

Auditorias Técnicas a Métodos de Ensaio em Química Alimentar



Mariana Santos Patoilo

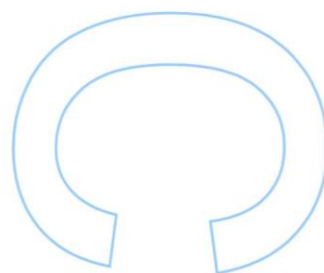
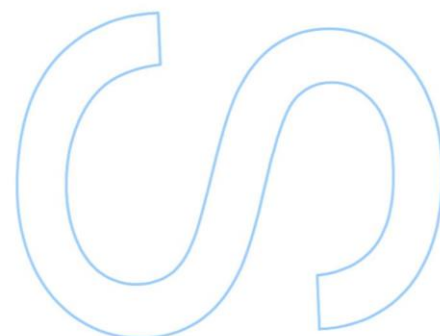
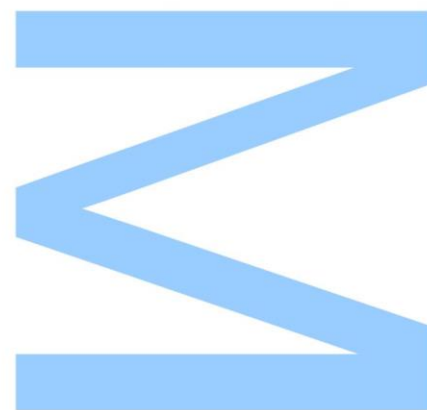
Mestrado em Tecnologia e Ciência Alimentar
Departamento de Química e Bioquímica
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto
2020

Orientador

Luís Guilherme de Lima Ferreira Guido, Professor Auxiliar,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

Coorientador

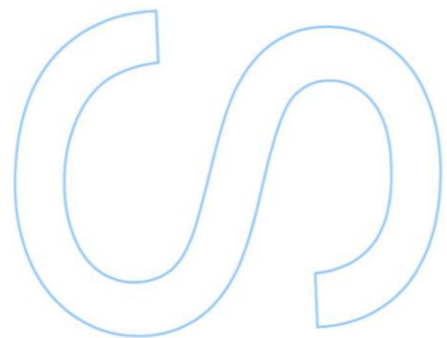
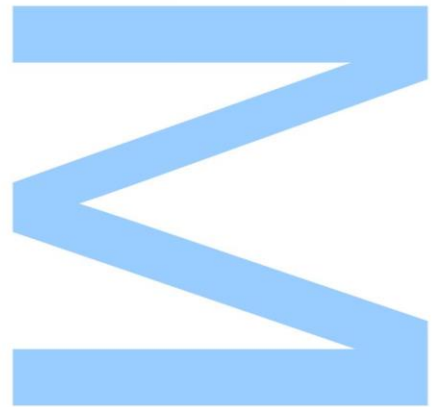
André Ferreira Pinto de Oliveira, Engenheiro Alimentar,
Silliker Portugal, S.A.



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

O Presidente do Júri,

Porto, ____/____/____



Agradecimentos

Ao longo do estágio foram muitas as pessoas que acompanharam o trabalho desenvolvido e, por isso, gostaria de agradecer individualmente a cada uma delas.

Em primeiro lugar gostaria de agradecer à *Silliker Portugal, S.A* pela oportunidade de poder desenvolver o meu trabalho num ambiente empresarial, nomeadamente ao Eng.º André Oliveira, à Liliana Silva, à Dr.ª Alice Santos e a todos os colaboradores que fizeram parte deste percurso.

Agradeço também ao Prof. Luís Guido por aceitar orientar este trabalho e pela disponibilidade e apoio prestado.

Ao meu pai por me incentivar a ir mais além, por possibilitar a oportunidade de frequentar um mestrado e acompanhar todas as vitórias e derrotas.

Ao João por toda a paciência, carinho e apoio incondicional durante esta etapa tão importante, por todos os conselhos e por não me deixar desmotivar nos momentos mais adversos.

Por fim, gostaria de agradecer a todos os meus amigos pela amizade, pelo companheirismo e por estarem sempre dispostos a ajudar nas adversidades, tanto a nível académico como pessoal. Assim, agradeço às minhas amigas que me acompanham desde o ensino secundário, Joana, Catarina e Rocío.

Aos meus amigos que me acompanham desde o primeiro ciclo do ensino superior em Aveiro, Maria, Daniel, Sara, Madalena, José, Catarina, Celina, Liliana e Margarida.

Aos meus amigos que conheci durante o mestrado, Francisca, Francisco, Diogo, Mariana, Carolina, Francisco, Filipe, David, Diogo, Hugo, Miguel e Pedro.

Aos meus amigos da Maia, Joana, Alice, Rita, Renato, Maria Luís, Ana Catarina, Filipa e Rafael.

A todos, o meu mais sincero Obrigado!

Resumo

Um dos requisitos de gestão da NP EN ISO/IEC 17025 é a necessidade da realização de auditorias internas periódicas, que visam verificar se as atividades laboratoriais continuam a ser executadas em conformidade com o sistema de gestão implementado e com a referida norma.

O presente estágio curricular foi realizado na *Silliker Portugal, S.A.*, pertencente ao grupo *Mérieux NutriSciences*, e teve a duração de apenas cinco meses devido à situação pandémica por *COVID-19*. O principal objetivo incidiu no acompanhamento e realização de auditorias técnicas a métodos analíticos nos laboratórios de química clássica e métodos instrumentais de análise e acreditados pela NP EN ISO/IEC 17025. O laboratório encontrava-se em processo de transição para a NP EN ISO/IEC 17025:2018, deste modo foi abordada a versão anterior, do ano de 2005. O presente trabalho começa com um enquadramento geral do estágio e uma pequena abordagem relativa à empresa, sendo posteriormente apresentada uma exposição teórica de temáticas relacionadas com qualidade, acreditação e o referencial normativo em questão.

Durante o estágio foram realizadas auditorias técnicas aos seguintes métodos de ensaio:

- PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método de Monier-Williams.
- NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta.
- NP 2930:2009 Pescado e derivados. Determinação do azoto básico volátil total (ABVT). Método por célula de Conway.
- PAFQ.019 Determinação da humidade. Secagem por estufa e gravimetria.
- NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. Soxhlet.
- ISO 3960:2017 Determinação do valor de peróxido por determinação do ponto final iodométrico - Gorduras e óleos animais e vegetais.
- PAFQ.098 Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo).
- PAFQ.140 Determinação do peso líquido escorrido em conservas.
- PAFQ.139 Determinação do teor de cafeína. Método por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).
- NP 453:2002 Leite. Ensaio preliminares de análise. Provas de fervura e do álcool.
- NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência.

No final de cada auditoria foi realizado um relatório que engloba todas as constatações observadas, evidências e não conformidades do processo de auditoria.

Posteriormente, todas as não conformidades foram registadas e encontravam-se a ser tratadas pelo departamento da qualidade e pelos responsáveis das áreas auditadas.

Palavras-chave: auditoria, método analítico, qualidade, segurança alimentar, setor agroalimentar.

Abstract

One of the management requirements of NP EN ISO/IEC 17025 is the need to carry out periodic internal audits, aiming at verifying that laboratory activities continue to be carried out in accordance with the management system implemented and with that standard.

This curricular internship was held at Silliker Portugal, S.A., which belongs to the Mérieux NutriSciences group, and lasted only five months due to the pandemic situation of COVID-19. The main objective was to monitor and carry out technical audits of analytical methods, accredited by NP EN ISO/IEC 17025, in the laboratories of wet chemistry and instrumental chemistry. The laboratory was transitioning to NP EN ISO/IEC 17025:2018, so the previous version, from the year of 2005, was the one approached. The present work begins with a general framework of the internship, a small approach about the company and later presenting a theoretical discussion of themes related to quality, accreditation and the standard in question.

During the internship, the following analytical methods were audited:

- PAFQ.006 Determination of sulfites, expressed as SO₂. Monier-Williams method.
- NP ISO 5984 Animal feed. Determination of crude ash.
- NP 2930: 2009 Fish and fish products. Determination of total volatile basic nitrogen (TVBN). Conway cell method.
- PAFQ.019 Determination of humidity. Kiln drying and gravimetry.
- NP ISO 6492: 2014 Animal feed. Determination of fat content. Soxhlet.
- ISO 3960: 2017 Determination of the peroxide value by determining the iodometric end point - Animal and vegetable fats and oils.
- PAFQ.098 Determination of humidity and dry residue (vacuum oven).
- PAFQ.140 Determination of the drained net weight in preserves.
- PAFQ.139 Determination of caffeine content. High performance liquid chromatography (HPLC) method.
- NP 453: 2002 Milk. Preliminary analysis tests. Evidence of boiling and alcohol.
- NP 3441: 2008 Meat and meat products. pH measurement. Reference method.

At the end of each audit, a report was made that includes all the observations, evidences and non-conformities, of the audit process. Subsequently, all non-conformities were registered and have been treated by the quality department.

Keywords: quality control, food safety, accreditation, technical audits, analytical methods, NP EN ISO/IEC 17025

Índice

1. Introdução.....	1
1.1. Enquadramento Geral	1
1.2. Instituição de Acolhimento	1
1.2.1. Mérieux NutriSciences.....	4
1.2.2. Valores e Compromissos	5
1.2.3. Acreditação, Certificações e Reconhecimentos.....	5
1.3. Qualidade	5
1.3.1. Evolução do Conceito Qualidade	6
1.3.2. Instituto Português da Qualidade	8
1.3.3. Sistema Português da Qualidade	8
1.4. Acreditação.....	10
1.4.1. Calibração de Equipamentos de Medição Física	11
1.4.2. Calibração Analítica	13
1.4.3. Controlo de Qualidade em Análises Químicas	16
1.4.4. Resultados de análises químicas	26
1.5. NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e Calibração	27
1.5.1. Introdução à norma	27
1.5.2. Requisitos de gestão	28
1.5.3. Requisitos técnicos	36
1.6. Auditorias	42
1.6.1. Auditorias Internas	43
2. Metodologia	45
3. Resultados e Discussão.....	46
3.1. Auditorias Realizadas	46
3.1.1. PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO ₂ . Método Monier-Williams	46
3.1.2. NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta..	50

3.1.3. NP 2930:2009 Pescado e derivados. Determinação do azoto básico volátil total (ABVT). Método por célula de Conway.	50
3.1.4. PAFQ.019 Determinação da humidade. Secagem por estufa e gravimetria.	53
3.1.5. NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. Soxhlet.....	53
3.1.6. ISO 3960:2017 <i>Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination</i>	55
3.1.7. PAFQ.098 Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo)...	56
3.1.8. PAFQ.140 Determinação do peso líquido escorrido em conservas	59
3.1.9. PAFQ.139 Determinação do teor de cafeína. Método por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)	59
3.1.10. NP 453:2002 Leite. Ensaio preliminar de análise. Provas de fervura e do álcool.....	63
3.1.11. NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência.....	65
3.2. Tratamento de não conformidades	67
3.3. Oportunidades de melhoria.....	69
4. Conclusões.....	72
5. Referências.....	73
6. Anexos.....	77

Índice de Figuras

Fig. 1 - Instalações da Silliker Portugal, S.A. em Canelas, Vila Nova de Gaia (fotografia tirada no dia 6 de janeiro de 2019).....	2
Fig. 2 - Rede internacional da Mérieux NutriSciences.....	3
Fig. 3 - Marcel Mérieux no seu laboratório em 1895.....	4
Fig. 4 - Esquematização dos subsistemas do Sistema Português da Qualidade (SPQ).	9
Fig. 5 - Representação das linhas existentes numa carta de controlo de médias ou indivíduos [22].....	24
Fig. 6 - Representação das linhas existentes numa carta de controlo de valores fixos [22].	25
Fig. 7 - Organigrama da Silliker Portugal, S.A [3].	29
Fig. 8 - Esquematização da organização do suporte documental da Silliker Portugal, S.A [3].....	30
Fig. 9 - Esquematização dos vários tipos de auditorias.....	43
Fig. 10 - Evidência da ausência de registos no impresso IQ.112 Carta de controlo (B) do frigorífico 35A.....	48
Fig. 11 - Evidência da ausência de registos no impresso IQ.111 Carta de controlo (A) da câmara frigorífica 20B(2).....	52
Fig. 12 - Evidência da ausência da verificação dos timers utilizados pela analista em 2019 no impresso IQ.54C Boletim de verificação interna – Timers.	54
Fig. 13 - Evidência da ausência de registos de abertura do lote nº 19B134019 de isoctano no impresso IQ.197 Controlo de reagentes.....	56
Fig. 14 - Evidência no IQ.197 Controlo dos reagentes do registo do reagente sicapent com indicador com uma data de validade de “5 anos após a abertura”.	57
Fig. 15 - Certificado de análise do lote de sicapent com indicador utilizado pela analista, no qual a data de validade é “31.07.2023”.	58

Fig. 16 - Cromatograma do DPCS que evidencia o tempo de análise de 12 minutos.	61
Fig. 17 - Impresso relativo à reta de calibração da cafeína que evidencia que não foram rastreados os equipamentos utilizados pela analista.	62
Fig. 18 - Evidência da incorreta transcrição de resultados do excel para o sistema informático LIMS.....	63
Figura 19 - Impresso IQ.35.1 relativo à manutenção do frigorífico 152F no qual é possível constatar que a última manutenção foi em dezembro de 2019.	64
Fig. 20 - Carta de controlo da estufa 125 (IQ.112.5) na qual é possível verificar a falta de registos a partir de dia 5 de fevereiro de 2019.....	66
Fig. 21 - Representação gráfica da distribuição das não conformidades, em percentagem (%), pelos diversos requisitos da NP EN ISO/IEC 17025.	70

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Tipos de ensaios interlaboratoriais e área de atuação [26].	17
Tabela 2 - Critério de Aceitação do <i>Z-score</i> .	19
Tabela 3 - Esquematização da organização do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025.	27
Tabela 4 - Classificação das não conformidades quanto ao seu tipo.	67
Tabela 5 - Classificação das não conformidades detetadas em auditorias (tipo I) quanto ao seu subtipo.	68
Tabela 6 - Tratamento da não conformidade 1101/Q/Dez2019 da auditoria técnica realizada no dia 12 de dezembro de 2019 ao método analítico PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO ₂ . Método Monier-Williams.	69

Índice de Abreviaturas

CBO5 - Carência Bioquímica de Oxigénio a 5 dias

CQE - Controlo de Qualidade Externo

CQI - Controlo de Qualidade Interno

CQO - Carência Química de Oxigénio

DGERT – Direção Geral do Emprego e das Relações de Trabalho

DPCS - *Daily Process Control Samples*

EGI - Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Lda.

