

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ENSAIO

Morgana Pizzolato

Universidade Federal do Rio Grande do Sul; Praça Argentina, 9 – 2º andar, sala LOPP – Centro – Porto Alegre/RS – Cep: 90040-020. morgana@producao.ufrgs.br

Daniel Homrich da Jornada

Rede Metrológica RS; Av. Assis Brasil, 8787 – Porto Alegre – RS – CEP 91140-001. dhj@terra.com.br

Carla ten Caten

Universidade Federal do Rio Grande do Sul; Praça Argentina, 9 – 2º andar, sala LOPP – Centro – Porto Alegre/RS – Cep: 90040-020. tencaten@producao.ufrgs.br

Antonio Filipe Muller

Rio Grande Energia S.A. Rua São Luiz, 77 – Bairro São Manoel – Porto Alegre/RS. fmuller@rge-rs.com.br

***Resumo:** Este artigo apresenta uma proposta de metodologia para desenvolvimento e validação de métodos de ensaio em laboratórios. Esta metodologia proposta atende aos requisitos da norma NBR ISO/IEC 17025:2001 para o item 5.4 – Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos, e é composta por onze etapas.*

***Palavras chave:** Metrologia, NBR ISO/IEC 17025:2001, Sistema de Medição, Validação de Método de Ensaio.*

1. INTRODUÇÃO

A NBR ISO/IEC 17025:2001 especifica os requisitos gerais para a competência de laboratórios em realizar ensaios e/ou calibrações. Ela cobre ensaios e calibrações realizados utilizando-se métodos normalizados, métodos não normalizados e métodos desenvolvidos pelo laboratório.

A norma NBR ISO/IEC 17025:2001 descreve os requisitos para os laboratórios de calibração e de ensaio atenderem se desejarem demonstrar que são tecnicamente competentes. As atuais exigências dessa norma fazem com que esses laboratórios implementem procedimentos para validação de métodos não normalizados, métodos desenvolvidos pelo laboratório ou alterações em métodos normalizados, quando aplicável.

A validação de métodos de ensaios é de fundamental importância para comprovar que o método não normalizado desenvolvido é capaz de obter resultados tecnicamente válidos e intercomparáveis.

O objetivo deste artigo não é esgotar a discussão sobre o assunto, uma vez que se trata de um tema ainda em desenvolvimento e muitas possibilidades podem ser aceitas, desde que atendam aos requisitos da norma NBR ISO/IEC 17025:2001. A intenção deste trabalho consiste em trazer a tona a importância de uma maior discussão sobre o tema e a apresentação de uma proposta de implementação do processo de validação de métodos, que foi elaborada durante a fase de adequação do laboratório de ensaios RGELab da RGE (Rio Grande Energia S.A.) aos requisitos da norma NBR ISO/IEC 17025:2001.

Este artigo traz, na sessão dois, uma revisão sobre o tema validação de métodos de ensaio, na sessão três, uma breve apresentação do RGE Lab e, na sessão quatro a metodologia proposta para desenvolvimento e validação de métodos de ensaio. A sessão cinco apresenta as conclusões finais a respeito deste trabalho.

2. DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ENSAIO

De acordo com a ABNT⁽¹⁾, validação é a comprovação, através do fornecimento de evidência objetiva, de que os requisitos para uma aplicação ou uso específicos pretendidos foram atendidos. Leite⁽²⁾ afirma que não ter a validação de um método de calibração ou ensaio, é ter apenas um número, não um resultado de fato, pois não há garantias de que o método de medição é adequado.

Segundo Inmetro⁽³⁾, com o objetivo de confirmar que os métodos são apropriados para o uso pretendido, o laboratório deve validar: métodos não normalizados; métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório; métodos normalizados usados fora dos escopos para os quais foram concebidos; ampliações e modificações de métodos normalizados.

De acordo com Inmetro⁽⁴⁾, método normalizado é aquele desenvolvido por um organismo de normalização ou outras organizações, cujos métodos são aceitos pelo setor técnico em questão; e método não normalizado é aquele desenvolvido pelo próprio laboratório ou outras partes, ou adaptado a partir de métodos normalizados e validados.

