanto esta prática não foi evidenciada. <u>SONDA 191BB (associada à câmara frigorífica 20B(1))</u> A) Sonda 191BB. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BB: sonda 102D, calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º 12714/17 emitido em 2017-10-26. Apto em 2017-11-06. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2017-02. Próxima verificação: 2018-02. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>FRIGORÍFICO 152C</u> A) Frigorífico 152C. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2017-11-24 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	1054/Q/Fev2018
---	--	----------	--	---	-----------------------

SONDA 1910 (associada ao frigorífico 152C)

- A) Sonda 1910.
 B) Sim.
 C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
 D) Sim.
 E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
 F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 1910: sonda 102E, calibrada pelo EIA em 2017-04-04, certificado de calibração n.º 3873/17 emitido em 2017-04-04. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04.
 F1) NA.
 F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.
 G) Equipamento verificado a $(5\pm 3)^{\circ}\text{C}$ em 2017-02. Próxima verificação: 2018-02.
 G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.
 G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.
 H) NA
 H1) NA
 I) Sim.
 I1) Não.

BANHO 9E

- A) Banho 9E.
 B) Sim.
 C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
 D) Sim.
 E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
 F) Calibração: calibração efetuada a $(34,0\pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2017-06-21, certificado de calibração n.º ES-7063TP-17, emitido por EIA em 2017-06-26, apta em 2017-07-03. Próxima calibração em 2018-06.
 F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
 F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.
 G) NA.
 G1) NA.
 G2) NA.
 H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Os registos encontram-se atualizados.
 H1) NA.
 I) Sim.
 I1) Não.

SONDA 86DT (associada ao banho 9E)

- A) Sonda 86DT.
 B) Sim.
 C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
 D) Sim.
 E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
 F) Sondas de referência utilizadas na verificação da sonda 86DT: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09; Sonda 110G calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06.
 F1) NA.
 F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.
 G) Equipamento verificado a $(34\pm 1)^{\circ}\text{C}$ em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05.
 G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.
 G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.
 H) NA
 H1) NA
 I) Sim.
 I1) Não.

ESTUFA 14H

A) Estufa 14H.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Calibração: calibração efetuada a $(101 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ no dia 2017-10-16, certificado de calibração n.º ES-12099TP-17, emitido por EIA em 2017-10-26, apta em 2017-11-06. Próxima calibração em 2018-10.

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.

G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados.

G1) NA

G2) NA

H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2017-11-17 - Os registos encontram-se atualizados.

H1) NA

I) Sim.

I1) Não.

SONDA 123J (associada à estufa 14H)

A) Sonda 123J

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123J: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2017-06-21, certificado de calibração n.º CL-7080TP-17 emitido em 2017-06-21. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.

F1) NA.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.

G) Equipamento verificado a $(101,5 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ em 2017-10. Próxima verificação: 2018-10.

G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

H) NA

H1) NA

I) Sim.

I1) Não

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?				X		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação.					<u>Balança 2F</u> A) Balança 2F. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado n.º CL-3602MS-17 emitido em 2017-04-27. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação dos dias 24 e 27 de Novembro - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Elisabete Feiteira	-X-		<u>Massa 104:</u> A) Massa 104. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12715MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 76:</u> A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.
---	-------------------------------	------------	--	--

				<u>Massa 75:</u> A) Massa 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Erika; Íris Oliveira	X		<u>Termohigrómetro 11J (SPA):</u> A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21,2°C e da humidade de 54% em 2017-11-24, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens):</u> A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21,6°C e de 21,4°C e da humidade de 50%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2017-11-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 21,1°C e da humidade de 31% em 2017-11-27, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06.	

				G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Termohigrómetro 11C (Laboratório FQ):</u> A) Termohigrómetro 11C. B) Sim. C) Não se detetou no impresso IQ.13.3, dado que após a auditoria o equipamento avariou. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21°C e de 21°C e da humidade de 44% e 55%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2017-11-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 20°C e da humidade de 22% em 2017-11-27, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Conta minutos 59AH:</u> A) Conta minutos 59AH. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metroológicos de contagem de tempo. F) NA. G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.
--	--	--	--	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Elisabete Feiteira	X			A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes do seguinte reagente: - Pedra Pómes (F6): Lote 15I090011 A2) NA. A3) NA. A4) NA. B) Foi verificado o certificado de lote correspondente.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ		X(A)		A) Não. B) NA.	1055/Q/Fev2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Elisabete Feiteira; DQ	X			A) 2017/071585. B) Impresso IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco. C) Boletim analítico 80785/EGI/17.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Elisabete Feiteira	X			A) NA. B) Sim. C) Sim, Manteiga comercial (PR1153-MAY17). D) Sim, na série de 4 amostras foi realizada uma amostra em duplicado.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2017-09-13 (14,9249 g/100g e 14,9043 g/100g) B) NA. C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, não foram verificados erros de transcrição.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $Wm = [(m2 - m4) - (m1 - m3)] / (m2 - m0) \times 100\%$ Em que: - Wm - Teor de humidade da amostra, expressa em percentagem em massa; - m0 - Massa, expressa em g, da cápsula tarada; - m1 - Massa, expressa em g, da cápsula tarada usada no branco antes da secagem; - m2 - Massa, expressa em g, da cápsula com a amostra antes da secagem; - m3 - Massa, expressa em g, da cápsula tarada usada no branco depois da secagem; - m4 - Massa, expressa em g, da cápsula com a amostra após a secagem. A1) Sim. $Wm = [(6,1244 + 68,7899) - 71,5045] - (56,0496 - 56,0505) / [(6,1244 + 68,7899) - 68,7899] \times 100 = 55,69035 \% \text{ g/100g}$ O resultado apresentado no boletim analítico corresponde a 55,69 % g/100g. B) Sim, o resultado é expresso em percentagem em massa com arredondamento às centésimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X			A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os últimos 3 certificados de formação: 2017-10-26; 2017-09-13; 2017-09-08. A7) Sim, verificado o impresso IQ. 59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) NA. Qualificação inicial adquirida antes de 2012.	

Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	DQ	X			A) Sim. Verificadas as participações de 2017-03, no ECI do Fapas-butter (2017/014780), e de 2017/09 no ECI da DRRR-butter (2017/072888). B) NA.	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

Anexo 2: Método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content

Tabela 13: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-2:2001 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 2: Determination of non-fat solids content.

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: ISO 3727-2:2001 Butter - Determination of moisture, non-fat solids and fat - Part 2: Determination of non-fat solids content (Reference method).	
					Data da auditoria: 24 a 29 de Novembro de 2017	
					Auditor(a): Mariana Silva	
					Data da elaboração do relatório: 29 de Novembro	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. ISO 3727-2:2001. B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Lacticínios - Normas várias .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Elisabete Feiteira	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-11-30 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-11-30 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Elisabete Feiteira	X			A) 2017/096021	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Isabel Silva; DQ	X			A) Refrigeração. B) Sim. C) Sim. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Bela, no dia 2017-11-24, com o equipamento 9E. E) Sim, foi utilizado o banho 9E. F) Sim, no frigorífico 152C.	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Elisabete Feiteira	X		A) Não. O ponto 8.1.3 da norma refere a pesagem da cápsula em conjunto com a vareta de vidro, após a secagem e arrefecimento do conjunto cápsula, vareta de vidro e cadinho, bem como da pesagem do mesmo, no entanto, a analista pesou a cápsula isoladamente, referindo que a presença da vareta de vidro nesta pesagem é indiferente, pois não é necessária a sua presença no prato naquele momento e esta será contabilizada na pesagem final. O ponto 8.3.1 da norma refere a adição de 15 mL de éter de petróleo à amostra presente na cápsula, no entanto a analista não mediu o volume adicionado à solução rigorosamente, tendo recorrido a um gobelé de 400 mL, afirmando que uma maior quantidade de reagente garante o total desengorduramento da mesma. O ponto 8.3.3 da norma refere a adição de 25 mL de éter de petróleo pré-aquecido a 25°C, contudo a analista não pré-aqueceu o reagente, tendo-o usado à temperatura ambiente, referindo que já testou este passo a diversas temperaturas e não registou qualquer alteração significativa no uso do éter de petróleo pré-aquecido em relação ao éter de petróleo a temperatura ambiente. A analista, mais uma vez, não mediu rigorosamente o volume adicionado à amostra, tendo colocado cerca de 400 mL de éter de petróleo com um gobelé de 400 mL, referindo a justificação dada relativamente ao ponto 8.3.1.. B) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X	X(B)	A) Sim. IQ.90.2D Determinação de resíduo seco isento de matéria gorda. B) Não. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.90.2D.	1056/Q/Fev2018
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-		X		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Elisabete Feiteira	X		A) Manteiga comercial. B) Preparação: 2017-06-07; C) NA. D) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluindo SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X		<u>A1) 2017-11-24</u> SPA - Equipamento n.º 11J Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C <u>A2) 2017-11-27</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C <u>A3) 2017-11-28</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C <u>A4) 2017-11-29</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Isabel Silva; Ana Martins; Elisabete Feiteira	X	<u>CÂMARA FRIGORÍFICA 20B(1)</u> A) Câmara frigorífica 20B(1). B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Manutenção efetuada por Frilider, efetuada em 2017-05-26. H1) NA. I) Sim. I1) Sim. O PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores refere o registo da manutenção semestral no IQ.17 Registo de Manutenção e Anomalias do Equipamento, no entanto esta prática não foi evidenciada - Não conformidade já detetada e registada - NC 1054/Q/Fev2018 <u>SONDA 191BB (associada à câmara frigorífica 20B(1))</u> A) Sonda 191BB. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BB: sonda 102D, calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º 12714/17 emitido em 2017-10-26. Apto em 2017-11-06. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2017-02. Próxima verificação: 2018-02. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>FRIGORÍFICO 152C</u> A) Frigorífico 152C. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2017-11-24 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
---	--	----------	---	--