ECI - Ensaio de comparação interlaboratorial

EN - Norma Europeia

IEC - Comissão Eletrotécnica Internacional

ISO - Organização Internacional de Normalização

IPAC – Instituto Português de Acreditação, I. P.

IPQ – Instituto Português da Qualidade

IQ - Impresso da Qualidade

MQ - Manual da Qualidade

MRC - Material de Referência Certificado

MRI - Material de Referência Interno

NP - Norma Portuguesa

PAFQ - Procedimentos Relativos aos Ensaios Laboratoriais de Análises Físico-Químicas

SG - Sistema de Gestão

SGQ - Sistema de Gestão da Qualidade

SPQ - Sistema Português da Qualidade

SST - Sólidos Suspensos Totais

1. Introdução

1.1. Enquadramento Geral

Atualmente a segurança alimentar assume um papel importante no setor agroalimentar, sendo este conceito transversal a toda a cadeia alimentar, começando na produção primária e atravessando todos os intervenientes até ao consumidor final. É, de facto, importante ver o processo de produção de alimentos como um todo, estabelecendo objetivos de segurança alimentar para cada uma das fases sempre que aplicável [1].

Deste modo os laboratórios surgem como o interveniente que realiza análises a géneros alimentícios, contribuindo para a verificação da eficácia da implementação das medidas de segurança e qualidade alimentar. Como tal, é essencial que os métodos analíticos sejam os mais rigorosos e fiáveis possíveis sendo, por isso, vantajoso o laboratório ser acreditado. A acreditação transmitirá aos clientes confiança nos métodos e resultados dados pelo 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 [2].

Com o objetivo de garantir a qualidade de um laboratório são realizadas avaliações periódicas, como auditorias, que permitem a identificação de possíveis problemas e a implementação de medidas corretivas e preventivas, sendo estas uma ferramenta fulcral na melhoria do sistema de gestão da qualidade de um laboratório.

Assim, o presente estágio curricular, que teve lugar na empresa *Silliker Portugal, S.A*, tem como objetivo o acompanhamento de métodos de ensaio acreditados pela NP EN ISO/IEC 17025 e implementados no laboratório de química clássica e instrumental da empresa e a realização de auditorias técnicas aos mesmos.

1.2. Instituição de Acolhimento

A *Silliker Portugal, S.A* é uma empresa independente de prestação de serviços intimamente ligada aos vários ramos do setor agroalimentar. Foi fundada em julho de 1992 em Canelas, no concelho de Vila Nova de Gaia com a designação de EGI – Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Lda., iniciando assim a sua atividade com o objetivo de dar resposta às necessidades do mercado e assumindo rapidamente

a posição de líder nacional no setor. Em 1993, obteve a acreditação do laboratório, integrando no Sistema Português da Qualidade (SPQ).



Fig. 1 - Instalações da Silliker Portugal, S.A. em Canelas, Vila Nova de Gaia (fotografia tirada no dia 6 de janeiro de 2020).

Com o reconhecimento da importância da avaliação organolética na caracterização de produtos de consumo surgiu no ano de 2000 o laboratório de Análise Sensorial.

Devido ao forte crescimento da empresa e numa perspetiva de desenvolvimento futuro, em março de 2005 foram estruturadas e projetadas de raiz novas instalações de forma a albergar todos os laboratórios e serviços.

Em março de 2008 a empresa EGI passa a usar a denominação *Silliker Portugal, S.A* com a aquisição de 86% do capital da empresa pela multinacional norte americana *Silliker*, passando a integrar um dos maiores grupos mundiais na prestação de serviços na área da qualidade e segurança alimentar. Em 2011, a mesma multinacional norte-americana adquire mais 10%, perfazendo um total de 96% do capital da empresa.

Tendo em vista a satisfação das necessidades dos clientes, surge o primeiro serviço de Inovação & Tecnologia – os Estudos de Vida Útil –, auxiliando o cliente na validação do período de validade estabelecido para os produtos comercializados.

A obtenção da acreditação dos primeiros ensaios de águas de consumo humano, em novembro de 2010, para quatro ensaios microbiológicos e quatro ensaios físico-químicos foi o início do desenvolvimento deste setor de atividade. Em janeiro do ano seguinte foi obtida a acreditação das colheitas das amostras de águas para consumo

1.2.1. Mérieux NutriSciences

Em 1897, Marcel Mérieux, colega de Louis Pasteur e Emile Roux, fundou o *Institut Mérieux*. Inicialmente sob a direção do filho de Marcel, Dr. Charles Mérieux, e mais tarde de Alain Mérieux, neto de Marcel, o *Institut Mérieux* tornou-se líder mundial no campo de vacinas humanas e veterinárias.



Fig. 3 - Marcel Mérieux no seu laboratório em 1895.

Na década de 90 do século passado a família Mérieux adquiriu a empresa americana de ensaios alimentares *Silliker* para tratar de questões de segurança e nutrição alimentar. Foi essa aquisição que mais tarde resultou na *Mérieux NutriSciences*.

Silliker é o pilar histórico da *Mérieux NutriSciences* e pioneiro no campo da segurança e qualidade dos alimentos. A empresa foi criada nos Estados Unidos pelo reconhecido microbiologista Dr. John H. Silliker em 1967. Com sede em Chicago, Illinois, a empresa cresceu rapidamente nos últimos anos [5].

Desde 2016 que a *Silliker* se apresenta como *Mérieux NutriSciences*, dedicando-se a proteger a saúde dos consumidores de todo o mundo disponibilizando uma vasta oferta de serviços analíticos e de consultoria para as indústrias do setor alimentar e da nutrição. Adicionalmente presta serviços a empresas de diferentes setores, nomeadamente nas áreas da água e ambiente, agroquímicos, bens de consumo, farmacêutica e cosméticos [6].

1.2.2. 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, assegurando um papel de liderança científica e promovendo uma cultura orientada para o desempenho.
- Integridade, mantendo um comportamento ético, honesto e confiável.
- Iniciativa, mantendo um comportamento flexível, inovador e acessível, desenvolvendo proximidade e uma abordagem proativa.
- Responsabilidade, demonstrando comprometimento, confiança e domínio em todas as atividades [6].

1.2.3. Acreditação, Certificações e Reconhecimentos

Todos os laboratórios da *Silliker Portugal, S.A* são acreditados por um organismo independente de acordo com o referencial NP EN ISO/IEC 17025. Este fornece uma avaliação objetiva da competência técnica dos laboratórios e assegura a "precisão, exatidão e repetibilidade" dos resultados analíticos. O facto de se tratar de uma norma internacional é o ponto de partida para oferecer serviços harmonizados a nível mundial. O laboratório em Portugal é acreditado pelo Instituto Português de Acreditação – IPAC.

A *Silliker Portugal, S.A* é também uma entidade formadora certificada pela DGERT na área de educação e formação. Possui ainda o reconhecimento do Instituto Português do Mar e da Atmosfera (IPMA) para a realização de análises microbiológicas em moluscos bivalves vivos.

1.3. Qualidade

Atualmente as empresas são pressionadas, por um lado, por exigências permanentes dos seus clientes e por uma concorrência extremamente agressiva movida por empresas do mesmo setor estando por outro lado, sujeitas a uma forte pressão de inovação tecnológica movida por fabricantes das novas tecnologias, pela necessidade de manter uma competitividade permanente e melhorar as características dos produtos ou serviços prestados aos seus clientes [7].

A qualidade é um conceito muito subjetivo na medida em que para cada pessoa tem um significado diferente, embora exista algo em comum daquilo que o conceito pode significar nas diferentes possíveis utilizações que dele possamos fazer [7]. Este conceito

está em constante evolução, pelo que não parece existir uma definição única ou consensual. Deste modo, entende-se que qualidade pode ser definida pelo conjunto de características de um produto ou serviço fornecido por uma organização que permitam satisfazer as necessidades explícitas e implícitas do cliente e das partes interessadas relevantes. Assim, é de esperar que quanto maior a correspondência entre as características do produto ou serviço e os requisitos dos seus utilizadores maior será a qualidade do mesmo.

Segundo a NP EN ISO 9000:2015, que define fundamentos e vocabulário relacionados com sistemas de gestão da qualidade, qualidade é definida como o “grau de satisfação de requisitos dado por um conjunto de características intrínsecas de um objeto” [8]. Assim, torna-se essencial saber a quem se destina o produto ou serviço, quais as suas expectativas e o custo que o cliente estará disposto a pagar [9].

Efetivamente a qualidade possui notável importância na atualidade, uma vez que os consumidores e os mercados estão mais exigentes e informados, pois vivemos num mundo cada vez mais global, no qual a vida moderna depende do bom funcionamento dos produtos e serviços. É um facto que o cliente mantém permanentemente uma apetência por algo melhor e inovador. Deste modo, torna-se necessário um permanente contacto com o cliente no sentido das empresas anteciparem os seus desejos, sendo capazes de dar resposta às necessidades e, conseqüentemente, conseguirem uma vantagem competitiva acrescida [7].

1.3.1. Evolução do Conceito Qualidade

A Qualidade existe desde sempre. Ao longo da história o Homem sempre procurou o que mais se adequasse às suas necessidades, qualquer que fosse a natureza das mesmas.

Antes da Revolução Industrial a atividade que vigorava era o trabalho artesanal. Nesse sentido, o artesão era responsável por todas as etapas envolvidas na vida do produto, desde o projeto, seleção de matérias-primas e conceção até à venda do produto [10]. A qualidade era então assegurada pela vontade de cada um fazer bem e de ser considerado o melhor na sua especialidade. Com o aumento do mercado, o artesão já não conseguia controlar e executar todo o processo produtivo. Desse modo, começaram a surgir oficinas de artesãos nas quais o controlo da qualidade era assegurado por mestres, capatazes, encarregados ou supervisores [7].

A partir da Revolução Industrial, com o desenvolvimento das ferramentas de trabalho e dos sistemas de unidades de medidas, o conceito de qualidade evoluiu até aos dias de hoje através de quatro eras: *Inspeção*, *Controlo Estatístico*, *Garantia da Qualidade* e *Gestão da Qualidade Total* [10].

A *Era da Inspeção* surgiu durante a I Guerra Mundial (1914-1918), período durante o qual muitos produtos foram fornecidos fora de especificações. Desse modo, surgiram atividades associadas à verificação da conformidade com as especificações, sendo a figura dos inspetores da qualidade fundamental para assegurar a conformidade dos produtos [11]. A ação centralizava-se sobretudo na identificação de produtos defeituosos, não havendo ainda uma preocupação com o que origina o produto defeituoso [12]. O objetivo principal era obter qualidade igual e uniforme em todos os produtos.

A II Guerra Mundial (1939-1945) proporcionou condições para uma importante evolução histórica na área da qualidade. Os produtos eram fornecidos de acordo com as especificações, porém o comportamento em serviço nem sempre era fiável. Assim, na década de 1930, um grupo de investigadores, do qual fez parte Walter Shewart e Joseph Juran, duas grandes mentes no ramo da qualidade, dedicaram-se a pesquisas que levaram ao surgimento da *Era do Controlo Estatístico* [12]. Assim, começou-se a estruturar um estilo de gestão corretiva, no qual se identificavam as causas reais e se agia sobre as mesmas. O conhecimento das fontes de variabilidade, o grau de variação e o estabelecimento de limites estatísticos permitiram manter os processos sob controlo, sendo possível identificar, minimizar e remover as causas de variação [10].

Após a II Guerra Mundial sucedeu-se um grande desenvolvimento tecnológico e industrial, introduzindo no mercado novos produtos com requisitos tecnológicos muito exigentes. Tal provocou uma revisão do conceito de controlo da qualidade de forma a assegurar a segurança de funcionamento do produto no tempo, ou seja, a fiabilidade [11]. Assim, nasce a *Era da Garantia da Qualidade*, na qual o produto deixa de ser o único objeto de intervenção e começam a ser também objeto de intervenção as atividades da organização que influenciam a obtenção da qualidade pretendida. Esta incidia sobretudo no planeamento prévio, assim como na coordenação das atividades praticadas pelos departamentos das empresas, no estabelecimento de padrões da qualidade e o aprofundamento das técnicas estatísticas [11], [13].