A norma NBR ISO/IEC 17025:2001 não especifica a maneira pela qual este procedimento deve ser implementado, mas determina que controles sejam estabelecidos. Assim sendo, cada laboratório deve adotar o procedimento mais adequado ao seu caso específico, observando, as exigências da norma no que se refere especificamente ao item 5.4 – Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos.

No subitem 5.4.3, a NBR ISO/IEC 17025:2001 estabelece que a introdução de métodos de ensaio e calibração desenvolvidos pelo laboratório para uso próprio deve ser uma atividade planejada e deve ser designada a pessoal qualificado e equipado com recursos adequados. Adicionalmente a norma determina que os planos devem ser atualizados à medida que prossegue o desenvolvimento do método e deve ser assegurada a comunicação efetiva entre todo o pessoal envolvido. Neste sentido, um procedimento documentado para definir a sistemática de desenvolvimento e validação de métodos pelo laboratório faz-se necessário.

De acordo com ABNT⁽⁵⁾, recomenda-se que os métodos desenvolvidos internamente sejam descritos em procedimentos documentados, que contenham pelo menos:

- a) identificação adequada do procedimento;
- b) escopo;
- c) descrição do tipo de item a ser ensaiado ou calibrado;
- d) parâmetros ou grandezas e faixas a serem determinadas;
- e) referência a aparatos e equipamentos, incluindo os requisitos de desempenho técnico;
- f) referência a uso de padrões de referência e materiais de referência;
- g) determinação das condições ambientais requeridas e período de estabilização necessário;
- h) descrição de todas as etapas do ensaio/calibração.
- i) critério e/ou requisitos para aprovação/rejeição, quando aplicável;
- j) menção aos dados a serem registrados e ao método de análise e apresentação dos resultados;
- k) referência ao procedimento para determinação da incerteza de medição.

Posteriormente, a NBR ISO/IEC 17025:2001 determina em seu item 5.4.5.2 que o laboratório deve registrar os resultados obtidos dessa validação, o procedimento utilizado para tanto e uma declaração de que o método é ou não adequado para o uso pretendido. De acordo com a NBR ISO/IEC 17025:2001, convém que a técnica utilizada para a determinação do desempenho do método seja uma das seguintes ou combinação das mesmas: calibração com o uso de padrões de referência ou materiais de referência; comparações com resultados obtidos por outros métodos; comparações interlaboratoriais; avaliação sistemática dos fatores que influenciam o resultado;

avaliação da incerteza dos resultados com base no conhecimento científico dos princípios teóricos do método e na experiência prática.

Finalizando o item sobre validação de métodos, a NBR ISO/IEC 17025:2001 salienta que a atividade de validação é sempre um equilíbrio entre custos, riscos e possibilidades técnicas. Existem muitos casos em que a faixa e a incerteza dos valores só podem ser fornecidas de forma simplificada devido à falta de informações.

No sentido de fornecer orientações sobre como estruturar uma sistemática de validação de métodos de ensaios, alguns documentos foram emitidos por órgãos de metrologia. Inmetro⁽³⁾ apresenta uma metodologia para validação de métodos de ensaio aplicável a laboratórios da área de ensaios químicos. Esse documento tem como objetivo auxiliar laboratórios na tarefa de demonstrar que um método de ensaio químico, nas condições em que é praticado, tem as características necessárias para a obtenção de resultados com a qualidade exigida.

Segundo Inmetro⁽³⁾, as características de desempenho do método de ensaio químico devem estar claramente declaradas no procedimento documentado e incluir: especificidade e seletividade; faixa de trabalho e faixa linear de trabalho; linearidade; sensibilidade; limite de detecção; limite de quantificação; exatidão e tendência (*bias*); precisão; robustez; incerteza de medição.

Na literatura são encontrados alguns trabalhos que tratam do item de desenvolvimento e validação de métodos de ensaio. Girão⁽⁶⁾ coloca em seu trabalho que um dos itens que gera não conformidade nas auditorias para acreditação na NBR ISO/IEC 17025:2001 é relacionada aos métodos e procedimentos de ensaio. Essas não conformidades estão relacionadas ao fato de que os laboratórios não têm experiência na realização de ensaios segundo determinadas normas; não tem capacidade de realização de ensaios; falta controle de elementos importantes na realização dos ensaios; interpretação errônea de requisitos de normas; utilização de critérios incorretos na realização do cálculo da incerteza de medição.