SONDA 1910 (associada ao frigorífico 152C)

- A) Sonda 1910.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
- F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 1910: sonda 102E, calibrada pelo EIA em 2017-04-04, certificado de calibração n.º 3873/17 emitido em 2017-04-04. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04.
- F1) NA.
- F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.
- G) Equipamento verificado a $(5\pm 3)^{\circ}\text{C}$ em 2017-02. Próxima verificação: 2018-02.
- G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.
- G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.
- H) NA
- H1) NA
- I) Sim.
- I1) Não.

BANHO 9E

- A) Banho 9E.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
- F) Calibração: calibração efetuada a $(34,0\pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2017-06-21, certificado de calibração n.º ES-7063TP-17, emitido por EIA em 2017-06-26, apta em 2017-07-03. Próxima calibração em 2018-06.
- F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
- F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.
- G) NA.
- G1) NA.
- G2) NA.
- H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Os registos encontram-se atualizados.
- H1) NA.
- H2) NA.

SONDA 86DT (associada ao banho 9E)

- A) Sonda 86DT.
 B) Sim.
 C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
 D) Sim.
 E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
 F) Sondas de referência utilizadas na verificação da sonda 86DT: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09; Sonda 110G calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06.
 F1) NA.
 F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.
 G) Equipamento verificado a $(34 \pm 1)^\circ\text{C}$ em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05.
 G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.
 G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.
 H) NA
 H1) NA
 I) Sim.
 I1) Não.

ESTUFA 14H

- A) Estufa 14H.
 B) Sim.
 C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
 D) Sim.
 E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.
 F) Calibração: calibração efetuada a $(101 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ no dia 2017-10-16, certificado de calibração n.º ES-12099TP-17, emitido por EIA em 2017-10-26, apta em 2017-11-06. Próxima calibração em 2018-10.
 F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
 F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.
 G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados.
 G1) NA
 G2) NA
 H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2017-11-17 - Os registos encontram-se atualizados.
 H1) NA
 I) Sim.
 I1) Não.

				<u>SONDA 123J (associada à estufa 14H)</u> A) Sonda 123J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123J: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2017-06-21, certificado de calibração n.º CL-7080TP-17 emitido em 2017-06-21. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (101,5±0,5)°C em 2017-10. Próxima verificação: 2018-10. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?				x	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Elisabete Feiteira	X		<u>Balança 2F</u> A) Balança 2F. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado n.º CL-3602MS-17 emitido em 2017-04-27. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação dos dias 24 e 27 de Novembro - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 104:</u> A) Massa 104. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12715MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
---	-------------------------------	----------	--	---	--

Massa 76:

A) Massa 76.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

Massa 75:

A) Massa 75.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Erika; Íris Oliveira	X		<u>Termohigrómetro 11J (SPA):</u> A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21,2°C e da humidade de 54% em 2017-11-24, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens):</u> A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21,6°C e de 21,4°C e da humidade de 50%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2017-11-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 21,1°C e da humidade de 31% em 2017-11-27, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06 . G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.
--	-------------------------------------	----------	--	--

Termohigrómetro 11C (Laboratório FQ):

A) Termohigrómetro 11C.

B) Sim.

C) Não se detetou no impresso IQ.13.3, dado que após a auditoria o equipamento avariou.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade

F) Foi verificado o registo da temperatura de 21°C e de 21°C e da humidade de 44% e 55%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2017-11-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 20°C e da humidade de 22% em 2017-11-27, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.

G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06.

G1) NA.

G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.

H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01.

H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

Conta minutos:

A) Conta minutos 59AH.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.

F) NA.

G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.

G1) NA.

G2) NA.

H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados.

H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.222.0.

H2) NA

I) Pilhas com carga e aparelho limpo - ok.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

				<u>Bomba de vácuo:</u> A) Bomba de vácuo 28D. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.38 Bomba de vácuo. F) NA. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. H2) NA. I) Equipamento e membranas limpas - ok. I1) NA. J) Sim.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Elisabete Feiteira, Íris Oliveira	X		A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes do seguinte reagente: - Éter de petróleo (D2): Lote 17G054024. A2) NA. A3) NA. A4) NA. B) Foi verificado o certificado de lote correspondente.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ	X	X(A)	A) Não. B) NA.	1055/Q/Fev2018

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Elisabete Feiteira; DQ	X			A) 2017/071585. B) Impresso IQ.90.2D Determinação de resíduo seco isento de matéria gorda. C) Boletim analítico 80785/EGI/17.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Elisabete Feiteira	X			A) NA. B) Sim. C) Sim, Manteiga comercial (PR1155-MAY17). D) Sim, na série de quatro amostras foi realizada uma amostra em duplicado.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2017-09-13 (2,608 g/100g e 2,573 g/100g) B) NA. C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, não foram verificados erros de transcrição.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Elisabete Feiteira	X		A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $Wnf = [(m3 - m0) / (m2 - m1)] \times 100\%$ Em que: - Wnf - Teor de resíduo seco isento de matéria gorda, expressa em percentagem em massa; - m0 - Massa, expressa em g, do conjunto cápsula, vareta de vidro e cadinho tarados; - m1 - Massa, expressa em g, da cápsula tarada; - m2 - Massa, expressa em g, da cápsula com a amostra antes da secagem; - m3 - Massa, expressa em g, do conjunto cápsula, vareta de vidro e cadinho com o resíduo após a secagem; A1) Sim. $Wnf = [(86,3319 - 85,9004) / 5,0872] \times 100 = 8,48207 \%$ O resultado apresentado no boletim analítico corresponde a 8,48 % g/100g. B) Sim, o resultado é expresso em percentagem em massa com arredondamento às centésimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X		A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os últimos 3 certificados de formação: 2017-10-26; 2017-09-13; 2017-09-08. A7) Sim, verificado o impresso IQ. 59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) NA. Qualificação inicial adquirida antes de 2012.	
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas? C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável	DQ	X		A) Sim. Verificadas as participações de 2017-03, no ECI do Fapas-butter (2017/014780), e de 2017/09 no ECI da DRRR-butter (2017/072888). B) NA.	

Anexo 3: Método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method)

Tabela 14: Relatório de auditoria ao método ISO 3727-3:2003 Butter. Determination of moisture, non-fat solids and fat. Part 3: Calculation of fat content (Reference method).

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: ISO 3727-3:2003 Butter - Determination of moisture, non-fat solids and fat - Part 3: Calculation of fat content (Reference method).	
					Data da auditoria: 29 de Novembro de 2017	
					Auditor(a): Mariana Silva	
					Data da elaboração do relatório: 29 de Novembro	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. ISO 3727-3:2003 B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Lacticínios - Normas várias .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Elisabete Feiteira	X			A) 2017/096021	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	-			X	-	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Elisabete Feiteira	X			A) Manteiga comercial B) Preparação: 2017-06-07; C) NA D) NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	-			X	-	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?	-			X	-	

I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?						
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	-			X		-

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	-			X	-	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ	X	X(A)		A) Não. B) NA.	1055/Q/Fev2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Elisabete Feiteira; DQ	X			A) 2017/071585. B) NA. C) Boletim analítico 80785/EGI/17.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Elisabete Feiteira	X			A) NA. B) NA. C) Sim, Manteiga comercial (PR1154-MAY17). D) NA.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2017-09-13. B) NA. C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	-			X	-	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $Wf = 100\% - (Wm + Wnf)$ Em que: - Wf - Teor em matéria gorda da amostra, expressa em percentagem em massa; - Wm - Teor de humidade da amostra, expressa em percentagem em massa; - Wnf - Teor de resíduo seco isento de matéria gorda, expressa em percentagem em massa; A1) Sim. $Wf = 100\% - (54,59 + 8,48) = 35,83\% \text{ g/100g}$ O resultado apresentado no boletim analítico corresponde a 35,83 % g/100g. B) Sim, o resultado é expresso em percentagem em massa com arredondamento às centésimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	-			X		

Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas? C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável	DQ	X			A) Não. Para este cálculo apenas foi verificada a participação em 2017-03, no ECI do Fapas-butter (2017/014780). No entanto a analista participou nos ensaios Fapas-butter em 2017-03 (2017/014780) e DRRR-butter em 2017-09 (2017/072888) para as determinações de água e resíduo seco isento de matéria gorda. O fornecedor DRRR não disponibiliza a determinação de matéria gorda. B) NA.		
--	----	---	--	--	---	--	--

Anexo 4: Método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total

Tabela 15: Relatório de auditoria ao método NP 1974:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total.