A *Era da Gestão pela Qualidade Total*, do inglês *Total Quality Management* (TQM), iniciou-se no ocidente no final da década de 70 e prolonga-se até à atualidade. É uma

evolução natural das três eras que antecedem e baseia-se numa filosofia focalizada na qualidade global dos produtos e serviços, tendo por finalidade a satisfação de todas as partes interessadas na organização [11], [12]. Foi também neste período que ocorreu um grande desenvolvimento das ferramentas da qualidade, que são técnicas que se recorrem de modo a definir, medir, analisar e propor soluções para problemas que possam ser detetados e que interfiram com o bom funcionamento dos processos de trabalho, com a finalidade de se obter a excelência.

1.3.2. Instituto Português da Qualidade

O Instituto Português da Qualidade (IPQ) é o organismo responsável a nível nacional pela gestão do Sistema Português da Qualidade (SPQ), promovendo o desenvolvimento concetual e organizativo, numa perspetiva de integração de todos os componentes relevantes para a melhoria da qualidade de sistemas, processos, produtos e serviços. É responsável pelo reconhecimento da qualificação das entidades públicas e privadas que pretendam intervir no âmbito do SPQ e pela normalização nacional [7], [14]. No âmbito regulamentar, o IPQ é ainda responsável pelo controlo metrológico em Portugal e pelo processo comunitário de notificação prévia de normas e regras técnicas.

Assim, o IPQ assegura a representação portuguesa a nível internacional no domínio da Qualidade, mantendo contacto com os organismos europeus. Este organismo nacional orienta a atividade de numerosos organismos que com ele colaboram, aplicando os procedimentos definidos a nível europeu [14].

1.3.3. Sistema Português da Qualidade

A integração de Portugal na Comunidade Europeia, associada à rápida transformação da sociedade, tornou não só evidente a importância da qualidade de produtos e serviços, como urgente a tomada de medidas inerentes à criação de uma estrutura nacional que pudesse enquadrar e sustentar as necessidades intrínsecas geradas pelo próprio processo.

Nesta perspetiva surgiu a necessidade do estabelecimento de um sistema da qualidade em Portugal. Tal veio a traduzir-se no Sistema Nacional de Gestão da Qualidade, o qual após revisão deu origem ao atual SPQ.

Efetivamente, pelo artigo 4º do Decreto-Lei 71/2012, o SPQ define-se pelo “conjunto integrado de entidades e organizações interrelacionadas e interagentes que, seguindo

princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, congrega esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e assegura a coordenação dos 3 subsistemas – da normalização, da qualificação e da metrologia –, com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade em geral”.

O SPQ rege-se pelos seguintes princípios:

- Credibilidade e Transparência – o funcionamento do SPQ baseia-se em regras e métodos conhecidos e aceites a nível nacional ou estabelecidos por consenso internacional, e é supervisionado por entidades representativas;
- Horizontalidade – pode abranger todos os setores de atividade da sociedade;
- Universalidade – pode abranger todo o tipo de atividade, seus agentes e resultados em qualquer setor;
- Coexistência – podem aderir ao SPQ todos os sistemas setoriais ou entidades que demonstrem cumprir as exigências e regras estabelecidas;
- Descentralização – assenta na autonomia de atuação das entidades que o compõem e no respeito pela unidade de doutrina e ação do sistema no seu conjunto;
- Adesão livre e voluntária – cada entidade decide sobre a sua adesão.

O SPQ pode ser dividido consoante os três subsistemas de atuação – qualificação, normalização e metrologia –, como se pode verificar pelo esquema da Figura 4.

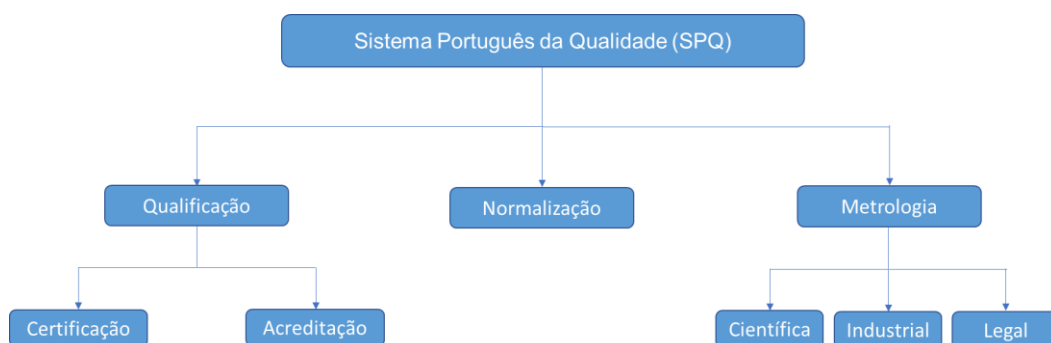


Fig. 4 - Esquemática dos subsistemas do Sistema Português da Qualidade (SPQ).

A metrologia define-se pela ciência da medição e engloba todos os aspetos técnicos e práticos da medição, qualquer que seja a incerteza de medição e o campo de aplicação. Assim, o subsistema da metrologia tem como principal objetivo garantir o rigor e a exatidão das medições realizadas, assegurando a sua comparabilidade e

rastreabilidade a nível nacional e internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida [15].

Este subsistema divide-se em metrologia científica, industrial e legal. A metrologia científica trata da conservação, manutenção e desenvolvimento dos padrões de medição nacionais e internacionais, ou seja, é a rastreabilidade máxima dos padrões de referência. A metrologia industrial trata da aplicação da metrologia no controlo dos processos produtivos e na garantia da qualidade dos produtos finais. É a avaliação da conformidade de processos e equipamentos existentes em organizações, principalmente as que possuem um SGQ certificado, ou seja, é a calibração de padrões e equipamentos de medição. A metrologia legal efetua o controlo e verificação metrológica junto de todos os agentes económicos e do público em geral, fazendo cumprir a legislação aplicável aos mais diversos tipos de equipamentos de medição utilizados nas transações comerciais, operações fiscais, de segurança, de proteção do ambiente e da saúde.

A normalização consiste nas atividades de elaboração de normas e outros documentos de carácter normativo de âmbito nacional, europeu e internacional. Esta é gerida pelo IPQ enquanto Organismo Nacional de Normalização (ONN), com a colaboração dos organismos de normalização setorial (ONS), sempre que estejam em causa matérias relativas aos respetivos domínios de atuação [14]. Neste subsistema insere-se o Programa Anual de Normalização (PAN) que concretiza a estratégia nacional no que diz respeito à participação na normalização europeia e internacional.

O subsistema da qualificação enquadra as atividades de acreditação, de certificação e outras de reconhecimento de competências e de avaliação da conformidade [7]. Relativamente à certificação, esta consiste em demonstrar a conformidade das características de um produto, serviço ou sistema face a um documento de referência preciso que estabeleça e quantifique os parâmetros que devem ser verificados. A acreditação consiste no reconhecimento da competência técnica de entidades para executar determinadas atividades de avaliação da conformidade, como por exemplo calibrações, ensaios, certificação e inspeção [7], [14], [16].

1.4. Acreditação

A acreditação de um laboratório não é uma certificação, como muitas vezes é considerado. Estas diferenciam-se não só nos objetivos, mas também nas normas que são utilizadas. A certificação (de sistemas de gestão da qualidade) é uma atividade de

avaliação da conformidade que visa demonstrar que a entidade tem um sistema de gestão credível. Enquanto a acreditação é o reconhecimento, pelo organismo nacional de acreditação (IPAC), da competência técnica das entidades para executar determinadas atividades cumprindo requisitos estruturais, técnicos e ainda de sistema de gestão, de modo a garantir a fiabilidade dos resultados dessas atividades [17].

A acreditação é de natureza voluntária, contudo, em determinadas áreas, dependendo do enquadramento legislativo, esta pode ser uma condição necessária para o exercício da atividade.

A acreditação de um laboratório segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 permite a demonstração e o reconhecimento da competência técnica para a realização de ensaios. Se o laboratório cumprir os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025, o seu sistema de gestão da qualidade, para as atividades de ensaio e calibração, satisfaz igualmente os princípios da norma ISO 9001.

No caso de laboratórios químicos, o IPAC definiu quatro parâmetros essenciais para a sua acreditação:

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

1.4.1. Calibração de Equipamentos de Medição Física

Calibração define-se como 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, esta informação é utilizada para estabelecer uma relação com vista a obter um resultado de medição a partir duma indicação [18]. Pode ser efetuada externamente, através de entidades competentes, ou internamente usando padrões de referência calibrados.

Antes de serem colocados ao serviço os equipamentos que sejam suscetíveis de influenciar significativamente os resultados dos ensaios, ou cuja calibração seja requerida nas normas ou especificações de ensaio, deverão ser sujeitos a um processo de calibração [19]. Os resultados obtidos na calibração devem atingir os valores de exatidão exigidos e cumprir com as especificações pertinentes para a função do

equipamento. A periodicidade de calibração deverá ser estabelecida pelo laboratório tendo em conta fatores como as características do equipamento, a frequência e tipo de utilização e o histórico das calibrações anteriores, de forma a garantir que o equipamento cumpra o erro máximo admissível (EMA) definido durante o intervalo das calibrações [20].

Após a calibração e emissão do respetivo certificado, o laboratório deve proceder à avaliação da calibração através de critérios de aceitação face aos fins e usos a que se destinam, como por exemplo valores mínimos ou máximos admissíveis [19].

Todos os equipamentos deverão estar codificados e identificados e aqueles que sofreram calibração deverão estar etiquetados com a indicação da data de execução da última calibração, a data da próxima calibração e, caso aplicável, os ajustes ao equipamento. Para além disso, devem ser mantidos registos relativos a cada item do equipamento e respetivo *software*, tais como:

- a identificação do equipamento e do seu *software*;
- o nome do fabricante, a identificação do modelo e o número de série ou outra identificação inequívoca;
- as verificações de que o equipamento cumpre as especificações;
- a localização habitual, quando apropriado;
- as instruções do fabricante, caso estejam disponíveis, ou a indicação da sua localização;
- as datas, os resultados e as cópias dos relatórios e certificados de todas as calibrações, ajustes, critérios de aceitação e data prevista da próxima calibração;
- o plano de manutenção, se apropriado, e as manutenções efetuadas até à data;
- quaisquer danos, avarias, modificações ou reparações no equipamento [21].

A calibração dos instrumentos de pesagem deve ser realizada no local de trabalho habitual, onde devem estar instalados de acordo com as instruções dos fabricantes. Para além disso, deve efetuar-se um controlo periódico de funcionamento, isto é, verificações entre os intervalos de calibração [20]. Através desse controlo é possível avaliar e otimizar os prazos de calibração estabelecidos, bem como detetar atempadamente avarias ou falhas. Na *Silliker Portugal, S.A* as balanças são calibradas com uma periodicidade anual e são verificadas diariamente com recurso a massas calibradas.

Relativamente ao material volumétrico, este deve ser inspecionado visualmente de forma periódica para verificar se apresenta sinais de deterioração ou ataque pelos

reagentes e soluções utilizados. As peças calibradas, como por exemplo material volumétrico com êmbolo, devem estar identificadas de forma a garantir que estão dentro do período de calibração. Além disso, é recomendável a utilização de material volumétrico de classe A ou AS para medições rigorosas de volume [20].

A calibração de equipamentos com controladores de temperatura, como por exemplo estufas, muflas e banhos, consiste num estudo do seu comportamento térmico no qual é avaliada a estabilidade térmica no tempo e a homogeneidade da temperatura no interior do equipamento. Assim, o laboratório deve proceder à verificação intermédia das características metrológicas e funcionais dos equipamentos entre calibrações de modo a avaliar a sua aptidão ao uso [20]. Na *Silliker Portugal, S.A* estes equipamentos são calibrados e possuem sondas de temperatura que são verificadas periodicamente com sondas calibradas. As temperaturas são monitorizadas e registadas duas vezes por dia.

A calibração instrumental deverá ser efetuada quando a norma de ensaio o exija ou quando tenha uma influência significativa no resultado. Pode ser efetuada, por exemplo, a calibração de um comprimento de onda ou absorvância medida por um espectrofotómetro [20].

1.4.2. Calibração Analítica

A calibração analítica consiste na calibração efetuada com recurso a padrões químicos e/ou materiais de referência [20]. O tipo de calibração analítica deverá ser adequado ao tipo de análises e amostras. No caso dos métodos instrumentais podem ser utilizados os seguintes métodos:

- Reta/curva de calibração;
- Adição de padrão;
- Enquadramento;
- Padrão interno ou externo;
- Fator de resposta.

O laboratório deve, assim, escolher o(s) método(s) que mais se adequam a cada caso concreto segundo critérios de escolha e aplicabilidade. De seguida, depois de escolhido o método mais adequado, o laboratório deve definir critérios de aceitação das calibrações obtidas, nomeadamente quanto à linearidade, tipo de ajuste polinomial e coeficiente de correlação [20]. Além disso, a utilização do equipamento de análise

instrumental deve ser antecedida de um protocolo de verificação do bom funcionamento do equipamento.

A calibração analítica deve ser complementada com o programa de controlo da qualidade, que pode incluir a utilização de amostras diárias de controlo dos processos (DPCS), que têm como finalidade a monitorização diária dos processos laboratoriais, de modo a validar os resultados obtidos [20], [22].

A periodicidade da calibração analítica deve estar descrita na norma ou procedimento sendo, no caso de métodos com curvas de calibração, geralmente diária ou a cada série de trabalho. No entanto, alguns sistemas analíticos quando aplicados adequada e controladamente, são bastante estáveis, pelo que é permitida a calibração periódica.