No trabalho de Junqueira et al.⁽⁷⁾ foi desenvolvido um estudo para validação de um método de ensaio para determinação de aflatoxina M₁ em leite. Para a validação, foram realizados ensaios de recuperação com soluções padrões e amostras artificialmente contaminadas, tendo sido avaliados os parâmetros de linearidade, especificidade, exatidão, precisão e limites de detecção e de quantificação. Estes parâmetros são similares àqueles recomendados por Inmetro⁽³⁾. Não foi descrito, contudo, se foi incluído na validação um estudo a respeito dos efeitos das variações de resultados em função de cada técnico que executa o ensaio.

O trabalho de Batista e Garcia⁽⁸⁾ utiliza, para o desenvolvimento e validação de métodos de ensaio o Guia ILAC-G19:2002. Segundo os autores este guia apresenta quatro subitens complementares relacionados ao desenvolvimento e validação e ensaio. Esses subitens têm o objetivo de demonstrar que todos os métodos utilizados pelo laboratório sejam totalmente documentados e que todos os procedimentos técnicos sejam validados antes de serem utilizados. Essa sistemática, apresentada pelos autores, é aplicada em laboratórios de ensaios de equipamentos eletromédicos para a atuação em ciência forense.

3. O LABORATÓRIO DE ENSAIOS DA RGELAB

O RGELab é parte integrante da Rio Grande Energia S.A. A Rio Grande Energia S.A, é uma concessionária do serviço público de energia elétrica, foi constituída em 28 de julho de 1997, sob a denominação de Companhia Norte-Nordeste de Distribuição de Energia Elétrica - CNNDEE, alterada para Rio Grande Energia, em 09 de dezembro de 1997. A Rio Grande Energia S.A. está situada em Porto Alegre, RS.

O RGELab realiza ensaios em produtos da rede de distribuição de energia elétrica e em equipamentos de segurança utilizados para atividades nas redes de distribuição. Dentre os ensaios realizados pelo RGELab pode-se citar tração e compressão em cabos e ferragens, alta tensão para verificação de luvas e varas de manobra, névoa salina em ferragens, dimensionais em produtos em geral, torque, análise de óleos, dentre outros.

4. METODOLOGIA PROPOSTA

O desenvolvimento de métodos de ensaio é uma atividade planejada e conduzida por colaboradores do RGE Lab.

A validação é a confirmação de que os requisitos específicos para um determinado método de ensaio são atendidos. O RGE Lab aplica uma sistemática de desenvolvimento e validação de métodos de ensaio para métodos não normalizados ou normalizados usados fora dos escopos para os quais foram concebidos, com ampliações e ou modificações não incluídas inicialmente.

O procedimento para desenvolvimento e validação de métodos de ensaios utilizado pelo RGE Lab está descrito abaixo e consiste nas etapas apresentadas na figura 1.