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP 1974:2009 - Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de matéria gorda total.	
					Data da auditoria: 22 e 24 de Janeiro de 2018	
					Auditor(a): Mariana Silva	
					Data da elaboração do relatório: 24 de Janeiro de 2018	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. NP 1974:2009. B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Pescado e derivados - Documentos diversos .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Mónica Ferreira	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-11-30 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-11-30 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Mónica Ferreira	X			A) 2018/002499	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-		X	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Erika Ramalho; DQ	X		A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Erika Ramalho, no dia 2018-01-15, com o equipamento 121E. B) Não. C) Ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Sim, no frigorífico 152C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Mónica Ferreira	X		A) Não. A norma refere no ponto 9.2 que, após a lavagem do balão cónico e do filtro com água quente, o filtro deverá ser colocado numa cápsula de vidro e seco numa estufa durante 1h. No entanto, a analista efetua este passo de forma diferente, deixando o filtro numa cápsula de vidro à temperatura ambiente durante aproximadamente 24h. Ainda assim, considera-se que esta modificação não afeta o resultado final, pois o que se pretende é apenas a secagem do filtro. A analista afirma que opta por o fazer desta forma devido a questões de gestão do trabalho. B) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X	X(B)		A) Sim. IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet e IQ.23.0G Determinação de matéria gorda - Soxhlet - DPCS B) Não. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.2A. Impresso IQ.23.0G validado em 2015-12-09.	1059/Q/Fev2018
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Mónica Ferreira	X			A) Pescado (Cavala). B) Preparação: 21/11/17. C) NA. D) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluindo SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X			<u>A1) 2018-01-22</u> SPA - Equipamento n.º 11J Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A2) 2018-01-23</u> Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A3) 2018-01-24</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Isabel Silva; Ana Martins; Lara Pimentel; Mónica	X		<u>FRIGORÍFICO 152C</u> A) Frigorífico 152C. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 22/01/2018- Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>SONDA 191O (associada ao frigorífico 152C)</u> A) Sonda 191O. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191O: sonda 102E, calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4767/16 emitido em 2017-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2018-06. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (5±3)°C em 2017-02. Próxima verificação: 2018-02. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>ESTUFA 14I</u> A) Estufa 14I. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrada entre 15 e 18 de Janeiro, pelo que não foi evidenciado o certificado de calibração da mesma. F1) Não foi evidenciada a etiqueta IQ.146.3. F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-01-08 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.
---	---	----------	--	---

SONDA 86EI (associada à estufa 14I)

A) Sonda 86EI

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123J: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2017-06-21, certificado de calibração n.º CL-7080TP/17 emitido em 2017-06-21. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.

F1) NA.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.

G) Equipamento verificado a $(102 \pm 1)^\circ\text{C}$ em 2017-10. Próxima verificação: 2018-10.

G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.259.1.

G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

H) NA

H1) NA

I) Sim.

I1) Não

PLACA DE AQUECIMENTO 52C4

A) Placa de aquecimento 52C4

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e manutenção: PEQ.01.1 Agitadores, placas e mantas.

F) NA.

F1) NA.

F2) NA.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) Equipamento limpo - ok.

I) Sim.

I1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	Mónica Ferreira; DQ	X	X (F)	A) Proveta graduada de vidro de 100 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Não se verificou a existência do certificado de lote n.º 0462. F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	1060/Q/Fev2018
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?				<u>BALANÇA 2G</u> A) Balança 2G. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado n.º CL-3602MS-17 emitido em 2017-04-27. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação dos dias 22 e 24 de Janeiro de 2018 - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Isabel Novaís	✕	<u>MASSA 104:</u> A) Massa 104. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12715MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 76:</u> A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.
---	------------------------------	----------	--

				MASSA 75: A) Massa 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Mónica Ferreira; Erika Ramalho; Íris Oliveira; Ana Neves; Diana Sousa	X	TERMOHIGRÓMETRO 11J (SPA): A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 20,0°C e da humidade de 46%, da parte da manhã, e da temperatura de 20,2°C e da humidade de 56, da parte da tarde, em 2018-01-15, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. TERMOHIGRÓMETRO 11W (Sala de pesagens): A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 21,2°C e da humidade de 39% de manhã, em 2018-01-22, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 21,2°C e da humidade de 40%, de tarde, em 2018-01-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06. G1) NA.		

				G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>TERMOMIGRÓMETRO 11AA (Laboratório FQ):</u> A) Termohigrómetro 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de $21,4^{\circ}\text{C}$ e de $20,2^{\circ}\text{C}$ e da humidade de 56% e 60%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2018-01-22, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de $20,9^{\circ}\text{C}$ e de $20,0^{\circ}\text{C}$ e da humidade de 49% e 49%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2018-01-23, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de $19,7^{\circ}\text{C}$ e de $21,9^{\circ}\text{C}$ e da humidade de 41% e 44%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2018-01-24, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>TIMER DE MATÉRIA GORDA 192X:</u> A) Timer de matéria gorda 192X. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. F) NA. G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07. G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. G2) NA. H) Verificado o IQ.54.0C - Os registos encontram-se atualizados. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.
--	--	--	--	---

Conta minutos 59AG:

A) Conta minutos 59AG.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.

F) NA.

G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.

G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

G2) NA.

H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados.

H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.222.0.

H2) NA.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

SOXTEC AVANTI 107D

A) Soxtec avanti 107D.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.74.2 Soxtec Avanti.

F) NA.

F1) NA.

F2) NA.

G) Verificado o impresso IQ.143.2 Registo de Ensaio em Branco - Controlo de Reagentes/Consumíveis - os registos encontram-se atualizados. Verificado o IQ.262.0 - Registo de Ensaio em Branco - Manutenção do Equipamento - os registos encontram-se atualizados.

G1) NA.

G2) NA.

H) Equipamento limpo - ok.

H1) NA.

H2) NA.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Mónica Ferreira, Isabel Pontes	X			A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: - Ácido clorídrico 37% (H7): Lote 171254021. - Éter de Petróleo 40-60°C (D2): Lote 17J024020. <u>Solução de HCl 4N:</u> A2) NA - Solução preparada e utilizada no mesmo dia. A2.1) 2018-01-22 A2.2) 2018-06-22 A2.3) Mónica Ferreira A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. B) Foram verificados todos os certificados de lote.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ		X(A)		A) Não. B) NA.	1061/Q/Fev2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Mónica Ferreira; DQ	X			A) 2017/100612 B) Impressos IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet - NP 1974 e IQ.23.0G Determinação de matéria gorda - Soxhlet - DPCS C) Boletim analítico n.º 11526/EGI/17	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Mónica Ferreira	X			A) NA. B) Sim. C) Sim, Pescado (Cavala) (PR1243-NOV2017) D) Sim, na série de duas amostras foi realizada uma amostra em duplicado.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Mónica Ferreira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2017-12-12 (11,28 g/100g e 12,18 g/100g). B) NA. C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Mónica Ferreira	X			A) Sim, não foram verificados erros de transcrição.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Mónica Ferreira	X			A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $\text{Teor de matéria gorda total (g/100g)} = (m3 - m2) \times 100 / m1$ Em que: - m1 : Massa, expressa em g, da toma para ensaio. - m2: Massa, expressa em g, do balão de extração. - m3: Massa, expressa em g, do balão de extração com o extrato após a secagem. A1) Sim. Replicado 1 $\text{Teor de matéria gorda total (g/100g)} = (42,1195 - 41,4291) \times 100 / 5,5307 = 12,483049 \text{ g/100g}$ Replicado 2 $\text{Teor de matéria gorda total (g/100g)} = (44,0178 - 43,3567) \times 100 / 5,2679 = 12,549593 \text{ g/100g}$ Média dos replicados = 12,5 g/100g B) Sim, o resultado é expresso em g/100g com arredondamento às décimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X			A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os 3 últimos certificados de formação: 2017-10-26; 2017-09-13; 2017-09-08. A7) Sim, verificado no impresso IQ.59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) NA. Qualificação inicial adquirida antes de 2012.	

Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	DQ	X			A) Foi verificada a participação no ECI Bipea em 2017-02 (amostra n.º 2017/004881), com um resultado aceitável, e no ECI LGC em 2017-07 (amostra n.º 2017/058068), com um resultado aceitável. B) NA.	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

Anexo 5: Método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda

Tabela 16: Relatório de auditoria ao método NP-475:1983 Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Método: NP-475:1983 - Leites - Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.
						Data da auditoria: 29 e 30 de Janeiro de 2018
						Auditor(a): Mariana Silva
						Data da elaboração do relatório: 30 de Janeiro de 2018
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. NP-475:1983. B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Laticínios - Normas várias.	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Elisabete Feiteira	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-11-30 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-11-30 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Elisabete Feiteira	X			A) 2018/006209	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Susana Jesus; DQ	X			A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Susana Jesus, no dia 2018-01-29. B) Não. C) Temperatura ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Elisabete Feiteira	X			A) Não. Na preparação da cápsula com a areia, a analista colocou a mesma durante toda a noite na estufa, e não apenas durante 2h, tal como referido no ponto 9 da norma. Desta forma, garante a completa secagem da areia, sem que haja qualquer alteração das propriedades da mesma. B) Não.	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X			A) Sim. IQ.90.5B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco. B) Não. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.90.5B - Não conformidade já detetada e registada - NC 1053/Q/Fev2018.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Elisabete Feiteira; Susana Jesus	X			A) Milk Powder. B) Preparação: 2018-01-29; Validade: 2018-02-06; Preparadora: Susana Jesus. C) Sim, semanalmente. D) Sim, verificado o IQ.213.0 Relatório - Tratamento de informação_ Controlo da preparação/validade DPCS.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluindo SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X			<u>A1) 2018-01-29 e 2018-01-30</u> SPA - Equipamento n.º 11J Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11C	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Isabel Silva; Ana Martins; Elisabete Feiteira	X		<u>ESTUFA 14D</u> A) Estufa 14D. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a $(101 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ no dia 2017-10-16, certificado de calibração n.º ES-12098TP-17, emitido por EIA em 2017-10-26, apta em 2017-11-06. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-01-08 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>SONDA 86EO (associada à estufa 14D)</u> A) Sonda 86EO. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EO: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23 certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(101 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ em 2018-01. Próxima verificação: 2019-01. G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não	
---	--	----------	--	--	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?					<u>Balança 2F:</u> A) Balança 2F. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado n.º CL-3602MS-17 emitido em 2017-04-27. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação dos dias 29 e 30 de Janeiro de 2018 - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Elisabete Feiteira	X	<u>Massa 104:</u> A) Massa 104. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12715MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>Massa 76:</u> A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.
---	-------------------------------	----------	--

				<u>Massa 75:</u> A) Massa 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Erika Ramalho; Íris Oliveira; Ana Neves	X	<u>Termohigrómetro 11J (SPA):</u> A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 19,9°C e da humidade de 60% em 2018-01-29, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens):</u> A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 20,4°C e da humidade de 34%, de manhã, em 2018-01-29, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de 21°C e da humidade de 31% em 2018-01-30, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2016-07-07, certificado n.º 5594/16, emitido em 2016-07-08. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-06 . G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.		

				H) Equipamento verificado a $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Termohigrómetro 11AA(Laboratório FQ):</u> A) Termohigrómetro 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de $19,4^{\circ}\text{C}$ e de $22,4^{\circ}\text{C}$ e da humidade de 39% e de 33%, de manhã e de tarde, respetivamente, em 2018-01-29, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Foi verificado o registo da temperatura de $21,0^{\circ}\text{C}$ e da humidade de 35% em 2018-01-30, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a $(20 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>Conta minutos 59AH:</u> A) Conta minutos 59AH. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. F) NA. G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o IQ.54.18 - Os registos encontram-se atualizados. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.
--	--	--	--	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Elisabete Feiteira	X			A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes do seguinte reagente: - Areia do mar (F36): Lote TA2094612 712 . A2) NA. A3) NA. A4) NA. B) Foi verificado o certificado de lote correspondente.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ		X(A)		A) Não. B) NA.	1057/Q/Fev2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Elisabete Feiteira; DQ	X			A) 2017/074376. B) Impresso IQ.90.4B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco. C) Boletim analítico 80953/EGI/17.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Elisabete Feiteira	X			A) NA. B) Sim. C) Sim, Milk Powder (PR1250-NOV15). D) Sim, na série de duas amostras foi realizada uma amostra em duplicado.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2017-09-21 (90,33 g/100g) B) NA. C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Elisabete Feiteira	X			A) Sim, não foram verificados erros de transcrição.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Elisabete Feiteira	X			A) O cálculo, segundo a norma, é efetuado através da seguinte fórmula: Teor do resíduo seco do leite $= [(m2 - m0) / (m1 - m0) \times 100 \%$ Em que: - m0 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia depois de seca e arrefecida em exsiccador; - m1 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia e a toma de leite; - m2 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia e o resíduo da toma de leite depois de sucessivas pesagens até ao mínimo de massa; Contudo, o resultado calculado no impresso e apresentado no boletim analítico é referente ao teor de humidade (100-resíduo seco). Teor de resíduo seco isento de matéria gorda do leite/leite composto: $[(m2 - m0) / (m1 - m0) \times 100 - g \%$ Em que: - m0 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia depois de seca e arrefecida em exsiccador; - m1 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia e a toma de leite; - m2 - Massa, expressa em g, da cápsula com areia e o resíduo da toma de leite depois de sucessivas pesagens até ao mínimo de massa; - g - Matéria gorda, expressa em percentagem em massa, do leite ou do leite em análise (NP 468) - <u>Nota: a norma NP 468 já se encontra obsoleta, pelo que o laboratório a substituiu pela ISO 1211.</u> A1) Sim Replicado 1 Teor do resíduo seco do leite $= [(m2 - m0) / (m1 - m0) \times 100 \%$ $= [(61,3559 - 60,6496) / 5,7537] \times 100 = 12,29695 \text{ g/100g}$ O resultado de humidade apresentado no boletim analítico corresponde a $(100 - 12,3) = 87,7 \text{ g/100g}$. B) Sim, o resultado é expresso em g/100g com arredondamento às décimas.	

Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X			A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os últimos 3 certificados de formação: 2017-10-26; 2017-09-13; 2017-09-08. A7) Sim, verificado o impresso IQ. 59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) NA. Qualificação inicial adquirida antes de 2012.	
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	DQ	X			A) Resíduo seco - Verificada a participação de 2017/09 no ECI da DRRR-UHT Milk 2017/072511 (Elisabete) e 2017/072515 (Isabel Pontes). Resíduo seco isento de matéria gorda - Não foram evidenciadas participações em eci's para este método. Evidenciada a pesquisa efetuada no site "Eptis" em 2017-12-06. B) NA.	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

Anexo 6: Método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)

Tabela 17: Relatório de auditoria ao método ISO 2450:2008 Cream. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA				Método: ISO 2450:2008 - Cream - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).
						Data da auditoria: 12, 13, 14 e 15 de Março de 2018
						Auditor(a): Mariana Silva
						Data da elaboração do relatório: 17 de Abril de 2018
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	

Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. ISO 2450:2008. B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Laticínios - Normas várias .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Mónica Ferreira	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-12-02 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-11-30 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Mónica Ferreira	X			A) 2018/18025	
Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Susana Jesus; DQ	X			A) Temperatura ambiente (apesar de a norma definir que as amostras devem estar refrigeradas entre 2°C e 6°C, o laboratório não considera necessária a sua prática em Natas UHT). B) Sim. Não. C) Sim. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Susana Jesus, no dia 2018-03-12, com o equipamento 16J. E) Sim. O banho 16J. F) Não. Após a preparação da mesma, procedeu-se à realização do ensaio.	

Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Mónica Ferreira	X			A) Sim. Para realizar a extração foram usadas provetas de vidro de 100 ml com tampa, em vez de balões de extração Mojonnier. Pelo facto de serem graduadas foram utilizadas como medida para a adição da água e dos solventes (éter dietílico e éter de petróleo). A analista demonstrou destreza na realização do ensaio. B) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X			A) Sim. IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. B) Sim. Impresso validado a 2017-04-21.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois noves (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Erika Ramalho; Mónica Ferreira	X		A) Milk Powder. B) Preparação: 2018-03-05. Validade: 2018-03-12. Analista: Erika Ramalho. C) Sim. D) Sm.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluindo SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X		<u>A1) 2018-03-12</u> SPA - Equipamento n.º 11J Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A2) 2018-03-13</u> Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A3) 2018-03-14</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A4) 2018-03-15</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?				<u>BANHO 16J</u> A) Banho 16J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a 34,0°C no dia 2017-10-16, certificado de calibração n.º ES-12103TP-17, emitido por EIA em 2017-10-25, apta em 2017-11-06. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Susana Jesus; Ana Martins; Íris Oliveira; Mónica Ferreira	X	X (sonda da estufa 14B)	<u>SONDA 86CX (associada ao banho 16J)</u> A) Sonda 86CX. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º4768/16 emitido em 2016-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06 F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (34±1)°C em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>ESTUFA 14B</u> A) Estufa 14B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a (102±1)°C no dia 2017-03-29, certificado de calibração n.º ES-3648TP-17, emitido por EIA em 2017-05-02. Apta em 2017-05-18. Próxima calibração em 2018-04. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) NA G) NA (*) G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-02-26 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>SONDA (associada à estufa 14B)</u> (*) Na data da auditoria não se encontrava nenhuma sonda associada à estufa 14B, ou seja, não foi evidenciada a monitorização da temperatura.
---	--	----------	--------------------------------	--

				<u>TERMÓMETRO 19Q:</u> A) Termómetro 19Q. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PCE.08.3 Medição e monitorização de temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 19Q: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-12. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (52,5±2,5)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12. G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	Mónica Ferreira; DQ	X	X [Provet a graduada de vidro de 100 mL - F);]	A) Proveta graduada de vidro de 100 mL com tampa. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Não se verificou a existência do certificado de lote n.º 0462. F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. A) Pipeta graduada de 10 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Foi verificada a existência do lote n.º 0458. F1) NA F2) NA	1122/Q/Abr2018

				G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Isabel Pontes	X		<u>BALANÇA 38A</u> A) Balança 38A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-03-29, certificado n.º CL-3603MS-17 emitido em 2017-04-27. Apto em 2017-05-18. Próxima calibração a 2018-04, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação do dia 12 de Março de 2018 - Registos atualizados. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>BALANÇA 2H</u> A) Balança 2H. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibração efetuada a 2018-03-05, não tendo ainda sido emitido o certificado de calibração na presente data. Aceitação inicial da balança 2H efetuada segundo o PCQ.29 no IQ.213.0 - Relatório - Tratamento de Informação - Instalação da Balança 2H, a 2018-01-18. F1) NA F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação dos dias 14 e 15 de Março de 2018 - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

MASSA 104:

A) Massa 104.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12715MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

MASSA 183:

A) Massa 183.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

MASSA 76:

A) Massa 76.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

MASSA 75:

A) Massa 75.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

MASSA 68:

A) Massa 68.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12718MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10,

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Mónica Ferreira; Erika Ramalho; Íris Oliveira; Diana Sousa; Ana Neves	X	X (Hotte 44B - H)	<u>TERMOHIGRÓMETRO 11J (SPA):</u> A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 20,0°C e da humidade de 59%, da parte da manhã, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>TERMOHIGRÓMETRO 11W (Sala de pesagens):</u> A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2018-03-12 (manhã): temperatura de 21°C e humidade de 40%. - 2018-03-14 (manhã): temperatura de 21°C e humidade de 55%. - 2018-03-15 (manhã): temperatura de 20,9°C e humidade de 42%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-01. Próxima verificação: 2018-01. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.	1123/Q/Abr2018
--	--	----------	--------------------------	--	-----------------------

TERMOHIGRÓMETRO 11AA (Laboratório FQ):

A) Termohigrómetro 11AA.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade

F) Foi verificado no impresso IQ.100.7:

- 2018-03-12 (manhã): temperatura de 17,9°C e humidade de 54%.

- 2018-03-12 (tarde): temperatura de 21,0°C e humidade de 48%.

- 2018-03-13 (manhã): temperatura de 20,4°C e humidade de 60%.

- 2018-03-13 (tarde): temperatura de 20,8°C e humidade de 59%.

- 2018-03-14 (manhã): temperatura de 20,2°C e humidade de 61%.

- 2018-03-14 (tarde): temperatura de 20,8°C e humidade de 54%.

- 2018-03-15 (manhã): temperatura de 20,1°C e humidade de 49%.

Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.

G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06.

G1) NA.

G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.

H) Equipamento verificado a $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12.

H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

CONTA-MINUTOS 59AH:

A) Conta minutos 59AH.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrologicos de contagem de tempo.

F) NA.

G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2016-07-20, certificado n.º 6056-16, emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.

G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

G2) NA.

H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados.

H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0.

H2) NA.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

				<u>HOTTE 44B:</u> A) Hotte 44B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - Os registos não se encontram atualizados - Última verificação efetuada a 14-09-2016. H1) NA. H2) NA. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Mónica Ferreira, Íris Oliveira, Isabel Vieira, Rita Ferreira, Ana Martins, Isabel Pontes, Elisabete Feiteira	X		A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: - Hidróxido de amónia (B5): Lote 17C074008; - Etanol absoluto (D9): Lote 18A314026; - Éter dietílico (D8): Lote H0970; - Éter de Petróleo 40-60°C (D2): Lote 17L114022. <u>Solução de Etanol 96%:</u> A2) NA - Solução preparada e utilizada no mesmo dia. A2.1) 2018-03-12 A2.2) 2018-03-18 A2.3) Íris Oliveira. A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. B) Foram verificados todos os certificados de lote.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ		X(A)	A) Não foi evidenciado o relatório relativo à validação do método (VM). B) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Mónica Ferreira; DQ	X		A) 2018/9870 B) Impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos - 2018-02-12. C) Boletim analítico n.º 13163/EGI/18.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Mónica Ferreira	X	X (B)		A) NA. B) Não. Não é evidenciada a balança analítica utilizada. C) Sim, Milk Powder (PR056-NOV2017). D) Sim.	1125/Q/Abr2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Mónica Ferreira	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2018-02-16 (30,1828 %). B) RSD temporário = 1,60 %, superior ao definido no SOP008 (1 %) (apenas existe registo de não conformidade aquando do RSD final). C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Mónica Ferreira		X		A) Não, a analista realizou o ensaio em triplicado e transcreveu para o LIMS, de forma errada, a média manual dos 3 ensaios.	1126/Q/Abr2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Mónica Ferreira	X			A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100$ Em que: - Wf: Conteúdo em matéria-gorda. - m0: Massa, expressa em g, da amostra; - m1 : Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura e da matéria extraída em 9.4.15; - m2: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura preparado; - m3: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura usado no branco e qualquer matéria extraída em 9.4.15 - m4: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura usado no branco. A1) Sim Replicado 1 $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100 = [(31,1042 - 30,6179) - 0,0004] / 2,445 \times 100 = 19,873211 = 19,8732$ Replicado 2 $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100 = [(34,3172 - 33,8185) - 0,0004] / 2,492 \times 100 = 19,995987 = 19,9960$ Replicado 3 $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100 = [(42,5562 - 41,6109) - 0,0004] / 4,748 \times 100 = 19,901011 = 19,9010$ B) Sim, o resultado é expresso em g/100g com arredondamento às centésimas.	

Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X			A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os 3 últimos certificados de formação: 2017-10-26; 2017-09-13; 2017-09-08. A7) Sim, verificado no impresso IQ.59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) Sim, verificado no IQ.255.2 - Matriz de Qualificação Inicial de Competências. Competência atribuída a 2016-05-31.	
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	DQ	X			A) Foi verificada a participação no ECI LGC em 2017-01 (amostra n.º 2017/005671), com um resultado aceitável, e no ECI LGC em 2017-05 (amostra n.º 2017/031859), com um resultado aceitável. B) NA.	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

Anexo 7: Método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio

Tabela 18: Relatório de auditoria ao método PAFQ.372.2:2018 Laticínios. Determinação do teor de cálcio.

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: PAFQ.372.2 Determinação do Teor de Cálcio.	
					Data da auditoria: 05 e 06 de Junho de 2018	
					Auditor(a): Mariana Silva	
					Data da elaboração do relatório: 06 de Junho de 2018	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	DQ	X			A) Sim. PAFQ.372.2 B) Sim. PAFQ.372.2 C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas - Parte 1.	

Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	-			X	-	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Célia Almeida	X			A) Sim. Cópia controlada em 2018-04-26 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2018-04-26 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Célia Almeida	X			A) 2018/45309	
Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	

Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Susana Jesus; DQ	X			A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Susana Jesus, no dia 2018-06-04. B) Sim. O banho 9E. C) Temperatura ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Célia Almeida	X			A) Sim. B) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X			A) Sim. IQ.201.0 Controlo dos ensaios em branco. Foi ainda utilizada a lista nº 2018/020226. B) Sim. Impresso IQ.201.0 validado a 2010-06-02.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	-			X	-	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Susana Jesus; Célia Almeida	X			A) Milk Powder. B) Preparação: 2018-06-04. Validade: 2018-06-11. Analista: Susana Jesus. C) Sim. D) Sim.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X			<u>A1) 2018-06-04</u> SPA - Equipamento n.º 11J <u>A2) 2018-06-05</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A3) 2018-06-06</u> Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?					<u>BANHO 9E</u> A) Banho 9E. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a 40,0°C no dia 2018-05-07, certificado de calibração n.º ES-8226TP-18, emitido por EIA em 2018-05-14, apta em 2018-06-04. Próxima calibração em 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	

G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Susana Jesus; Célia Almeida	X	<u>SONDA 86DT (associada ao banho 9E)</u> A) Sonda 86DT. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DT: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º4768/16 emitido em 2016-06-16. Apto em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06; sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (40±1)°C em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>SONDA 86CB (utilizada na titulação)</u> A) Sonda 86CB. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DT: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (50±2)°C em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	
---	--	----------	---	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	Célia Almeida; DQ	X		A) Balão volumétrico de 50 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. A) Micropipeta 82D de 500 µL - 5000 µL B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibração: calibração efetuada a no dia 2018-02-26, certificado de calibração n.º 18-02-26/02314, emitido por FRILABO em 2018-02-26, apta em 2018-03-01. Próxima calibração em 2018-06. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) NA. G) Verificado o IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas - os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. A) Micropipeta 82R (não calibrada). B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) NA. G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	
--	------------------------------	----------	--	--	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ: Ana Margarida Marques; Célia Almeida	X	<u>BALANÇA 2H</u> A) Balança 2H. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3869MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação do dia 5 de Junho de 2018 - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração n.º CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 76:</u> A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.
---	---	--------------------------------------	---

				<u>MASSA 75:</u> A) Massa 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719/MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10, F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção.	DQ: Célia Almeida; Erika Ramalho; Íris	X		<u>TERMOHIGRÓMETRO 11J (SPA):</u> A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.8: - 2018-06-04 (manhã): temperatura de 20,9°C e humidade de 58%. - 2018-06-04 (tarde): temperatura de 21,5°C e humidade de 56%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.	

1137/Q/Maio2018

I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	Oliveira; Diana Sousa	<u>TERMOHIGRÓMETRO 11W (Sala de pesagens):</u> A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2018-06-05 (manhã): temperatura de 21,8°C e humidade de 51%. - 2018-06-05 (tarde): temperatura de 20,9°C e humidade de 55%. - 2018-06-06 (manhã): temperatura de 20,9°C e humidade de 57%. - 2018-06-06 (tarde): temperatura de 21,2°C e humidade de 52%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. <u>TERMOHIGRÓMETRO 11AA (Laboratório FO):</u> A) Termohigrómetro 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2018-06-05 (manhã): temperatura de 17,9°C e humidade de 54%. - 2018-06-05 (tarde): temperatura de 21,0°C e humidade de 48%. - 2018-06-06 (manhã): temperatura de 20,4°C e humidade de 60%. - 2018-06-06 (tarde): temperatura de 20,8°C e humidade de 59%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.
--	----------------------------------	--

CONTA-MINUTOS 59AA:

- A) Conta minutos 59AA
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.
- F) NA.
- G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2017-06-22, certificado n.º CL-7341TM-17, emitido em 2017-06-22. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.
- G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
- G2) NA.
- H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados.
- H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0.
- H2) NA.
- I) NA.
- I1) NA.
- J) Sim.
- J1) Não.

HOTTE 44A:

- A) Hotte 44A.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.
- F) NA.
- G) NA.
- G1) NA.
- G2) NA.
- H) Verificado o IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - Os registos encontram-se atualizados. Foi evidenciado o registo da não conformidade 1137/Q/Maio2018, relativa aos resultados não conformes obtidos na verificação da hotte.
- H1) NA.
- H2) Sim. Impresso IQ.08.0 - Validado em 2017-06-21.
- I) NA.
- I1) NA.
- J) Sim.
- J1) Não.

CENTRÍFUGA 31B:

- A) Centrífuga 31B.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.08.0 Centrífuga.
- F) NA.
- G) Centrífuga 31B calibrada a 3500 RPM pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3887RT-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03.
- G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
- G2) NA.
- H) NA..
- H1) NA.
- H2) NA.
- I) NA.
- I1) NA.
- J) Sim.
- J1) Não.

				<u>AGITADOR MAGNÉTICO 17B:</u> A) Agitador magnético 17B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.01.1 Agitadores, placas e mantas. F) NA. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. H2) NA.1 I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Célia Almeida, Diana Sousa, Isabel Pontes, Isabel Novais	X		A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: - Ácido Tricloroacético (A8): Lote 18A164136; - Oxalato de Amónio (C88): Lote 15H040006; - Vermelho de Metilo (E3): Lote 10206231; - Ácido Acético Glacial (H3): Lote 17K024009; - Amoníaco 25% (B5): Lote 17F134025; - Ácido Sulfúrico 96% (H6): Lote H2910; - Permanganato de Potássio (C22): Lote 15C270024; - Oxalato de Sódio (C24): Lote 17D064101; - Etanol Absoluto (D9): Lote 18C014022. Solução I (ácido tricloroacético, 200 g/L): A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado. A2.1) 2018-06-05 A2.2) 2018-12-05 A2.3) Célia Almeida A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. Solução II (ácido tricloroacético, 120 g/L): A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado. A2.1) 2018-05-21 A2.2) 2018-11-21 A2.3) Célia Almeida A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA.	

Solução Saturada de Oxalato de Amónio, a frio:

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-05-15

A2.2) 2018-11-15

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução de Etanol 96% (v/v):

A2) NA - Solução preparada e utilizada no mesmo dia.

A2.1) Solução já não estava presente no laboratório, de modo a verificar.

A2.2) Solução já não estava presente no laboratório, de modo a verificar.

A2.3) Solução já não estava presente no laboratório, de modo a verificar.

A2.4) Solução já não estava presente no laboratório, de modo a verificar.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução de Vermelho de Metilo 0,05%, em Etanol 96 % (v/v):

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-06-05

A2.2) 2018-09-05

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução de Ácido Acético 20% (v/v):

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-06-05

A2.2) 2018-12-05

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução I de Amónia 25% (v/v):

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-06-05

A2.2) 2018-12-05

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução II de Amónia 2% (v/v):

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-05-14

A2.2) 2018-06-14

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução de Ácido Sulfúrico 96%:

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-04-10

A2.2) 2018-10-10

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Não.

A3.1) NA.

A3.2) NA.

A3.3) NA.

A3.4) NA.

A4) NA.

Solução de Permanganato de Potássio 0,1 N:

A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado.

A2.1) 2018-05-15

A2.2) 2018-06-15

A2.3) Célia Almeida

A2.4) Sim.

A3) Sim.

A3.1) Verificado o IQ.124.0G - Padronização do Permanganato de Potássio - Registo atualizado.

A3.2) 2018-06-06

A3.3) 2018-06-13

A3.4) Célia Almeida

A3.5) Sim.

A4) NA.

					Solução de Permanganato de Potássio 0,02 N: A2) NA - Solução preparada e utilizada no mesmo dia. A2.1) 2018-03-12 A2.2) 2018-03-12 A2.3) Célia Almeida A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. B) Foram verificados todos os certificados de lote.	
Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ	X			A) Procedimento VM.007.2, emitido em 2018/03/06. B) Sim.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Célia Almeida; DQ	X			A) 2018/039779 B) IQ.201.0 Controlo dos ensaios em branco e lista nº 2018/017893. C) Boletim analítico n.º 44563/EGI/18.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Célia Almeida	X			A) Não. B) Sim C) Sim, Milk Powder (PR1196-NOV2017). D) Sim.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Célia Almeida	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2018-05-21 (855.11 mg/100g). B) NA. C) NA.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Célia Almeida	X			A) Sim.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Célia Almeida	X			A) Sim. O cálculo é efetuado através das seguintes fórmulas: $\text{Cálcio (mg/100g)} = 0,4/0,02 \times (V1-V0)/M \times N \times F \times 1000$ Em que: - V1: Volume de solução de permanganato de potássio gasto na titulação da amostra (mL); - V0: Volume de solução de permanganato de potássio gasto na titulação do ensaio em branco (mL); - M: Massa da toma (g); - N: Título da solução de permanganato de potássio (normalidade); - F: Fator de correção para o volume de precipitado resultante da precipitação com o ácido tricloroacético, arredondado às milésimas: $F = 0,9895 - 0,0046 \times (MG)$ - MG: Teor de matéria gorda da amostra (g/100g) $\text{Cálcio (mg/100mL)} = \text{Cálcio (mg/100g)} \times \text{Massa volúmica}$ A1) Sim Replicado 1 $F = 0,9895 - 0,0046 \times 1,60 = 0,98214$ $\text{Cálcio (mg/100g)} = 0,4/0,02 \times (V1-V0)/M \times N \times F \times 1000 = 0,4/0,02 \times (5,84-0,12)/20,1391 \times 0,02138 \times 0,98214 \times 1000 = 119,2798$ $\text{Cálcio (mg/100mL)} = \text{Cálcio (mg/100g)} \times \text{Massa volúmica} = 119,2798 \times 1,032 = 123,0968$ Replicado 2 $F = 0,9895 - 0,0046 \times 1,60 = 0,98214$ $\text{Cálcio (mg/100g)} = 0,4/0,02 \times (V1-V0)/M \times N \times F \times 1000 = 0,4/0,02 \times (5,84-0,12)/20,1322 \times 0,02138 \times 0,98214 \times 1000 = 119,3207$ $\text{Cálcio (mg/100mL)} = \text{Cálcio (mg/100g)} \times \text{Massa volúmica} = 119,3207 \times 1,032 = 123,1390$ $\text{Média dos Replicados (mg/100g)} = (119,2798+119,3207)/2 = 119,30025 = 119$ $\text{Média dos Replicados (mg/100mL)} = (123,0968+123,1390)/2 = 123,1179 = 123$ B) Sim, o resultado é expresso em mg/100g e em mg/100ml, com arredondamento às unidades.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X			A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os 3 últimos certificados de formação: 2017/10/26, 2017/10/11, 2017/09/13. A7) Sim, verificado no impresso IQ.59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) NA. Qualificação inicial adquirida antes de Junho de 2012.	

Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	DQ	X			A) Foi verificada a participação no ECI Bipea dietéticos em 2017 (amostra n.º 2017/000862), com um resultado questionável, no ECI Bipea dietéticos em 2017 (amostra n.º 2017/043595), com um resultado aceitável e no ECI Siliker Infant Milk em 2017 (amostra n.º 2017/046492), com um resultado aceitável. B) Sim. NC 1175/Q/Fev2017 fechada como eficaz em 2017//10/25 por Liliana Silva.	
C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável						

Anexo 8: Método ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method

Tabela 19: Relatório de auditoria ao método ISO 13730:1996 Meat and meat products. Determination of total phosphorus content. Spectrometric method.

					Método: ISO 13730:1996 - Meat and meat products - Determination of total phosphorus content - Spectrometric method.	
					Data da auditoria: 12 e 13 de Junho de 2018	
					Auditor(a): Mariana Silva	
					Data da elaboração do relatório: 13 de Junho de 2018	
ITEM	Pessoa (s) auditada (s)	C	NC	NA	Comentários	Número NC
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	-			X	-	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	DQ	X			A) Sim. ISO 13730:1996. B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Carnes e derivados .	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais ?	DQ; Lara Pimentel	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-12-02 pela Liliana Silva. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-12-02 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	Lara Pimentel	X			A) 2018/46438	

Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	-			X	-	
Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	Susana Jesus; DQ	X			A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Susana Jesus, no dia 2018-06-05. B) Não. C) Refrigeração. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Não. Após a sua preparação, a amostra foi guardada no congelador.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?	Lara Pimentel	X			A) Sim. - O parágrafo 9.3.1 refere as seguintes soluções de calibração: 10 µg, 20 µg, 30 µg, 40 µg, 50 µg e 60 µg. Foi constatado que para além destas soluções a analista prepara também soluções com concentrações de 70 µg e 80 µg. Foi evidenciado o teste de homogeneidade de variâncias, IQ.82.2, realizado em 2016. B) NA	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	DQ	X	X(B)	A) Sim. IQ.76.1A Recta de Calibração - Geral FQ, IQ.85.1 Determinação dos Limiares Analíticos, IQ.77.2 Controlo dos Declives, IQ.309.0 Registo e Avaliação dos Ensaio em Branco - Métodos que Envolvem Curvas de Calibração, IQ.114.2 Validação do Padrão de Menor Concentração, IQ.83.2 Validação dos Limiares Analíticos e IQ.162.0E Soluções de Calibração - Fósforo - ISO 13730. Foi ainda utilizada a lista nº 2018/020727. B) IQ.76.1A validado a 2015-12-11. IQ.162.0E validado a 2011-04-27. IQ.85.1 validado a 2009-08-11 IQ.77.2 validado a 2009-08-04. IQ.114.2 validado a 2009-07-29. IQ.83.2 validado a 2009-08-04 Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.309.0.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Métodos que envolvem curvas de calibração: A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade? - O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois novos (9) seguidos de um cinco (5). - A sua representação gráfica é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?	Lara Pimentel	X		A) Sim. R = 0,99940, representação gráfica reta e declive dentro dos limites de controlo definidos (m=0,01814). B) Sim. 1) Ensaio em branco - resultado aceitável (0,01451 < 0,0616) 2) Padrão de verificação de menor concentração - resultado aceitável (erro relativo 4,917% < 5%) 3) Padrão de verificação de maior concentração - resultado aceitável (erro relativo 1,445% < 5%) 4) Amostras - a amostra auditada teve uma concentração acima da zona linear. A analista irá na próxima série de trabalho diluir e colorir novamente a amostra. 5) Padrão de verificação - resultado aceitável (erro relativo 1,0032% < 5%) 2) Padrão de verificação de menor concentração - resultado aceitável (erro relativo 4,476% < 5%) 3) Padrão de verificação de maior concentração - resultado aceitável (erro relativo 1,489% < 5%)	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado? B) Data de preparação e analista? C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry? D) Os registos estão atualizados?	Erika Ramalho; Lara Pimentel	X		A) Canned Meat. B) Preparação: 2018-06-11. Validade: 2018-06-18. Analista: Erika Ramalho. C) Sim (data de validade definida de acordo com o que está definido para o DPCS Turkey Spam). D) Sim.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	DQ	X		<u>A1) 2018-06-05</u> SPA - Equipamento n.º 11J <u>A2) 2018-06-12</u> Sala de balanças de FQ - Equipamento n.º 11W Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA <u>A3) 2018-06-13</u> Laboratório de FQ - Equipamento n.º 11AA	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Susana Jesus; Elisabete Feiteira; Lara Pimentel	X		<u>CÂMARA FRIGORÍFICA 20B(3)</u> A) Câmara frigorífica 20B(1). B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Manutenção efetuada por Frilider, efetuada em 2017-05-26. H1) NA. I) Sim. I1) Sim. O PEQ.14.1. Frigoríficos e congeladores refere o registo da manutenção semestral no IQ.17 Registo de Manutenção e Anomalias do Equipamento, no entanto esta prática não foi evidenciada - Não conformidade já detetada e registada - NC 1054/Q/Fev2018. <u>SONDA 191BK (associada à câmara frigorífica 20B(3))</u> A) Sonda 191BK. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BK: sonda 102F calibrada pelo EIA em 2018-03-14, certificado de calibração n.º CL-4707TP-18 emitido em 2018-03-14. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2018-03. Próxima verificação: 2019-03. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. <u>PLACA DE AQUECIMENTO 51M</u> A) Placa de aquecimento 51M. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PEQ.01.1 Agitadores, placas e mantas. F) NA. F1) NA. F2) NA. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	1054/Q/Fev2018
---	--	----------	--	---	-----------------------

MUFLA 34D

A) Mufla 34D

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.20.0 Muflas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Calibração: calibração efetuada a $(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ no dia 2018-03-05, certificado de calibração n.º ES-3890TP-18, emitido por EIA em 2018-03-12, Apta em 2018-03-27. Próxima calibração em 2019-03.

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.

G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados.

G1) NA

G2) NA

H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-05-11 - Os registos encontram-se atualizados.

H1) NA

I) Sim.

I1) Não.

SONDA 123B (associada à mufla 34D)

A) Sonda 123B.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo EIA em 2017-01-27, certificado de calibração n.º CL-559TP-17 emitido em 2017-01-30. Apto em 2017-02-10. Próxima calibração a 2018-01.

F1) NA.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.

G) Equipamento verificado a $(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ em 2017-11. Próxima verificação: 2018-11.

G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

H) NA

H1) NA

I) Sim.

I1) Não.

BANHO 16F

A) Banho 16F.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) NA.

F1) NA.

F2) NA.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Os registos encontram-se atualizados.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

SONDA 86BK (associada ao banho 16F)

A) Sonda 86BK.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Não. A analista não utilizou esta sonda na verificação da temperatura do banho, tendo referido que tal não é uma prática necessária, visto que o objetivo deste aquecimento no banho é apenas deixar a amostra aquecer sob água a ferver.

E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.

F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BK: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09.

F1) NA.

F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.

G) Equipamento verificado a $(100 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2017-05. Próxima verificação: 2018-05.

G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

H) NA

H1) NA

I) Sim.