Assim, o laboratório pode adotar a calibração periódica desde que sejam utilizadas matrizes conhecidas e estáveis, seja evidenciado que o sistema analítico (declive) é estável através de, pelo menos, cinco calibrações, seja efetuada uma verificação da validade da calibração em vigor para cada sessão de trabalho nos dois pontos extremos da reta ou outros que enquadrem as amostras, de modo a ser efetuado um controlo do declive. Para além disso, deve-se efetuar uma verificação do branco no caso de gama baixa, de modo a controlar possíveis contaminações. Devem existir critérios de aceitação tanto das verificações mencionadas como da calibração periódica. Assim sendo, os intervalos de tempo entre calibrações devem estar definidos e fundamentados [20].

1.4.2.1. Limites de Detecção e Quantificação

O limite de deteção (LD) é definido pelo “início do intervalo em que é possível distinguir com uma dada segurança estatística (normalmente 95%), o sinal do branco do sinal da amostra e como tal indicar se o analito em questão está ausente ou presente” [20]. De forma simplificada, este limite corresponde, assim, à mais pequena quantidade de analito que é possível detetar na análise de uma determinada amostra [22], [23].

Por outro lado, o limite de quantificação (LQ) define-se como 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” [20]. Assim, corresponde à mais pequena quantidade de analito passível de ser quantificado com uma determinada precisão e exatidão [22], [23].

É importante referir que o intervalo entre estes dois limites é designado como uma zona de deteção semi-quantitativa e não quantitativa, pelo que não se devem reportar valores numéricos, sendo que deve usar-se o LQ como início da zona em que se reportam valores numéricos [20].

Deste modo, em análises qualitativas a determinação do LQ é irrelevante, sendo, por outro lado, o LD um parâmetro fundamental, 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. No entanto, relativamente a análises quantitativas ambos os parâmetros são fundamentais [23]. Na apresentação dos resultados, quando for reportado que o analito em causa não foi detetado ou quantificado devem ser reportados os valores de LD e LQ, respetivamente.

Caso o número de ensaios realizados seja significativo, a determinação dos limites deve seguir uma distribuição normal reduzida. Neste caso, o LD deve corresponder a três vezes o desvio padrão (s_0) acima do valor do branco (x_0), conforme a equação 1:

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

Relativamente ao LQ deve corresponder a dez vezes o desvio padrão (s_0) acima do valor do branco (x_0), conforme a equação 2:

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

Caso o número de ensaios não seja estatisticamente significativo deve ser utilizada uma distribuição de *t-Student*.

Assim, o limite de deteção e o limite de quantificação podem ser estimados através de três métodos:

- Experimentalmente, pela razão sinal/ruído instrumental;
- Experimentalmente, a partir de uma série de ensaios com um branco representativo ou um padrão de baixa concentração e calculando a respetiva média e desvio padrão;
- Estatisticamente, pelo método dos mínimos quadráticos da reta de calibração.

Estes limites dependem de fatores que variam com o tempo, pelo que, quando se trabalha na gama baixa, devem ser reavaliados sempre que haja variação de equipamento, pessoal e critérios. Como precaução, o laboratório pode adotar o uso de um valor “típico” de LQ majorado por excesso [20].

1.4.3. Controlo de Qualidade em Análises Químicas

O Controlo da Qualidade engloba todas as atividades que se centram na monitorização, nomeadamente na análise dos desvios e na reposição dos parâmetros dos processos nas condições desejadas [24].

Qualquer análise química pode ser sujeita a manipulações que induzam a erros, tanto sistemáticos como aleatórios, que podem afetar significativamente o valor do resultado final. Assim, torna-se essencial minimizar esses erros e o controlar a sua ocorrência de modo a garantir e melhorar a eficácia do SGQ implementado [20]. Considera-se, assim, necessária uma avaliação periódica da exatidão dos resultados, de forma a cumprir os objetivos do SG. Para tal, recorre-se ao controlo da qualidade externo e interno.

1.4.3.1. Controlo de Qualidade Externo

O controlo de qualidade externo (CQE) corresponde às ações realizadas pelo laboratório que dependem de intervenções externas ao mesmo [25]. Este controlo tem como objetivo avaliar a exatidão dos resultados obtidos num determinado método de ensaio, através do uso de materiais de referência certificados (MRC) ou padrões equivalentes e de participações em ensaios interlaboratoriais [20], [25].

A periodicidade do uso destas ferramentas deve ser definida consoante a complexidade e dificuldade das análises, a sua frequência, a experiência do laboratório e o nível de confiança exigido aos resultados [20].

Caso não existam MRC ou ensaios interlaboratoriais devem ser usados meios alternativos para avaliar a exatidão ou evidenciar a comparabilidade de resultados com outros laboratórios, como por exemplo o uso de padrões internacionais ou nacionais, devidamente reconhecidos pelo setor técnico, ou a comparação com métodos de referência.

1.4.3.1.1. Materiais de Referência Certificados

São materiais homogêneos e estáveis em relação a propriedades específicas e adequados a uma medição ou a um exame de propriedades qualitativas. Estes materiais são acompanhados de uma documentação emitida por uma entidade reconhecida, a qual fornece um ou mais valores de propriedades especificadas com as incertezas e as rastreabilidades associadas, utilizando procedimentos válidos [18].

Estes materiais de referência devem ser usados quer durante a fase inicial de validação ou implementação dos métodos, quer depois na sua utilização quotidiana [20]. O seu correto uso permite avaliar o desempenho do laboratório, podendo testar a sua competência e procurar melhorá-la.

1.4.3.1.2. Ensaio Interlaboratoriais

Os ensaios interlaboratoriais consistem na organização, realização e avaliação de ensaios no mesmo item ou material, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-determinadas [25]. Efetivamente, por definição, estes ensaios requerem a participação de mais do que um laboratório, embora estatisticamente só sejam conclusivos os resultados obtidos através de pelo menos cinco laboratórios [26].

Estes ensaios permitem ao laboratório monitorizar o seu desempenho, em relação aos seus próprios requisitos e aos referenciais normativos. Permitem analisar não só a repetibilidade e a reprodutibilidade entre laboratórios, mas também a existência de erros sistemáticos, que podem resultar em tendências [27].

Existem cinco tipos diferentes de ensaios interlaboratoriais, cada um deles requerendo o seu próprio modelo de análise estatística (Tabela 1) [26].

Tabela 1 - Tipos de ensaios interlaboratoriais e área de atuação [26].

Tipo de Ensaio	Descrição	Área de Atuação
Ensaio de aptidão ou competência	Realização de um ou mais ensaios por um grupo de laboratórios, muitas vezes permitindo a liberdade de escolher o método de análise. Objetivo: Avaliação do desempenho dos participantes com base na exatidão e precisão dos resultados	Estudo do Comportamento de Laboratórios
Ensaio colaborativo	Todos os laboratórios participantes utilizam o mesmo método e protocolo numa série de materiais idênticos de forma a fornecer resultados a partir dos quais as características de execução do método, nomeadamente erro sistemáticos e precisão intra e interlaboratórios podem ser deduzidos.	Estudo do Comportamento de Métodos Analíticos

	Objetivo: Caracterização do procedimento de um método em análise	Estudo do Comportamento de Materiais
Ensaio comparativo	Cada laboratório utiliza mais do que um método específico numa série de materiais idênticos, executados pelo mesmo protocolo. O protocolo e os materiais analisados são selecionados à semelhança do ensaio colaborativo. Objetivo: Comparação dos resultados obtidos por vários métodos analíticos.	
Ensaio de consenso ou conformidade	Um grupo de laboratórios analisa um material ou materiais. Depois de analisado e caracterizado, o material pode servir para futuros estudos interlaboratoriais ou para ser utilizado no controlo da qualidade. Objetivo: Caracterização das propriedades de um material, nomeadamente os teores ou concentrações de alguns compostos ou elementos	
Ensaio de certificação	Um grupo selecionado de laboratórios peritos analisa um material candidato a MRC, usando os métodos considerados mais apropriados. Objetivo: Certificação de um dado valor e respetiva incerteza de um material candidato a MRC.	

No caso do laboratório pretender avaliar a repetibilidade e a reprodutibilidade de um método, comprovando que tem uma precisão compatível com a de outros laboratórios, pode recorrer a um ensaio colaborativo ou comparativo. Por outro lado, se o objetivo do laboratório for evidenciar a exatidão dos seus resultados, então pode participar em ensaios de aptidão [23], [25].

As amostras destes ensaios devem ser analisadas simulando uma amostra vulgar, pelo que devem apresentar matriz semelhante às restantes amostras e sendo analisadas de igual forma [20].

Sempre que possível, os laboratórios devem participar em ensaios interlaboratoriais, nomeadamente nos ensaios de aptidão, permitindo ao laboratório comprovar a sua competência [19], [20]. Assim, a participação nestes ensaios permite ao laboratório

evoluir tecnicamente, dado que implica trabalhar com amostras cujo valor correto é desconhecido, proporcionando novos desafios a serem ultrapassados.

De forma a ser garantida a qualidade dos resultados é recomendado que a participação nestes ensaios seja uma prática regular e que permita a criação de um histórico, possibilitando um acompanhamento mais rigoroso do desempenho do laboratório. Assim, a *Silliker Portugal, S.A.* participa, no mínimo e sempre que possível, em dois circuitos interlaboratoriais por ano para cada método acreditado. Para além destes, o laboratório participa também nos circuitos do Grupo *Silliker* [22].

Após a obtenção dos resultados dos laboratórios participantes, a entidade organizadora realiza o tratamento estatístico dos dados de acordo com os objetivos do ensaio. Posteriormente, a entidade emite e envia um relatório final, podendo haver uma divulgação seletiva da informação, com níveis de confidencialidade diferentes [26].

Geralmente, os resultados são avaliados tendo em conta o *Z-score*. Efetivamente, através do cálculo de fator de desempenho *Z* (*Z-score*) é possível avaliar a performance do laboratório, recorrendo à seguinte fórmula:

$$Z = \frac{(X_{lab} - X_v)}{s} \quad (3)$$

Nesta equação X_{lab} representa o valor obtido pelo laboratório, X_v representa o valor aceite como verdadeiro estabelecido no ECI (valor de referência) e S representa o desvio padrão da média dos laboratórios no ECI.

No caso de ensaios interlaboratoriais realizados pelo Grupo *Silliker* considera-se aceitável um $|Z| \leq 3$, sendo questionável um $|Z| > 3$. Há fornecedores que consideram aceitável um $|Z| \leq 2$ e questionável um $|Z| > 2$. De forma simplificada, o critério de aceitação encontra-se definido na Tabela 2.

Tabela 2 - Critério de Aceitação do *Z-score*.

Valor do <i>Z-score</i>	Critério de Aceitação
$ Z \leq 2$	Satisfatório
$2 < Z \leq 3$	Questionável
$ Z > 3$	Não satisfatório

Todos os resultados questionáveis e não satisfatórios são registados como não conformes e, se possível, a amostra do circuito interlaboratorial é analisada novamente como amostra cega. Assim, é importante que os resultados obtidos pelo laboratório nos ensaios interlaboratoriais sejam sujeitos a uma análise cuidada, pelo que se o laboratório obtiver um resultado não conforme deve proceder-se ao registo e tratamento dessa não conformidade, de modo a poder corrigir-se as falhas e evitar a sua repetição no futuro [23], [26].

1.4.3.2. Controlo de Qualidade Interno

O controlo de qualidade interno pode ser definido pelas ações de controlo de qualidade cuja implementação depende apenas da vontade e meios do laboratório, não dependendo de qualquer fator externo. De uma forma geral, estas ações têm como objetivo controlar a precisão dos resultados produzidos pelo laboratório, de modo a assegurar a validade dos mesmos [25], [27].

Efetivamente, o laboratório deve estabelecer um sistema de controlo de qualidade interno dos resultados, podendo recorrer a materiais de referência internos (MRI), tratamento estatístico de dados (por exemplo, cartas de controlo) e outras técnicas complementares de controlo da qualidade dos resultados, como por exemplo a análise de brancos em paralelo com amostras, análises em replicado, amostras cegas, ensaios de recuperação e fortificação de amostras, o uso do método de adição de padrão, entre outras [20]. A periodicidade do uso destas ferramentas deve estar de acordo com o tipo de amostra e análises efetuadas [25].

1.4.3.2.1. Controlo dos Brancos

Um branco consiste numa preparação que contém todas as componentes da matriz, exceto o analito em estudo [28]. É sujeito ao mesmo procedimento analítico que a amostra em análise e permite controlar possíveis contaminações ou deterioração de reagentes e, conseqüentemente, identificar e corrigir possíveis erros sistemáticos. No caso de métodos instrumentais permite também corrigir o sinal instrumental [20], [25], [28]. O controlo dos brancos é fundamental na gama baixa de concentrações e deve estar associado à verificação periódica do LQ [20].

1.4.3.2.2. Duplicados

Entende-se como duplicados a realização de ensaios sobre duas tomas da amostra submetidas em separado a todo o processo analítico e não deve ser confundido com a realização de várias medições ou leituras sobre a mesma toma [20], [28].