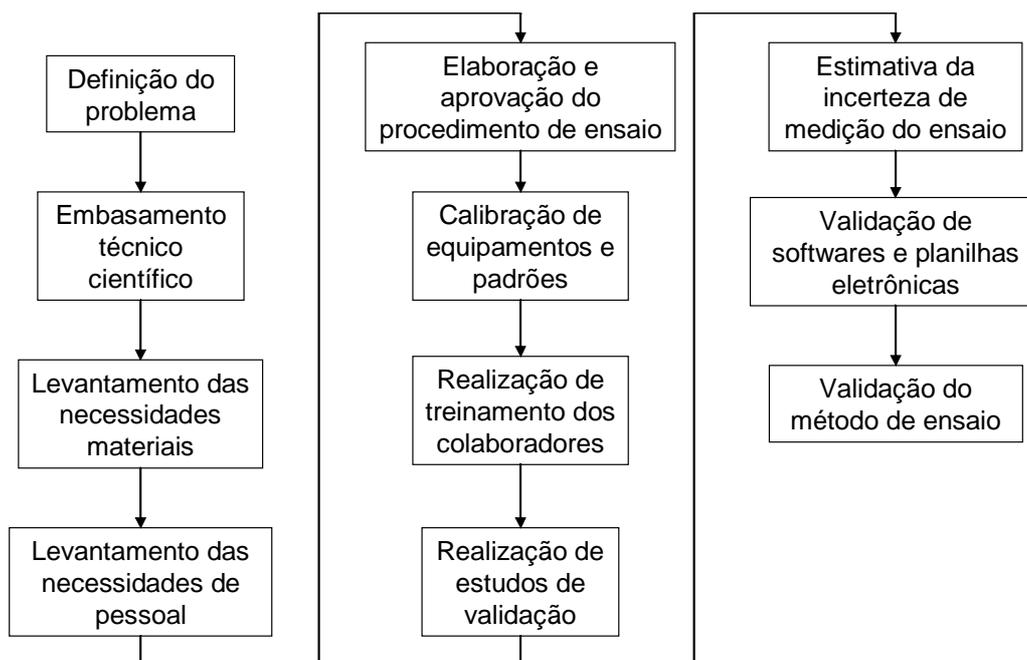


Figura 1. Etapas para desenvolvimento e validação de métodos de ensaio

Todo o processo de desenvolvimento e validação de métodos de ensaio é executado e registrado em um formulário designado “Plano de Desenvolvimento e Validação de Métodos de Ensaio”. Na seqüência são descritas as etapas do desenvolvimento e validação de métodos de ensaio implantada no laboratório RGE Lab.

Etapa 1 - Definição do problema: nesta etapa, são definidos o objetivo do ensaio, o uso e as aplicações pretendidas.

Etapa 2 - Embasamento técnico-científico: nessa etapa se consulta bibliografia pertinente, tais como normas nacionais, normas internacionais, documentos técnicos, artigos científico, etc. Essa consulta auxilia na definição das bases do desenvolvimento do método e dos requisitos e sistemática para validação. Além da bibliografia pertinente pode-se se consultar fornecedores, universidades e empresas que adotam o ensaio a ser implantado ou similar em sua rotina de teste.

Etapa 3 - Levantamento das necessidades materiais: especificar os equipamentos necessários, realizar levantamento de necessidades de modificações no layout do laboratório. Para a modificação do layout, o departamento de engenharia pode ser consultado. Realizar levantamento do sistema de segurança necessário para o ensaio de forma a garantir a integridade física dos colaboradores e equipamentos utilizados. Para o sistema de segurança o departamento de Engenharia de Segurança deverá ser consultado. Quando o laboratório não possuir todas as necessidades materiais determinadas, criar especificações e solicitações de necessidade (Requisição) com base nos estudos realizados.

Etapa 4 - Levantamento das necessidades de pessoal: nessa etapa é verificada a competência dos colaboradores para a execução do ensaio em questão, a definição da necessidade de contratação ou treinamento de colaboradores.

Etapa 5 - Elaboração e aprovação do procedimento de ensaio: iniciar a elaboração do procedimento de ensaio, quando necessário, através de ensaio piloto, repetindo quantas vezes forem necessárias para a concretização dos resultados encontrados e para certificar-se que o procedimento de ensaio condiz com o procedimento de uso do equipamento. Ao realizar ensaios piloto deve ter o acompanhamento do técnico de segurança, ou seguir suas recomendações. Além dos eventuais ensaios piloto, utiliza-se o embasamento técnico-científico citado no item b. O procedimento de ensaio deve incluir, quando aplicável: normas consultadas; procedimentos de segurança, equipamentos utilizados, manuseio do material e dos equipamentos, resultados esperados e a forma de coleta e registro dos dados. Após a elaboração do procedimento, deve-se solicitar à Divisão de Segurança uma avaliação de riscos sobre as atividades a serem realizadas pelo colaborador durante o ensaio. A análise de riscos deverá ser feita juntamente com os colaboradores que executarão o ensaio.

Etapa 6 - Realização de treinamento dos colaboradores: realizar treinamento formal do procedimento de ensaio com os colaboradores envolvidos e realizar o registro do treinamento conforme o procedimento interno para a sistemática de treinamento e desenvolvimento de colaboradores.