I1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	Lara Pimentel; DQ	X		A) Balão volumétrico de 100 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA. F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. A) Balão volumétrico de 1000 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA. F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não. A) Pipetador automático 64H. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) NA. F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.	
--	--------------------------	----------	--	--	--

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Ana Margarida Marques; Lara Pimentel	X	<u>BALANÇA 2G:</u> A) Balança 2G. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3870MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças -Diário_Avaliação do dia 12 de Junho de 2018 - Registos atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23. H) Equipamento limpo - ok. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 135:</u> A) Massa 135. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado de calibração nº CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração em 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não. <u>MASSA 183:</u> A) Massa 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-25, certificado de calibração nº CL-12716MS-17 emitido em 2017-10-25. Apto em 2017-10-27. Próxima calibração em 2018-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.	
---	---	--------------------------------------	--	--

MASSA 76:

A) Massa 76.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12717MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10.

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

MASSA 75:

A) Massa 75.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem

F) Calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração nº CL-12719MS-17 emitido em 2017-10-23. Apto em 2017-10-25. Próxima calibração em 2018-10.

F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.

G) NA.

G1) NA.

G2) NA.

H) NA.

H1) NA.

I) Sim.

I1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?	DQ; Lara Pimentel; Erika Ramalho; Íris Oliveira; Diana Sousa; Ana Martins	X	TERMOHIGRÓMETRO 11J (SPA): A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.8: - 2018-06-05 (manhã): temperatura de 21,3 °C e humidade de 56 %. - 2018-06-05 (tarde): temperatura de 21,1 °C e humidade de 63%. Os valores registados estão de acordo com o definido no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não. TERMOHIGRÓMETRO 11W (Sala de pesagens): A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2018-06-12 (manhã): temperatura de 20 °C e humidade de 51 %. Os valores registados estão de acordo com o definido no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.	
--	--	----------	---	--

TERMOMIGRÓMETRO 11AA (Laboratório FQ):

A) Termohigrómetro 11AA.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade

F) Foi verificado no impresso IQ.100.7:

- 2018-06-05 (manhã): temperatura de 20,3 °C e humidade de 64 %.

- 2018-06-05 (tarde): temperatura de 21,9 °C e humidade de 54 %.

- 2018-06-06 (manhã): temperatura de 19,7 °C e humidade de 54 %.

- 2018-06-06 (tarde): temperatura de 22,2 °C e humidade de 55 %.

Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15, à exceção da temperatura registada a 2018-06-06, da parte da tarde, que se deteta ser superior ao limite definido no PEQ.15 (22 °C). Contudo, considera-se que esta diferença não é significativa.

G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º 7342/17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06.

G1) NA.

G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.

H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12.

H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.

H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

CONTA-MINUTOS 59AL:

A) Conta minutos 59AL.

B) Sim.

C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.

D) Sim.

E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.

F) NA.

G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2017-06-22, certificado n.º CL-7341TM-17, emitido em 2017-06-22. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.

G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.

G2) NA.

H) Verificado o IQ.54.1B - Os registos encontram-se atualizados.

H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0.

H2) NA.

I) NA.

I1) NA.

J) Sim.

J1) Não.

HOTTE 44G:

- A) Hotte 44G.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.
- F) NA.
- G) NA.
- G1) NA.
- G2) NA.
- H) Verificado o IQ.08.0 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - Os registos encontram-se atualizados.
- H1) NA.
- H2) Sim. Impresso IQ.08.0 - Validado em 2017-06-21.
- I) NA.
- I1) NA.
- J) Sim.
- J1) Não.

ESPECTROFOTÓMETRO 78C:

- A) Espectrofotómetro 78C.
- B) Sim.
- C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.
- D) Sim.
- E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.50.1 Espectrofotómetro de UV-Vis.
- F) NA.
- G) Espectrofotómetro 78C calibrado pelo EIA em 2017-09-21, certificado n.º 17.09.0906 emitido em 2017-09-21. Apto em 2017-10-03. Próxima calibração a 2018-09.
- G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.
- G2) NA.
- H) Verificação do filtro de holmium oxide - Verificado o IQ 165.4 - Registos atualizados.
- Verificação com as soluções de 50 e 100 mg/L - Registos atualizados.
- H1) NA.
- H2) NA.
- I) NA.
- I1) NA.
- J) Sim.
- J1) Não.

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes (IQ.197). A2) Soluções (IQ.210). A2.1) Data de preparação da solução. A2.2) Data de validade da solução. A2.3) Analista responsável pela preparação. A2.4) A etiqueta está atualizada? A3) A solução é padronizada? A3.1) Os registos estão atualizados? A3.1) Data de padronização. A3.2) Data de validade da padronização. A3.3) Analista responsável pela padronização. A3.4) A etiqueta está atualizada? A4) Consumíveis (IQ.198). B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?	Lara Pimentel, Célia Almeida, Isabel Pontes	X		A1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: - Ácido Nítrico 68% (H8): Lote 17J064009; - Monovanadato de Amónia (C15): Lote 15J230022; - Molibdato de Amónia 4H (C77): Lote BCBS7923V; - Dihidrogenofosfato de Potássio (C98): Lote AMO973373 637. <u>Solução de Monovanadato de Amónia (2,5 g/L):</u> A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado. A2.1) 2018-06-04 A2.2) 2018-07-04 A2.3) Lara Pimentel A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. <u>Solução de Heptamolibdato de Amónia (50 g/L):</u> A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado. A2.1) 2018-06-04 A2.2) 2018-07-04 A2.3) Lara Pimentel A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. <u>Solução de Ácido Nítrico (1+2)(V/V):</u> A2) Verificado o IQ.210.2 - Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - Registo atualizado. A2.1) 2018-06-04 A2.2) 2018-09-18 A2.3) Lara Pimentel A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. B) Foram verificados todos os certificados de lote.
--	--	----------	--	--

Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)? B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?	DQ	X			A) Não - não conformidade já detetada e registada - NC 1199/Q/JUNHO2018 B) NA.	1199/Q/JUNHO2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	Lara Pimentel; DQ	X			A) 2018/040859 B) IQ.76.1A Recta de Calibração - Geral FQ, IQ.85.1 Determinação dos Limiares Analíticos, IQ.77.2 Controlo dos Declives, IQ.309.0 Registo e Avaliação dos Ensaio em Branco - Métodos que Envolvem Curvas de Calibração, IQ.114.2 Validação do Padrão de Menor Concentração, IQ.83.2 Validação dos Limiares Analíticos e IQ.162.0E Soluções de Calibração - Fósforo - ISO 13730 e lista nº 2018/018459. C) Boletim analítico n.º 49472/EGI/18.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	Lara Pimentel	X	X (A)		A) Sim. Foram evidenciadas duas emendas, uma delas apenas se encontra assinada e não datada e a outra não tem data nem assinatura. B) Sim C) Sim, Canned Meat (PR709-NOV17). D) Sim.	1125/Q/Abr2018
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta? B) O desvio padrão relativo (rsd) está de acordo com o definido no SOP.08? No caso de ser superior ao definido, a não conformidade está registada e tratada? C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	Lara Pimentel	X			A) Sim, verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA. Resultado introduzido em 2018-06-04 (234,77 mg/100g). B) RSD = 1,54 %, inferior ao definido no SOP008 (3 %). C) NA.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	Lara Pimentel	X			A) Sim.	

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma? A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto? B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	Célia Almeida	X		A) Sim. O cálculo é efetuado através das seguintes fórmulas: Conteúdo em Fósforo Total (g/100g) = $c/20m$ Em que: - c: Concentração de pentóxido de fósforo na solução da amostra (µg/ml); - m: Massa da amostra (g). A1) Sim Replicado 1 Conteúdo em Fósforo Total (g/100g) = $65,69570 / (20 \times 5,0044) \approx 0,656379$ Replicado 2 Conteúdo em Fósforo Total (g/100g) = $67,09680 / (20 \times 5,1490) \approx 0,651552$ Média dos Replicados (g/100g) = $(0,656379 + 0,651552) / 2 \approx 0,6539655 \approx 0,654$ B) Sim, o resultado é expresso em g/100g, com três casas decimais.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	DQ	X		A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. A6) Sim, verificados os 3 últimos certificados de formação: 2017/10/26; 2017/10/11; 2017/09/08. A7) Sim, verificado no impresso IQ.59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) Sim, verificado no IQ.255.2 - Matriz de Qualificação Inicial de Competências. Competência atribuída a 2013-08-08.	
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas? C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável	DQ	X		A) Foi verificada a participação no ECI DRRR em Fevereiro de 2017 (amostra n.º 2017/014106), com um resultado aceitável, e no ECI LGC em Julho de 2017 (amostra n.º 2017/043595), com um resultado aceitável. B) NA.	