É de salientar que a realização de amostras em duplicado não garante que o resultado final tenha uma maior exatidão pois se houver um erro sistemático ambos os duplicados estarão afetados. Por outro lado, a existência de um erro acidental num dos duplicados irá gerar um erro menor no valor médio obtido entre os resultados. Assim, a realização de duplicados deve ser considerada como uma ferramenta de deteção de erros acidentais e de controlo da repetibilidade, sendo aconselhável a sua realização entre 5 a 10% do total de análises. Recomenda-se o uso desta ferramenta em análises com vários passos e fontes de erro, bem como para novas amostras ou amostras de difícil homogeneização [25].

Na *Silliker Portugal, S.A.* são realizados duplicados entre 5 a 10% do total de amostras da série de trabalho, sendo a sua escolha aleatória e da responsabilidade do analista que executa o ensaio. Para além disso, o laboratório tem um critério de aceitação de duplicados que define que a diferença entre os mesmos deverá ser inferior à repetibilidade definida para o método [22].

1.4.3.2.3. Amostras Cegas

As amostras cegas definem-se como amostras cujos teores ou concentrações são conhecidos, por exemplo, pelo departamento da qualidade, mas que os analistas pensam tratar-se de amostras vulgares [25]. Estas amostras podem ser amostras excedentes de clientes, de ensaios de comparação interlaboratorial (ECI), de DPCS ou de materiais de referência [22].

O uso destas amostras tem como finalidade conhecer a precisão e/ou a exatidão, no caso de MRC ou padrões, dos resultados obtidos pelo laboratório, podendo ser utilizadas na qualificação e/ou na manutenção de competências dos analistas [22], [25].

1.4.3.2.4. Ensaios de Recuperação

Na realização de ensaios de recuperação são utilizadas amostras fortificadas, isto é, amostras às quais foi adicionada uma quantidade conhecida de determinado analito,

que tanto poderá ser um parâmetro de interesse ou um interferente, consoante o objetivo pretendido [20], [23].

Estes ensaios são importantes no caso de amostras desconhecidas e devem ser realizados considerando os diferentes tipos de matriz. Nos métodos instrumentais, com processos que possam induzir a perdas ou contaminações, a realização de ensaios de recuperação junto ao LQ deve ser feita regularmente para controlar esse risco [20].

Na *Silliker Portugal, S.A.* os ensaios de recuperação são efetuados no laboratório de química e no laboratório de ambiente como ferramenta de avaliação da especificidade e seletividade, precisão e veracidade/justeza da medição dos resultados gerados. Assim sendo, estes ensaios são efetuados durante a validação de métodos de análise, quando aplicável, como um meio de controlo do processo analítico, em substituição do DPCS e sempre que necessário. A periodicidade de realização deste tipo de ensaio depende de cada método [22].

1.4.3.2.5. Materiais de Referência Internos

Os materiais de referência internos, também designados por materiais de referência do laboratório, devem apresentar estabilidade a médio/longo prazo, permitindo o controlo da precisão, avaliando continuamente a variabilidade dos resultados. A homogeneidade destes materiais deverá ser superior ou igual à precisão exigida aos resultados. Como MRI podem ser utilizadas amostras de controlo, padrões de matriz ajustada com a das amostras, padrões semelhantes e/ou remanescentes de amostras de ensaios interlaboratoriais. A frequência com que são utilizados deverá constituir, pelo menos, 5% do total de análises para os ensaios de rotina [20], [25].

Na *Silliker Portugal, S.A.*, em cada série de trabalho, quando aplicável, é realizada a análise de uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) para a elaboração de cartas de controlo associadas aos diferentes ensaios e, conseqüentemente, para validação dos resultados das amostras.

Estas amostras consistem em produtos alimentares fabricados no laboratório *Food Science Center*, do Grupo *Silliker*, materiais de referência distribuídos pelo Grupo *Silliker*, produtos alimentares adquiridos a uma empresa fornecedora de ensaios de comparação interlaboratorial e de materiais de referência e produtos alimentares comerciais estáveis.

Quando o resultado do DPCS se encontra fora dos limites estabelecidos, todos os resultados das amostras dessa série de trabalho ficam suspensos até a não conformidade ser tratada. Para todos os parâmetros estão estabelecidos critérios de precisão e exatidão que devem ser obedecidos pelo laboratório. Diariamente, os resultados são introduzidos na plataforma *ZETASafe* [22].

1.4.3.2.6. Cartas de Controlo

As cartas de controlo foram introduzidas em 1931 por Walter A. Shewart e consistem em cartas que permitem ao operador controlar determinado processo [25], [29]. Esta é a principal ferramenta para a avaliação da qualidade baseada no desempenho e é internacionalmente aceite como um dos meios mais eficientes de exercer e visualizar um controlo contínuo sobre os resultados produzidos e detetar erros [25], [28].

Estas são muito úteis se elaboradas com um objetivo concreto e bem definido. Assim, podem ser utilizadas no controlo de equipamentos automáticos, na validação de calibrações, no controlo da precisão e exatidão da técnica e no controlo das operações ligadas à realização da técnica. Na elaboração de cartas de controlo podem ser utilizados padrões certificados, MRC, MRI e duplicados. Contudo, nem sempre são utilizados materiais na construção de cartas de controlo e exemplos disso são cartas de controlo de temperatura, tempo, humidade, entre outros. Associado a cada carta de controlo deve existir uma ficha de registo na qual esteja indicado o analista, o método de ensaio, o equipamento, o material utilizado, a data de elaboração e a periodicidade [29].

A escolha do tipo de carta de controlo a ser utilizado deve ser feita considerando as características que se pretendem controlar [20]. Na *Silliker Portugal, S.A* são utilizados dois tipos de cartas de controlo: as cartas de controlo de médias ou de indivíduos e as cartas de controlo baseadas em valores fixos [22].

Cartas de Controlo de médias ou indivíduos

As cartas de controlo de médias ou indivíduos representam ao longo do tempo um determinado parâmetro [22], [29]. Nas cartas de controlo a ocorrência de erros é aleatória, pelo que a distribuição dos pontos em torno do valor médio (\bar{x}) segue a Lei Normal, isto é, uma distribuição de Gauss. Deste modo, a probabilidade de um ponto se situar a mais de dois desvios-padrão (2σ) do valor médio é superior a 5%, e a mais de três desvios-padrão (3σ) excede 0,3% [22], [25].

Na construção destas cartas de controlo são utilizados pelo menos 20 pontos, obtidos em ensaios previamente realizados e, sempre que possível, num período de tempo semelhante àquele em que depois se irão apresentar os dados [22]. Contudo, enquanto não são obtidos os 20 pontos necessários à construção da carta poderão ser utilizados 7 pontos para a obtenção de limites de controlo temporários [30].

A média é representada por uma linha central, permitindo a identificação de possíveis tendências que ocorram. Como se pode ver na Figura 5, neste tipo de carta de controlo estão também representadas outras linhas que são definidas pela multiplicação do desvio-padrão, sendo estas as linhas de $\chi \pm 1\sigma$, as linhas de $\chi \pm 2\sigma$, geralmente designadas como linhas de aviso e as linhas de $\chi \pm 3\sigma$, geralmente designadas como linhas de controlo [22], [25], [29].

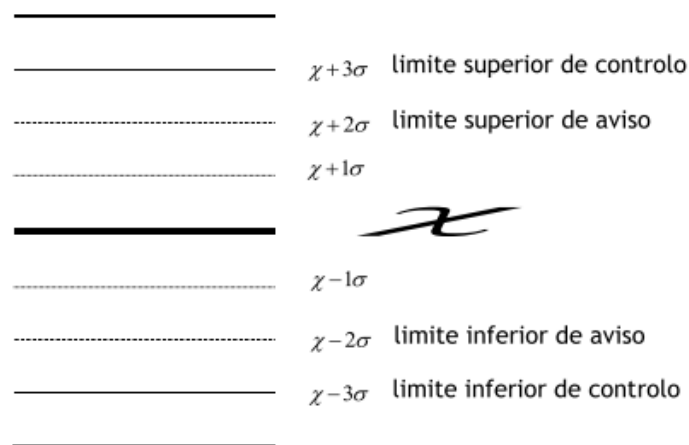


Fig. 5 - Representação das linhas existentes numa carta de controlo de médias ou indivíduos [22].

No eixo das abcissas define-se a frequência temporal e no eixo das ordenadas os valores obtidos do parâmetro a controlar [22].

A *Silliker Portugal, S.A* identifica como tendências sistemáticas numa carta de controlo:

- Uma série de 7 ou mais pontos consecutivos a mover-se para cima ou para baixo;
- Um conjunto de 8 ou mais pontos consecutivos acima ou abaixo da média.

Na presença de uma tendência sistemática são analisadas as causas, definidas as correções e implementadas as ações corretivas adequadas à dimensão da não conformidade detetada [22].

Cartas de Controlo baseadas em valores fixos

As cartas de controlo baseadas em valores fixos são utilizadas, por exemplo, na verificação da temperatura de equipamentos, como frigoríficos, banhos, estufas e muflas. A linha central desta carta é definida pela temperatura alvo a atingir, estabelecida com base na literatura ou pelos próprios procedimentos ou normas de ensaio e são estabelecidos limites superiores e inferiores consoante a gama de temperatura. A representação gráfica das linhas presentes neste tipo de carta de controlo pode ser observada na Figura 6.

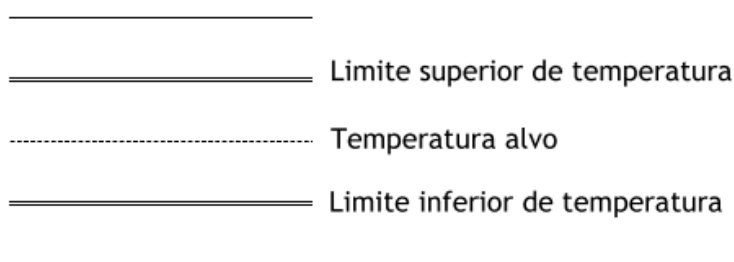


Fig. 6 - Representação das linhas existentes numa carta de controlo de valores fixos [22].

No eixo das abcissas deverá estar definida a frequência temporal da verificação e no eixo das ordenadas a temperatura expressa em graus Celsius.

No caso de um valor se encontrar fora do intervalo definido deverá, se possível, proceder-se à regulação da temperatura do equipamento (*setpoint*). Se a situação não for resolvida dessa forma deverá recorrer-se a um técnico de equipamento e deverá registar-se a não conformidade detetada [22].

ZETASafe

O *ZETASafe* consiste num *software* utilizado pela *Silliker Portugal, S.A.* e por todos os laboratórios do Grupo *Mérieux NutriSciences* e é projetado para armazenamento e tratamento de dados registados em cartas de controlo de médias ou indivíduos, relativas aos DPCS. Todos os laboratórios pertencentes ao grupo têm obrigatoriamente de utilizar este *software*, exceto laboratórios recentes, os quais possuem um período de dois anos para proceder à instalação desta ferramenta.

Recorrendo ao *ZETASafe* é possível interpretar os resultados do próprio laboratório e dos restantes laboratórios associados. Efetivamente, com este *software* é possível comparar a média obtida para determinado DCPS pelo laboratório com a média que o

grupo *Mérieux* fornece correspondente a esse mesmo DPCS, através do valor de *Z-score*, avaliando a exatidão dos métodos. Além disso, permite também avaliar a precisão através da comparação do desvio-padrão relativo (% RSD) com os limites de % RSD referência, definidos pelo Grupo para cada método [30].

1.4.4. Resultados de análises químicas

Os resultados produzidos pelo laboratório devem ser sujeitos a uma validação técnica por elementos devidamente identificados e qualificados. É importante salientar que a validação técnica é independente da validação oficial ou administrativa dos boletins analíticos. A validação técnica deve ser realizada por pessoal familiarizado com os métodos de ensaio, apto para executar e supervisionar os ensaios, conhecer os pontos críticos do método, avaliar os resultados do controlo da qualidade e apresentar corretamente os resultados obtidos [20].

Os resultados de cada ensaio devem ser apresentados num relatório de ensaio ou boletim analítico de forma exata, clara, correta, objetiva e de acordo com as instruções específicas dos métodos de ensaio, fornecendo toda a informação relevante para o cliente [20], [21].

O laboratório deve definir regras ou critérios para selecionar o número de algarismos significativos e unidades de medida a apresentar no relatório ou boletim em coerência com a legislação e com os referenciais normativos. Caso os resultados sejam inferiores ao limite de quantificação devem ser apresentados indicando que são inferiores a esse limite e qual o valor estabelecido para o referido limite [20]. De forma a garantir o cumprimento de requisitos de qualidade deverão existir critérios de aceitação ou rejeição da qualidade dos resultados finais, expressos de forma numérica [25].

Na *Silliker Portugal, S.A* os resultados analíticos obtidos são transmitidos ao cliente sob a forma de boletins analíticos. Estes boletins possuem uma formatação uniforme efetuada de forma automática pelo *software LABOLIMS*, concebido para processar toda a informação relativa a ensaios e amostras, desde a receção de amostras, distribuição de ensaios, emissão de listas de trabalho, introdução de dados, emissão de relatórios e estatísticas [31], [32]. Cada método possui critérios definidos no *LABOLIMS* e são aplicados automaticamente no boletim analítico a emitir [31].

1.5. NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos Gerais de Competência para Laboratórios de Ensaio e Calibração

1.5.1. Introdução à norma

A NP EN ISO/IEC 17025 especifica os requisitos gerais de competência para a realização de ensaios e/ou calibrações. Este referencial normativo deve ser utilizado pelos laboratórios no desenvolvimento dos seus sistemas de gestão da qualidade e para as atividades administrativas e técnicas associadas [21].