Etapa 7 - Calibração de equipamentos e padrões: verificar as necessidades com relação a calibração e ajuste dos equipamentos para a realização do ensaio de acordo com procedimento interno para controle de Equipamentos de Medição, Inspeção e Ensaios.

Etapa 8 - Realização de estudos de validação dos métodos de ensaio: os estudos de validação do método de ensaio em questão são conduzidos de acordo com o planejamento definido no passo 2. As formas de validação são diversas, dependendo do tipo, complexidade e grau de exatidão do ensaio e podem incluir: análise de sistemas de medição; calibração dos padrões de referência ou materiais de referência; comparações diretas com resultados obtidos por métodos normalizados; e comparações interlaboratoriais. Os resultados dos estudos de validação de métodos de ensaios são anexados ao Plano de Desenvolvimento e Validação de Métodos de Ensaios.

a) Análise dos Sistemas de Medição (SM): a validação de métodos de ensaios através da análise dos sistemas de medição de variáveis baseia-se nas propriedades estatísticas dos dados que o equipamento produz. Esses estudos avaliam o grau de dispersão dos dados coletados. Os sistemas de medição podem ser analisados em estudos de: estabilidade, tendência e linearidade; repetitividade e a reprodutibilidade (r&R).

Dessa forma a análise de sistemas de medição é útil para investigar onde estão as causas da variabilidade do SM, e tomar medidas para sua correção. Entender a magnitude do erro e verificar se ele está dentro dos limites aceitáveis. A tendência, a estabilidade e a linearidade estudam a localização dos dados obtidos por um SM, ou seja, quanto a localização variou num SM. A repetitividade, a reprodutibilidade e o r&R estudam a variabilidade dos dados obtidos por um SM.

Os estudos apresentados aqui, para a realização da análise de sistemas de medição utilizaram como base o descrito em Ribeiro e Caten⁽⁹⁾ e MSA⁽¹⁰⁾.

Estudos de Estabilidade: estabilidade é o desempenho ao longo do tempo, é a variação total das medidas obtidas com um determinado SM. É a mudança na tendência ao longo do tempo.

A estabilidade de um sistema de medição se refere a consistência das informações que o sistema fornece ao longo do tempo. Foram definidos os seguintes requisitos para avaliação da estabilidade:

- 1) utilizar uma amostra padrão (sempre as mesmas peças);
- 2) na primeira semana de cada mês, efetuar cinco medições sobre cada peça da amostra padrão;
- 3) marcar os resultados em cartas de controle \bar{X}_{bar} e S;
- 4) analisar evidências de falta de estabilidade dos dados.

Se a estabilidade for ruim, aparecerão pontos fora dos limites de controle. As possíveis causas da estabilidade ruim são: existem fatores que atuam ao longo do dia (temperatura) ou ao longo da semana (umidade), que influenciam significativamente o instrumento de medição; o instrumento de

medição perde a calibração com facilidade; o instrumento de medição se afrouxa; os operadores não estão suficientemente treinados no uso do instrumento; os operadores estão expostos a fadiga que prejudica a leitura.

Este estudo não é realizado para a validação do método de ensaio. Seu objetivo é acompanhar a estabilidade do método de ensaio ao longo do tempo. Através desse acompanhamento pode-se verificar a necessidade de modificar o método de ensaio, realizar calibrações mais frequentes nos instrumentos utilizados no ensaio, treinar os técnicos, etc.

Estudos de Tendência: tendência é a diferença entre a média observada e o valor de referência, sob as mesmas características e no mesmo ponto. A média observada é a média de um conjunto de leituras e o valor de referência é o valor suposto correto, obtido em laboratório qualificado, ou obtida através de medições de peças realizadas no próprio laboratório. Pode ser expressa em termos percentuais, pois se utiliza como base de comparação a variação total do processo ou a tolerância. Foram definidos os seguintes requisitos para avaliação da tendência:

1) escolher uma peça e estabelecer o valor de referência através de um laboratório de metrologia reconhecido na área;

2) o técnico deve medir a peça de referência 10 vezes, da maneira usual;

3) calcular a média das leituras feitas sobre a peça;

4) calcular a tendência.

A tendência é considerada adequada quando esta foi igual ou inferior a 20%, conforme recomenda MSA⁽¹⁰⁾

Caso o sistema de medição apresentar problemas de tendência, as causas podem ser as seguintes: Dispositivo de medição mal calibrado; Dispositivo de medição desgastado, exigindo manutenção; Falta de treinamento ou conhecimento no uso do dispositivo de medição; Valor de referência mal definido.

Estudos de linearidade: Linearidade é o desempenho do equipamento de medição ao longo de toda sua faixa de uso. É a diferença da tendência numa determinada faixa do SM. Para o estudo de linearidade utilizar várias peças cujos valores de referência contemplem a faixa de uso do equipamento. As medições são efetuadas e a tendência registrada é observada. Através de um estudo de regressão verifica-se se a tendência é função do valor de referência.

O estudo da linearidade do dispositivo de medição revela se a tendência observada nos valores medidos é ou não função da magnitude do valor medido. Para fazer um estudo de linearidade:

1) Definir, no mínimo, três peças cujos valores de referência sejam marcadamente diferentes.

Por exemplo, o diâmetro nominal das seis peças poderia ser 1 cm, 2 cm, ..., 6 cm.

2) Realizar, no mínimo três medições em cada uma das peças selecionadas;

3) Com os dados obtidos das medições, ajustar um modelo de regressão linear à Equação (1).

$$Y = b + a X \quad \text{Equação (1)}$$

Onde: Y = tendência; X = Valor de referência e a = inclinação

4) Com os dados obtidos da equação de regressão calcular o valor da linearidade utilizando as equações (2), (3) e (4):

$$\text{Linearidade} = |a| \times \text{faixa de operação do dispositivo} \quad \text{Equação (2)}$$

$$\text{Linearidade \%} = \frac{100 \times \text{linearidade}}{\text{variação do processo}} \quad \text{Equação (3)}$$

$$\text{Linearidade \%} = \frac{100 \times \text{linearidade}}{\text{tolerancia}} \quad \text{Equação (4)}$$

5) Calcular o desvio padrão da inclinação e o desvio padrão da estimativa e o desvio padrão da inclinação para verificar a significância da linearidade, utilizando as equações (5) e (6):

$$\text{Desvio padrão da estimativa: DPE} = \sqrt{\frac{\text{SQR}}{(n-2)}} \quad \text{Equação (5)}$$

$$\text{Desvio padrão inclinação: DPI} = \frac{\text{DPE}}{\sqrt{\sum x^2 - \left(\frac{\sum x}{n}\right)^2}} \quad \text{Equação (6)}$$

Teste de significância do modelo: $t = |a| / \text{DPI}$

Se $|t| < 1,5$ não há evidência de falta de linearidade do dispositivo

Se $1,5 < |t| < 2,5$ há alguma evidência de falta de linearidade do dispositivo

Se $|t| > 2,5$ há forte evidência de falta de linearidade do dispositivo

A linearidade será considerada adequada de acordo com o resultado do teste t, conforme critérios descritos acima.

Estudos de Repetitividade e Reprodutibilidade (r&R): Repetitividade das medições é o grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando efetuadas sob as mesmas condições de medição. Estas condições são denominadas condições de repetitividade e incluem: mesmo procedimento de medição; mesmo observador; mesmo instrumento de medição, utilizado nas mesmas condições; mesmo local; mesmas condições e utilização; repetição em curto período de tempo.

Fatores que podem fazer com que um equipamento de medição não apresente um repetitividade apropriada: falta de limpeza ou manutenção; condições ambientais; desgastes de componentes; emprego de procedimentos de medição inadequados; projeto inadequado do equipamento.

Reprodutibilidade das medições é o grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições variadas de medição. Para que uma expressão da reprodutibilidade seja válida é necessário especificar as condições que foram alteradas como: princípio de medição; método de medição; observador; instrumento de medição; local; condições de utilização; tempo.

Passos para condução de estudos de r&R

Passo 1: Obter uma noção geral do sistema de medição através do cálculo do r&R pelo método da amplitude. Este método é uma forma rápida de avaliação da medida da variabilidade do SM, não decompõe a variabilidade em repetitividade e reprodutibilidade.