A acreditação de um laboratório segundo este referencial normativo permite que a aceitação dos resultados de ensaios e calibrações entre países seja facilitada. Para além disso, a adoção desta norma permite, ainda, a cooperação e a partilha de informação entre laboratórios e outros organismos que também utilizem este referencial normativo.

A NP EN ISO/IEC 17025 está dividida em dois tipos de requisitos: requisitos de gestão e requisitos técnicos, como se pode observar pela Tabela 3.

Tabela 3 - Esquematização da organização do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025.

NP EN ISO/IEC 17025	
4. Requisitos de gestão	5. Requisitos técnicos
4.1 Organização	5.1 Generalidades
4.2 Sistema de gestão	5.2 Pessoal
4.3 Controlo dos documentos	5.3 Instalações e condições ambientais
4.4 Análise de consultas, propostas e contratos	5.4 Métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos
4.5 Subcontratação de ensaios e calibrações	5.5 Equipamento
4.6 Aquisição de produtos e serviços	5.6 Rastreabilidade das medições
4.7 Serviço ao cliente	5.7 Amostragem
4.8 Reclamações	5.8 Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar
4.9 Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme	5.9 Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração
4.10 Melhoria	5.10 Apresentação dos resultados

4.11 Ações corretivas	
4.12 Ações preventivas	
4.13 Controlo de registos	
4.14 Auditorias internas	
4.15 Revisões pela gestão	

1.5.2. Requisitos de gestão

1.5.2.1. Organização

O laboratório deve ser uma entidade cuja identificação jurídica possa ser comprovada por meio de um documento legal apropriado. Deve, também, ter como responsabilidade o cumprimento dos requisitos da presente norma na realização das atividades de ensaio e calibração e a satisfação das necessidades do cliente e das partes interessadas [19], [21].

As instalações permanentes, temporárias e móveis afetas às áreas acreditadas deverão estar identificadas num documento como, por exemplo, o Manual de Qualidade (MQ), de modo a serem abrangidas pelo sistema de gestão [19]. No caso do laboratório pertencer a uma organização mais vasta devem estar identificadas todas as atividades passíveis de gerar conflito de interesses e as responsabilidades dos elementos da entidade [21].

De forma a prevenir pressões e influências indevidas que possam afetar negativamente a qualidade do trabalho devem existir disposições escritas. Além disso, deverão existir políticas e procedimentos com a finalidade de garantir a proteção de informação confidencial e dos direitos de propriedade dos clientes [19], [21].

Assim, na *Silliker Portugal, S.A.*, de forma a prevenir quaisquer pressões externas, o pessoal técnico não se encontra em contacto direto com os clientes e a sua remuneração não depende do número de ensaios realizados nem dos resultados obtidos. Para garantir a confidencialidade foi criado o impresso IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas, o qual é assinado anualmente por todos os colaboradores após a reunião anual sobre estes temas [3]. Deve existir também um documento ou organigrama no qual esteja definida a organização e estrutura de gestão

do laboratório [19]. Assim, na Figura 7 encontra-se apresentado o organigrama da *Silliker Portugal, S.A* [3].

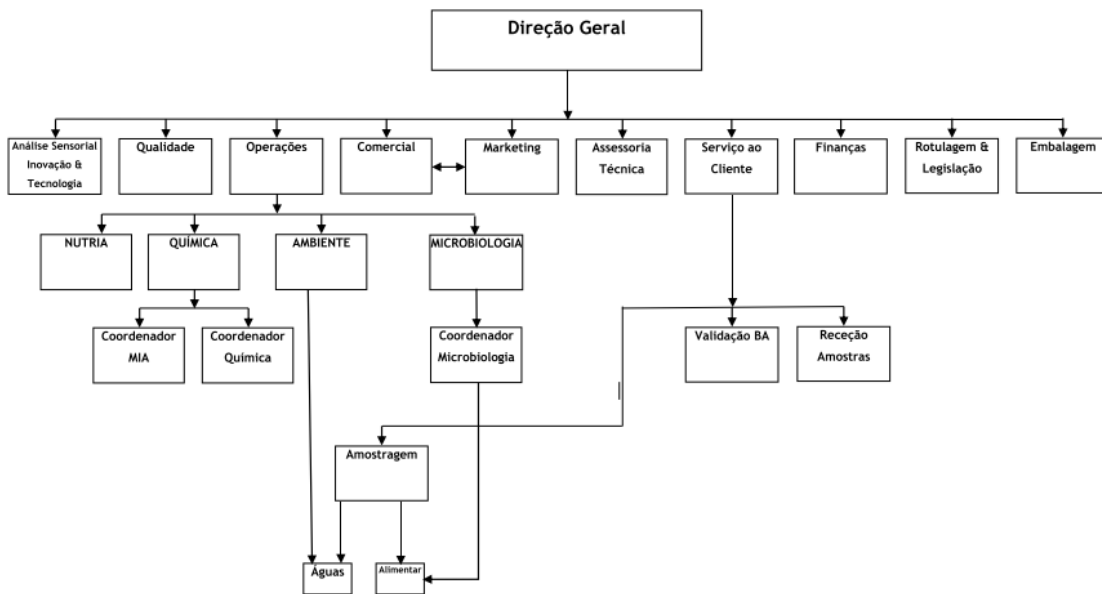


Fig. 7 - Organigrama da *Silliker Portugal, S.A* [3].

1.5.2.2. Sistema de gestão

O laboratório deve estabelecer, implementar e manter um SG adequado ao âmbito de atuação da organização e, neste caso, de forma a garantir a qualidade dos resultados gerados e a satisfação do cliente [3], [21]. O SG da *Silliker Portugal, S.A* aplica-se a todas as atividades laboratoriais desenvolvidas na empresa e segundo os requisitos do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 [3].

Todas as suas políticas, sistemas, programas, procedimentos e instruções devem estar documentados e toda a documentação relativa ao sistema deve ser comunicada, ser compreendida e estar acessível [19], [21]. Efetivamente, na *Silliker Portugal, S.A* toda a documentação relacionada com o SG é comunicada, implementada, compreendida e está acessível a todo o pessoal afeto às atividades relacionadas com o sistema. O SG da empresa encontra-se estruturado com base no suporte documental esquematizado na Figura 8 [3].

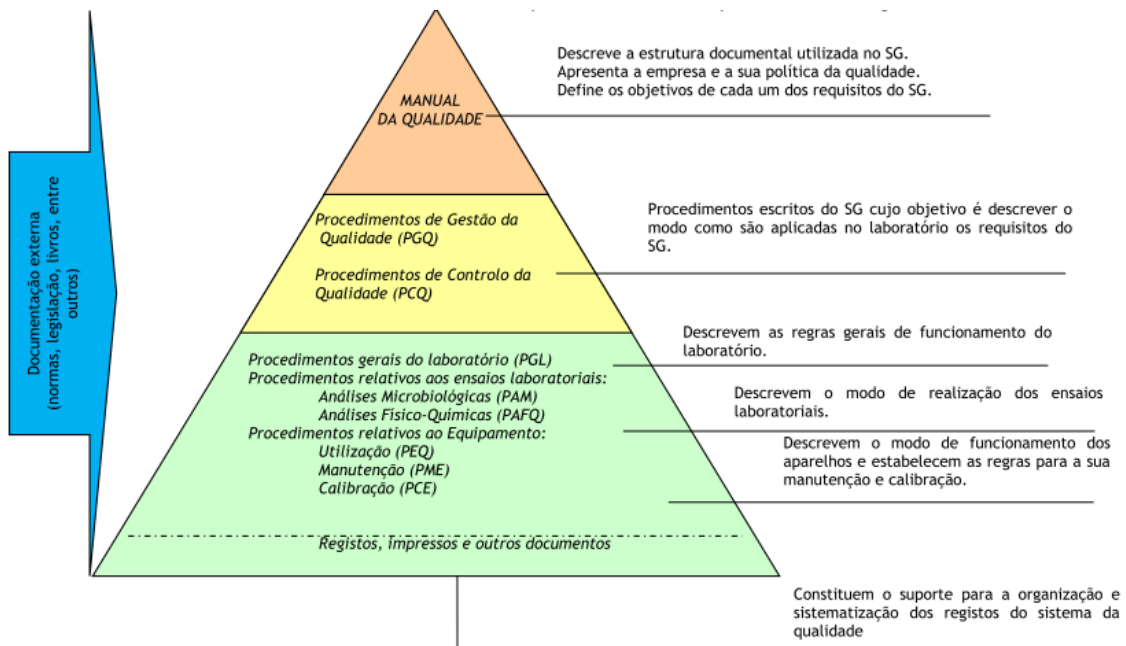


Fig. 8 - Esquematização da organização do suporte documental da Silliker Portugal, S.A [3]

O sistema de gestão deve ser revisto aquando da revisão pela gestão, de forma a averiguar a sua aplicabilidade e eficiência e introduzir as alterações necessárias. A gestão de topo deve ser capaz de demonstrar o seu comprometimento com o desenvolvimento e implementação do SG e a participação na melhoria contínua, de forma a atingir os objetivos do sistema de gestão [19], [21].

1.5.2.3. Controlo dos documentos

Todos os documentos que integram o SG, sejam documentos internos ou externos, devem ser sujeitos a um processo de revisão e aprovação antes da sua emissão e distribuição ao pessoal autorizado. Os documentos deverão estar devidamente identificados com a data de emissão e/ou a identificação da revisão, a numeração das páginas, o número total de páginas ou uma marcação que assinala o fim do documento e as autoridades emissoras [21].

É recomendável que as alterações aos documentos sejam revistas e aprovadas pela mesma função que inicialmente os reviu. O texto modificado ou introduzido deve ser identificado no documento [19], [21]. Se o sistema de controlo de documentos permitir emendas manuscritas até à reedição do documento, estas devem ser claramente assinaladas, datadas e rubricadas [21].

Deve existir uma lista ou procedimento de controlo de documentos, que identifique o estado de revisão atual e a distribuição dos documentos no SG, de forma a impedir a utilização de documentos obsoletos [21]. Todos os documentos obsoletos conservados por motivos legais ou de salvaguarda devem estar identificados de modo adequado [19], [21].

1.5.2.4. Análise de consultas, propostas e contratos

O laboratório deve estabelecer as regras, as responsabilidades, o acompanhamento e a documentação referentes às fases da consulta, elaboração da proposta e contrato. Os requisitos, incluindo os métodos a utilizar, devem estar definidos, documentados e compreendidos. Desse modo, o laboratório deve possuir os recursos necessários para cumprir os requisitos exigidos na consulta e selecionar o método de ensaio adequado e capaz de satisfazer os requisitos do cliente [3], [21].

As diferenças existentes entre a consulta ou a proposta e o contrato devem ser debatidas e devidamente resolvidas antes do laboratório prestar qualquer serviço, sendo que o contrato deverá ser aceitável para ambas as partes [21].

Deverão ser conservados, durante o período de execução do contrato, registos de discussões pertinentes entre os clientes e o laboratório, bem como registos de análises ou quaisquer alterações significativas [19], [21]. No caso de haver necessidade de alterar o contrato após o início do mesmo, deve proceder-se novamente à análise do contrato e tais modificações devem ser comunicadas ao pessoal afeto. Se o laboratório recorrer a subcontratação essa informação deve ser incluída na proposta [3], [21].

1.5.2.5. Subcontratados de ensaios e calibrações

Os laboratórios subcontratados deverão atuar em conformidade com a norma NP EN ISO/IEC 17025, isto é, deverão estar acreditados para o método em questão. O laboratório deverá manter um registo de todos os subcontratados a que recorre, de forma a evidenciar que os mesmos atuam em conformidade com a referida norma.

O cliente deverá ser informado pelo laboratório acerca da subcontratação e deverá obter a sua aprovação. É da responsabilidade do laboratório todo o trabalho efetuado pelo subcontratado, exceto no caso do subcontratado ser escolhido pelo cliente [19], [21].

1.5.2.6. Aquisição de produtos e serviços

O laboratório deve estabelecer políticas e procedimentos de seleção e compra dos produtos e serviços relacionados com os ensaios e as calibrações. Deverão também existir procedimentos relativos à receção e armazenamento de reagentes e produtos consumíveis [3], [21].

Todos os produtos consumíveis e reagentes antes de serem utilizados deverão ser sujeitos a um processo de inspeção e avaliação da conformidade com especificações normativas ou com requisitos definidos pelos métodos de ensaio em questão. O laboratório deverá manter registos das ações realizadas na avaliação da conformidade [3], [21]. Os fornecedores de produtos ou serviços relacionados com os ensaios ou calibrações deverão ser sujeitos a uma avaliação, sendo que o laboratório deverá conservar os registos das avaliações, bem como uma lista dos fornecedores aprovados [19], [21].

Os documentos relativos à aquisição dos produtos e serviços devem incluir uma descrição dos serviços e produtos encomendados e devem ser analisados e aprovados pelo responsável quanto ao seu conteúdo técnico [21].

1.5.2.7. Serviço ao cliente

É importante o laboratório comunicar e cooperar com os clientes ou com os seus representantes no esclarecimento de qualquer questão ou no acompanhamento do trabalho no laboratório, garantindo a confidencialidade em relação a outros clientes. Através do contacto com o cliente, o laboratório deve procurar receber informações relativas ao grau de satisfação, tanto positivas como negativas, com o objetivo de utilizar esses dados para melhorar o SG, as atividades de ensaio e/ou calibração e o serviço ao cliente [3], [21]. Na *Silliker Portugal, S.A* é enviado, anualmente, um inquérito de satisfação a todos os clientes, de forma a avaliar o grau de satisfação. Os resultados do inquérito aos clientes são compilados num relatório, analisados pelos elementos do Comité de Direção (todos os responsáveis de todos os departamentos/áreas funcionais da *Silliker Portugal, S.A*) e, posteriormente, arquivados [3].