- 1) Dois operadores realizam uma única medição em cada peça, numa amostra de 10 peças.
- 2) Realizar o cálculo do r&R.

De acordo com MSA⁽¹⁰⁾, quando o resultado do r&R% obtido através do método da amplitude for menor ou igual a 10%, a variabilidade é considerada adequada. Caso o resultado for entre 10% e 30% proceder com o passo 2 realizando o estudo de r&R através do método da média e da amplitude. Se o resultado for maior que 30% o método de ensaio e o sistema de medição devem ser revisados e ter suas fontes de variabilidade diminuídas.

Passo 2: Identificar Obter uma noção geral do sistema de medição através do cálculo do r&R pelo método da amplitude

Este método permite estimar ambas, a repetitividade e a reprodutibilidade de um SM.

- 1) Dois técnicos devem executar três medições sobre a mesma peça.
- 2) Realizar o cálculo da repetitividade.

Se a repetitividade for ruim, talvez seja necessário um treinamento geral dos técnicos, ou aquisição de equipamentos mais exatos.

Se a reprodutibilidade for ruim, talvez seja necessário padronizar os procedimentos de medição ou fornecer treinamento específico para alguns operadores.

Essa interpretação irá depender do que está sendo avaliado, como por exemplo, método de ensaio, treinamento dos operadores, instrumento de medição, etc (ver condições de repetitividade e de reprodutibilidade).

No caso de não aceitação dos resultados obtidos, deve-se verificar onde está a origem do problema. Assim, pode-se decidir por realizar novos ensaios, mudar o procedimento, investir em novos equipamentos ou ainda em treinamento para os colaboradores. Alterações no método de ensaio podem comprometer os estudos realizados. Desta forma, sempre que uma alteração ocorrer no método, um novo estudo de validação poderá ser requerido, dependendo das alterações realizadas.

b) Calibração dos padrões de referência ou materiais de referência: sempre que necessário, o RGELab deverá dispor de materiais de referência, padrões e equipamentos devidamente calibrados.

c) Comparações diretas com resultados de métodos normalizados: quando aplicável, o RGELab pode comparar o método em desenvolvimento com o correspondente método normalizado, a fim de identificar possíveis diferenças e limitações do método proposto. As comparações devem ser embasadas em análise estatística apropriada, conforme o caso.

d) Ensaios de proficiência: o RGELab pode utilizar programas de ensaios de proficiência para validar o método em desenvolvimento. Neste caso, deverá ter obtido desempenho satisfatório no programa para o ensaio em questão.

Etapa 9 - Estimativa da incerteza de medição do ensaio: a incerteza de medição relacionada ao ensaio é estimada de acordo com o ISO GUM⁽¹¹⁾. Os cálculos e as fontes de incerteza são registrados na Planilha de Cálculo de Incerteza de Medição de Ensaio.

Etapa 10 - Validação de software e planilhas eletrônicas: para a validação de um software de processamento de resultados de ensaios, deve-se realizar um ensaio, medida ou verificação para comparar com um teste realizado através de outro dispositivo de medição. Os softwares comerciais, de prateleira são considerados validados. Para a verificação da adequada operação de planilhas de cálculos, deverá ser executada uma comparação direta dos mesmos cálculos realizados pela planilha com os cálculos feitos manualmente, registrados em papel. Caso as planilhas estejam consideradas adequadas, estas são protegidas por senhas de acesso, que impedem alterações indevidas.

Etapa 11 - Validação do método de ensaio: uma vez cumpridas todas as etapas previstas anteriormente, os resultados do processo são analisados e, caso atenda aos requisitos planejados, o método de ensaio é considerado como validado. caso contrário, os motivos são devidamente analisados e novos estudos são desenvolvidos. As conclusões são registradas no plano de desenvolvimento e validação de métodos de ensaios.

5. CONCLUSÃO

Este artigo mostrou uma metodologia para desenvolvimento e validação de métodos de ensaio. Esta metodologia é uma proposta a ser utilizada para desenvolvimento e validação de métodos de ensaio e foi concebida durante o processo de adequação do RGELab, laboratório da empresa Rio Grande Energia S.A, aos requisitos da NBR ISO/IEC 17025:2001.

Essa metodologia é composta de onze etapas, as quais cobrem os requisitos da NBR ISO/IEC 17025:2001. As etapas são: definição do problema; embasamento técnico científico; levantamento das necessidades materiais; levantamento das necessidades de pessoal; elaboração e aprovação do procedimento de ensaio; calibração de equipamentos e padrões; realização de treinamento dos colaboradores; realização de estudos de validação; estimativa da incerteza de medição do ensaio; validação de software e planilhas eletrônicas e validação do método de ensaio.

Foi detalhada, neste trabalho, uma das formas de validação de métodos de ensaio através da análise de sistemas de medição. Foram mostrados os passos para realizar os estudos de estabilidade, de tendência, de linearidade e de repetitividade e reprodutibilidade. Sendo este último realizado através do método da amplitude (estudo rápido) e do método da média e da amplitude (estudo longo).

Vale lembrar que não é objetivo deste trabalho esgotar a discussão do tema. Pelo contrário, a partir da proposta presente neste artigo, deverá ser realizado um estudo de caso da implementação dos 11 passos propostos para a validação de métodos, que deverá estudar as peculiaridades quando da aplicação deste processo.

6. REFERÊNCIAS

1. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR ISO 9000 - Sistema de gestão da qualidade – Fundamentos e Vocabulário**, 2000.
2. LEITE, F. **Validação em Análise Química**. Campinas. Ed. Átomo, 1998.

3. INMETRO. **DOQ-CGECRE - Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos**. Rev. 08, mar/2003.
4. INMETRO. **DOQ-DQUAL - Orientações para adoção da NBR ISO/IEC 17025 pelos laboratórios e credenciados e postulantes ao credenciamento**. Rev. 06, abr/2001.
5. ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração**, 2001.
6. GIRÃO, Pedro M. B. **Accreditação de laboratórios de ensaio e calibração segundo a norma ISO/IEC 17025**. In: II Congresso Brasileiro de Metrologia, 2003, São Paulo. **CD rom**. São Paulo: SBM, 2000.
7. JUNQUEIRA, R. G; SOUZA, S. V. C; VARGAS, E. A; CASTO, L. Validação Intralaboratorial de Método para Determinação de Aflatoxina M₁ em Leite por Cromatografia em Camada Delgada. In: III Congresso Brasileiro de Metrologia, 2003, Recife. **CD rom**. Pernambuco: SBM, 2003.
8. BATISTA, Marisete Maria Bassanesi e GARCIA, Renato. Capacitação de laboratório de ensaios de equipamentos eletromédicos para atuação em ciência forense. In: III Congresso Brasileiro de Metrologia, 2003, Recife. **CD rom**. Pernambuco: SBM, 2003.
9. RIBEIRO, José Luis Duarte e CATEN, Carla S. **Controle Estatístico do Processo**. Série Monográfica. Porto Alegre, 2002.
10. MSA - **Measurement Systems Analysis**, 3 ed., DaimierChrysler Corporation, Ford Motor Company and General Motors Corporation, 2002, 225 p. (parte integrante da QS 9000).
11. ISO GUM - **Guia para a Expressão da Incerteza de Medição**. Segunda edição brasileira em língua portuguesa. Rio de Janeiro: ABNT, INMETRO, SBM, 2003.

DEVELOPMENT AND VALIDATION OF TESTING METHODS

Morgana Pizzolato

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

morgana@producao.ufrgs.br

Daniel Homrich da Jornada

Rede Metrológica RS

dhj@terra.com.br

Carla ten Caten

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

tencaten@producao.ufrgs.br

Antonio Filipe Muller

Rio Grande Energia S.A.

fmuller@rge-rs.com.br

***Abstract:** this paper presents a new scheme for development and validation of laboratory testing methods. This scheme, which is formed by 11 steps, complies with ISO/IEC 17025, sub-clause 5.4 – Calibration and Testing Methods and Validation of Methods.*

***Keywords:** Metrology, ISO/IEC 17025, Measurement System, Validation of Testing Methods.*