1.5.2.8. Reclamações

Deverão ser criados procedimentos para a resolução de reclamações por parte de clientes ou terceiros e deverão ser mantidos os registos de todas as reclamações,

investigações e ações corretivas conduzidas pela empresa [21]. Durante o processo de tratamento da reclamação a entidade que apresentou a reclamação deverá ser informada relativamente à metodologia de tratamento da mesma e relativamente ao resultado do tratamento [19]. Na *Silliker Portugal, S.A* todos os colaboradores estão sensibilizados para a importância do tratamento das não conformidades e, especificamente, das reclamações [3].

1.5.2.9. Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme

O laboratório deve ter um procedimento que defina a metodologia de tratamento para o trabalho não conforme detetado. Este procedimento deve ser adotado sempre que qualquer aspeto do trabalho de ensaio e/ou calibração, ou os respetivos resultados, não estejam conforme com os próprios procedimentos da organização ou com os requisitos do cliente [3], [21].

A organização deve garantir que são definidas as responsabilidades e as ações a desencadear perante situações de trabalho não conforme e deve ser realizada uma avaliação da gravidade, tendo em consideração as suas causas e consequências. Perante situações anómalas, o laboratório deve notificar o cliente e o trabalho deve ser reavaliado [19], [21]. No caso da avaliação indicar a possibilidade de nova ocorrência de trabalho não conforme ou no caso de haver dúvidas quanto à conformidade em relação aos procedimentos e políticas, o laboratório deve definir e implementar as ações corretivas adequadas [21].

1.5.2.10. Melhoria

A política da qualidade, os objetivos da qualidade, os resultados das auditorias, da análise de dados, das ações corretivas e preventivas e da revisão pela gestão devem ser utilizados como ferramentas de melhoria contínua e da avaliação da eficácia do sistema de gestão [21]. Esta melhoria poderá ser implementada, por exemplo, através da melhoria do desempenho de métodos de ensaio, atualizações de *software*, diminuição do prazo de resposta a clientes, definindo indicadores mensuráveis e metas a atingir, permitindo a avaliação e o acompanhamento da evolução dos objetivos designados e, conseqüentemente, garantindo a aplicabilidade do SG implementado [19].

1.5.2.11. Ações corretivas

O laboratório deve estabelecer as regras para a implementação das ações corretivas necessárias, impedindo que determinada não conformidade identificada volte a ocorrer [3], [21].

Efetivamente, uma ação corretiva define-se como uma ação capaz de eliminar uma causa de uma não conformidade para prevenir a sua reocorrência [8]. Desse modo, antes da implementação de uma ação corretiva deve proceder-se a uma análise de causas, isto é, uma investigação de forma a determinar as causas que originaram o problema em questão. É importante que as ações corretivas a implementar sejam aquelas que detenham uma maior possibilidade de erradicar o problema e, conseqüentemente, a sua repetição [21]. Estas devem estar devidamente documentadas, assim como o resultado da avaliação da sua eficácia [19], [21].

No caso da identificação das não conformidades suscitar dúvidas em relação à conformidade do laboratório, com os seus próprios procedimentos ou com a NP EN ISO/IEC 17025, deve ser realizada uma auditoria às áreas de atividade em questão [21].

1.5.2.12. Ações preventivas

A implementação de ações preventivas tem como objetivo evitar a ocorrência de potenciais não conformidades e promover a melhoria do sistema de gestão, tirando partido das oportunidades de melhoria [3], [19], [21]. Assim, quando são identificadas oportunidades de melhoria ou são necessárias ações preventivas, devem ser desenvolvidos, implementados e acompanhados planos de ação de forma a que a possibilidade de ocorrência de determinadas não conformidades seja minimizada. Os procedimentos relativos às ações preventivas devem consistir na aplicação prática dessas ações e no seu controlo, com o objetivo de garantir a sua eficácia [21].

1.5.2.13. Controlo de registos

O laboratório deve estabelecer procedimentos e regras para a identificação, armazenamento, manutenção e eliminação dos registos técnicos e dos registos da qualidade [3], [21]. Estes devem incluir os relatórios das auditorias, das revisões pela gestão e os registos das ações corretivas e preventivas. Todos os registos devem ser legíveis e estar armazenados em local apropriado e com garantia de confidencialidade. Além disso, o laboratório deve criar procedimentos de proteção e de recuperação dos

registros armazenados no sistema eletrônico com o objetivo de salvaguardar quaisquer perdas de documentos.

Relativamente aos registros técnicos o laboratório deve conservar, durante determinado período, registros das evidências, dos dados resultantes e da informação suficiente para estabelecer uma linha de auditoria. Devem ser armazenados também os registros das calibrações e uma cópia de cada relatório de ensaio ou certificado de calibração emitido.

Quando são detetados erros nos registros, esses erros não devem ser apagados, mas sim riscados com um traço, ficando legíveis, mas inutilizados, e o valor correto deve ser colocado ao lado. Estas alterações nos registros devem ser rubricadas e datadas pela pessoa que efetua a correção [21].

1.5.2.14. Auditorias internas

Este tipo de auditorias deve ser realizado às atividades do laboratório, incluindo todos os elementos do SG. Devem ser realizadas periodicamente, segundo um programa e procedimento, com o objetivo de avaliar se as atividades continuam a satisfazer os requisitos do sistema de gestão e do referencial normativo em questão [21]. A realização destas auditorias é importante na medida em que permite detetar e corrigir possíveis erros que ocorram e, conseqüentemente, melhorar o SG [3], [19]. As auditorias internas devem ser realizadas por pessoal devidamente qualificado e treinado e, sempre que possível, independente da atividade a auditar [19], [21].

É importante que sempre que surjam dúvidas relativamente à conformidade da atividade auditada, como a eficácia, rigor ou validade dos resultados de ensaio, seja implementada uma ação corretiva e o cliente deve ser notificado por escrito se houver a evidência de que os seus resultados possam ter sido afetados. Devem ser mantidos registros relativos à atividade auditada, bem como todas as constatações da auditoria e as ações corretivas implementadas. Posteriormente, deve avaliar-se a eficácia das ações estabelecidas [21].

O laboratório deve evidenciar que todos os requisitos da presente norma, bem como todas as áreas técnicas abrangidas pela acreditação, são auditados a cada ciclo de auditoria interna, isto é, um ano [19], [21].

Na *Silliker Portugal, S.A* são realizadas periodicamente auditorias internas às atividades abrangidas pela acreditação e aos elementos do SG. Para além dessas auditorias são também realizadas auditorias internas conduzidas por elementos do Grupo *Mérieux NutriSciences*, auditorias técnicas focadas nos métodos de ensaio e auditorias de rastreabilidade [3].

1.5.2.15. Revisões pela gestão

A revisão do sistema de gestão e das atividades de ensaio do laboratório deve ser conduzida periodicamente pela gestão de topo, segundo um programa e procedimento pré-determinados para garantir a adequabilidade e a eficácia do SG e para implementar, quando e se necessário, quaisquer alterações ou melhorias ao mesmo [3], [19], [21].

Durante a revisão pela gestão deve-se ter em consideração a adequação das políticas e procedimentos, os relatórios do pessoal supervisor, os resultados das auditorias internas, as ações corretivas e preventivas, as avaliações efetuadas por organismos externos (por exemplo auditorias externas), os resultados obtidos em ensaios de comparação interlaboratorial, as alterações do volume e tipo de trabalho, o retorno dos clientes, as reclamações, as recomendações de melhoria, as atividades de controlo da qualidade, os recursos e a formação dos colaboradores [21].

Os resultados da revisão pela gestão, como as metas, objetivos e planos de ação para o ano seguinte, devem ser registados e incluídos no sistema de planeamento do laboratório [19], [21].

1.5.3. Requisitos técnicos

1.5.3.1. Generalidades

É importante que os resultados gerados pelo laboratório sejam exatos e fiáveis. A exatidão e a fiabilidade dos resultados produzidos dependem de fatores humanos, das instalações e condições ambientais, dos métodos de ensaio e da validação dos métodos, do equipamento, da rastreabilidade das medições, da amostragem e do manuseamento de itens a ensaiar [21]. Estes fatores serão abordados nos próximos tópicos.

Assim, o laboratório deve ter em consideração estes parâmetros aquando do desenvolvimento dos métodos de ensaio, na formação e qualificação do pessoal e na seleção e calibração do equipamento utilizado [21].

1.5.3.2. Pessoal

Todos os colaboradores devem possuir a devida qualificação, formação e competência para o cargo e as funções que desempenham. Sempre que se recorra a pessoal ainda em processo de formação deve proceder-se à supervisão do trabalho realizado [21]. O laboratório deve ser capaz de demonstrar a competência dos colaboradores, por exemplo através da realização periódica de testes práticos ou de desempenho, comparações com pessoal mais experiente e qualificado ou participação em ensaios de comparação interlaboratorial [19].

O laboratório deve possuir procedimentos para a identificação das necessidades de formação e para proporcionar formação aos seus colaboradores. O programa de formação deve ser adaptado às tarefas atuais e previsíveis do laboratório. É importante que o laboratório avalie a eficácia das ações de formação realizadas consoante os objetivos estabelecidos para cada ação de formação [19], [21].

A descrição de funções do pessoal de gestão, técnico e de apoio essencial envolvido nos ensaios deve estar atualizada e nela devem estar definidas as responsabilidades relativas à realização de ensaios, ao planeamento dos ensaios, à emissão de opiniões e interpretações, à alteração de métodos e ao desenvolvimento e validação de novos métodos, a especialização e experiência exigidas, as qualificações, assim como o programa de formação e as responsabilidades de gestão.

1.5.3.3. Instalações e condições ambientais

É essencial que as instalações do laboratório, incluindo as fontes de energia, a iluminação e as condições ambientais, permitam a correta realização dos ensaios e não invalidem os resultados ou afetem negativamente a qualidade dos mesmos. Assim, o laboratório deve estabelecer os requisitos técnicos relativos às instalações e às condições ambientais [3], [21].

O laboratório deve proceder a uma monitorização, controlo e registo das condições ambientais, por exemplo temperatura e humidade, de acordo com o exigido nas especificações, métodos e procedimentos relevantes, ou quando a qualidade dos resultados produzidos seja afetada [3], [21].

Nos locais onde se realizem atividades que não sejam compatíveis deve existir uma separação efetiva das mesmas e devem ser tomadas medidas para prevenir a

ocorrência de contaminação cruzada [21]. No caso do laboratório de microbiologia aplica-se o princípio da “marcha em frente” [19]. O laboratório deve, ainda, garantir uma correta limpeza, higienização e arrumação das instalações e, sempre que se justifique, podem ser implementados procedimentos especiais [21].

1.5.3.4. Métodos de ensaio e calibração e validação dos métodos

O laboratório deve utilizar métodos e procedimentos apropriados para a sua atividade e que satisfaçam as necessidades do cliente. Estes devem incluir a amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento e preparação dos itens a ensaiar.

Na seleção do método é recomendável o uso de métodos publicados em normas internacionais, nacionais ou regionais. O laboratório deve garantir que a edição a ser utilizada se encontra em vigor. Assim, todas as instruções, normas e manuais que o laboratório utiliza devem estar atualizados e acessíveis ao pessoal.

Por outro lado, o laboratório pode também utilizar métodos desenvolvidos internamente, desde que sejam adequados à utilização pretendida e tenham sido devidamente validados. Esta deve ser uma ação devidamente planeada e executada por pessoal qualificado. Efetivamente, os métodos desenvolvidos pelo laboratório devem ser devidamente validados, isto é, sujeitos a uma confirmação, através de exame e apresentação de evidência objetiva, de que os requisitos específicos relativos a uma dada utilização são satisfeitos. Para além dos métodos criados pelo laboratório, também devem ser sujeitos a validação todos os métodos não normalizados, métodos normalizados utilizados fora do âmbito previsto e extensões ou modificações de métodos normalizados.

Sempre que possível o laboratório deve apresentar uma estimativa da incerteza de medição. Nos casos em que não é possível calcular a incerteza de medição, deve-se identificar todos os componentes associados às medições (fontes de incerteza).

De forma a garantir a qualidade dos resultados, todos os cálculos e transferências de dados devem ser verificados sistematicamente. Além disso, sempre que seja utilizado algum computador ou equipamento automatizado para registo, processamento, armazenamento ou recuperação de dados de ensaio, o laboratório deve garantir que o *software* esteja devidamente documentado e validado como apto, sejam estabelecidos

procedimentos para proteção de dados e seja realizada manutenção de forma a permitir o funcionamento adequado [21].

1.5.3.5. Equipamento

O laboratório deve ter todo o equipamento necessário para a realização dos ensaios, incluindo amostragem, preparação de itens a ensaiar, tratamento e análise dos dados de ensaio. Sempre que a empresa recorra a equipamentos fora do seu controlo permanente deve garantir que os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 são cumpridos.

Tanto o equipamento como o *software* utilizado deve ser adequado à exatidão exigida e deve cumprir com as especificações de cada método de ensaio. Os equipamentos devem ser calibrados nas principais grandezas ou valores sempre que estas propriedades tenham influência na qualidade dos resultados. Sempre que o laboratório adquira um equipamento este deve ser calibrado ou verificado antes de ser colocado ao serviço.

Os registos relativos a cada equipamento e respetivo *software* devem ser conservados e estes devem incluir a identificação do equipamento e do seu *software*, o nome do fabricante, a identificação do modelo e o número de série, as evidências de que cumpre com as especificações, a localização do equipamento, as instruções do fabricante, as datas, resultados e cópias dos certificados de calibração, ajustes, critérios de aceitação e data prevista para a próxima calibração, o plano de manutenção e as manutenções realizadas e quaisquer danos, avarias, modificações ou reparações no equipamento.

Qualquer equipamento que se tenha revelado defeituoso ou com desvios relativamente às especificações deve ser devidamente etiquetado como estando fora de serviço para impedir a utilização do mesmo.

Os equipamentos sujeitos a calibrações periódicas devem estar devidamente etiquetados indicando o estado de calibração, incluindo a data da última calibração e a data da próxima calibração. Nestes equipamentos devem também ser realizadas verificações intermédias para manter a confiança no estado de calibração [21].

1.5.3.6. Rastreabilidade das medições

Os equipamentos do laboratório que tenham como finalidade a realização de ensaios ou afetem significativamente a exatidão ou validade dos resultados gerados

devem ser submetidos a uma calibração [19], [21]. Quando é realizada uma calibração a rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades (SI) deve ser garantida recorrendo-se a padrões e instrumentos de medição rastreáveis ao sistema SI, através de sucessivas calibrações ou pela comparação dos referidos padrões com padrões primários relevantes das unidades SI [21].

Contudo, nas medições químicas e biológicas, a rastreabilidade das medições a unidades SI é normalmente impossível [19], [21]. Nestes casos deve ser estabelecida a rastreabilidade a padrões de medição adequados, como a utilização de materiais de referência certificados (MRC) ou a utilização de métodos especificados e/ou padrões acordados por todas as partes interessadas. Para além disso o laboratório deve, sempre que possível, participar em ensaios de comparação interlaboratorial.

Assim, o laboratório deve possuir um procedimento para a calibração dos seus padrões de referência e estes devem ser calibrados por uma entidade competente capaz de garantir a rastreabilidade. Devem, também, existir procedimentos para o manuseamento, transporte, armazenamento e utilização destes materiais. É essencial a realização de verificações intermédias a estes materiais com a finalidade de manter a confiança no estado de calibração dos mesmos [21].

1.5.3.7. Amostragem

A amostragem refere-se à colheita de uma amostra representativa de um todo para ensaio ou calibração [19], [21]. O laboratório deve, então, ter um plano de amostragem e procedimentos para a realização das mesmas. Estes planos devem basear-se em métodos estatísticos apropriados e o procedimento deve referir quais os fatores a controlar para garantir a validade dos resultados.

O laboratório deve possuir registos do procedimento de amostragem utilizado, a identificação do pessoal envolvido, as condições ambientais, sempre que relevante, a identificação do local da amostragem e as técnicas estatísticas utilizadas nos procedimentos de amostragem [21].

1.5.3.8. Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar

O transporte, a receção, o manuseamento, a proteção, o armazenamento, a conservação e/ou a eliminação dos itens a ensaiar devem estar descritos em procedimentos. Além disso, o laboratório deve possuir um sistema de identificação dos

itens a ensaiar e essa identificação deve ser conservada durante a permanência do item no laboratório. Na *Silliker Portugal, S.A* é usado um sistema de etiquetas numeradas e com respetivo código de barras, garantindo que os itens não são confundidos fisicamente ou quando referidos em registos ou documentos.

Durante a receção do item a ensaiar o pessoal responsável deve registar quaisquer anomalias ou desvios relativos às condições normais ou descritas no método de ensaio. O laboratório deve pedir mais instruções ao cliente em caso de dúvidas relativamente à adequabilidade do item para ensaio, ou quando o item não corresponde à descrição ou o método de ensaio não está descrito com detalhe suficiente.

Todas as instruções de manuseamento fornecidas juntamente com o item devem ser seguidas. No caso de haver a instrução de que o item tem que ser armazenado ou condicionado sob condições específicas, as mesmas devem ser monitorizadas. Na necessidade de um item ter que ser guardado, o laboratório deve ser capaz de armazenar o mesmo sob condições que protejam o seu estado e integridade [21].

1.5.3.9. Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração

O laboratório deve implementar procedimentos de controlo da qualidade para garantir a validade dos resultados produzidos. Todos os dados resultantes do controlo da qualidade devem ser registados com o objetivo de se poder detetar possíveis tendências que ocorram. O controlo da qualidade dos resultados deve ser uma atividade planeada e pode incluir o uso de MRC, a participação em ECI, ensaios em replicado, novo ensaio de itens retidos e a correlação dos resultados de características diferentes de um item [19], [21].

No caso dos critérios predefinidos para o controlo da qualidade não serem satisfeitos, o laboratório deve planear e tomar as devidas medidas corretivas de forma a corrigir o problema e evitar a emissão de boletins analíticos com resultados incorretos [21].

1.5.3.10. Apresentação dos resultados

Neste requisito técnico é definido que o laboratório deve apresentar os seus resultados de forma exata, clara, inequívoca e objetiva, e de acordo com as especificações de cada método de ensaio [3], [21]. Os resultados são apresentados num boletim analítico, no qual devem constar não só todas as informações solicitadas pelo

cliente e necessárias à interpretação dos resultados, como também todas as informações exigidas pelo método de ensaio em questão. Se forem incluídas opiniões e interpretações no relatório de ensaio estas devem estar devidamente fundamentadas e assinaladas [19], [21].

Quando se incluem resultados de ensaios realizados por laboratórios subcontratados estes devem estar inequivocamente identificados como tal. Quaisquer emendas que surjam após a emissão do relatório de ensaio implicam a emissão de um novo documento com a designação de suplemento ao relatório de ensaio emitido originalmente [21].

1.6. Auditorias

De acordo com a NP EN ISO 9000:2015 auditoria define-se como um “processo sistemático, independente e documentado para obter evidência objetiva e respetiva avaliação objetiva, com vista a determinar em que medida os critérios da auditoria são cumpridos” [8]. Deste modo, as auditorias permitem determinar a conformidade dos elementos do SG com os requisitos especificados e, quando possível, desenvolver formas para melhorar o sistema e para identificar as atividades que necessitem de ações corretivas.

Existem dois tipos de auditorias: as internas e as externas, como é possível verificar pela Figura 9. As auditorias externas podem ser divididas em auditorias de segunda e terceira parte [32]. As auditorias de segunda parte são realizadas por iniciativa das partes interessadas, tais como clientes, ou potenciais partes interessadas da empresa. As auditorias de terceira parte são realizadas por entidades independentes e imparciais relativamente à empresa e reconhecidas como competentes para avaliar o Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) segundo documentos normativos, legais e regulamentares, como organismos de certificação e acreditação ou alguns departamentos governamentais. Por outro lado, as auditorias internas, também designadas por auditorias de primeira parte, são conduzidas pela própria organização aos seus próprios sistemas, procedimentos e instalações para diagnóstico dos mesmos, recorrendo a pessoal interno qualificado ou a auditores externos contratados [33].

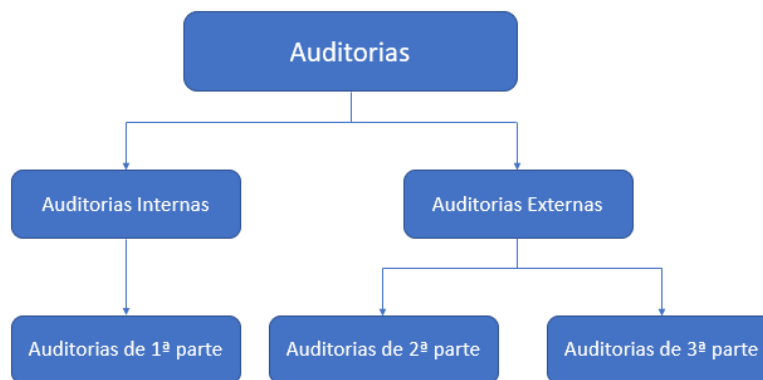


Fig. 9 - Esquematização dos vários tipos de auditorias.

As auditorias técnicas inserem-se no âmbito das auditorias de primeira parte e consistem no acompanhamento da realização de ensaios efetuados por analistas do laboratório. Estas auditorias são realizadas de forma a garantir que os métodos abrangidos pela acreditação são auditados em cada ciclo de acreditação [32], [19].

1.6.1. Auditorias Internas

As auditorias internas constituem um dos requisitos de gestão da NP EN ISO/IEC 17025 (requisito 4.14), a qual define requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração. Estas auditorias devem ser realizadas periodicamente e segundo um programa e procedimento pré-determinados, devendo abranger todos os elementos do sistema de gestão, incluindo as atividades de ensaio e/ou calibração [19], [21].

Este tipo de auditorias pode ser realizado por pessoas que pertençam ao laboratório, desde que seja demonstrada a independência em relação à atividade auditada, pela não existência de responsabilidades da mesma (sempre que possível e que os recursos do laboratório assim o permitam) [32]. Podem também ser realizadas por elementos externos, devidamente acompanhados por um responsável superior, desde que a iniciativa de iniciar e concluir as auditorias pertença ao laboratório, existam evidências de que a equipa auditora possui a competência para o fazer e esteja devidamente qualificada para a norma NP EN ISO/IEC 17025, assim como para os métodos de ensaio e/ou calibração e que as auditorias sejam eficazes [8], [19], [34].

O laboratório deve implementar uma ação corretiva atempada sempre que as constatações da auditoria suscitem dúvidas sobre a eficácia das operações, ou no rigor ou validade dos resultados. É, também, fundamental notificar por escrito os clientes se as investigações demonstrarem que os resultados do laboratório possam ter sido

afetados [32], [21]. No final da auditoria deve ser realizado um relatório de auditoria, no qual devem ficar registados todos os dados relativos à auditoria [32].

2. Metodologia

Antes da realização das auditorias técnicas efetuou-se um estudo prévio de cada método analítico, para a identificação dos pontos críticos dos mesmos, e de todos os procedimentos de controlo da qualidade associados.

A realização das auditorias foi dividida em duas partes: auditoria presencial e auditoria vertical. Primeiramente realizou-se a auditoria presencial que consistiu no acompanhamento da realização do método analítico por parte do auditor. Nesta fase pretendeu-se evidenciar se o analista cumpria e respeitava as metodologias definidas no procedimento ou norma e, para além disso, verificar tudo o que se encontra diretamente ligado ao método, como por exemplo, condições ambientais, registo do controlo de reagentes e gestão dos equipamentos utilizados. Numa segunda fase realizou-se a auditoria vertical, na qual se verificou toda a rastreabilidade associada ao resultado obtido e a eficácia do sistema de gestão. Desta forma, verificou-se também a documentação relativa aos recursos humanos e se esta se encontra atualizada.

No final de cada auditoria foi elaborado um relatório de auditoria que engloba todas as constatações observadas no processo de auditoria, evidências e não conformidades. Após a elaboração do relatório de auditoria foram abertas notas de conformidade no IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes. Posteriormente, o tratamento das não conformidades detetadas é da responsabilidade do departamento da qualidade.

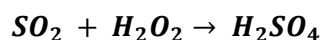
3. Resultados e Discussão

3.1. Auditorias Realizadas

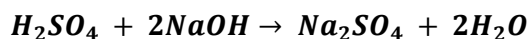
3.1.1. PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂.

Método Monier-Williams

O princípio do método PAFQ.006 baseia-se no arrastamento do dióxido de enxofre, SO₂, por intermédio de uma corrente de azoto, e posterior fixação e oxidação do dióxido de enxofre numa solução diluída e neutra de peróxido de hidrogénio.



A quantificação do ácido sulfúrico formado é obtida com recurso a uma solução padronizada de hidróxido de sódio [35].



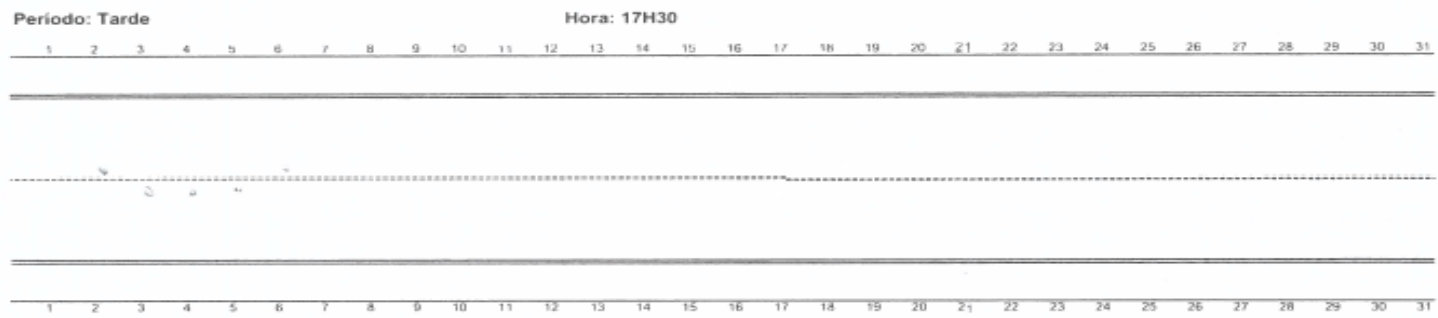
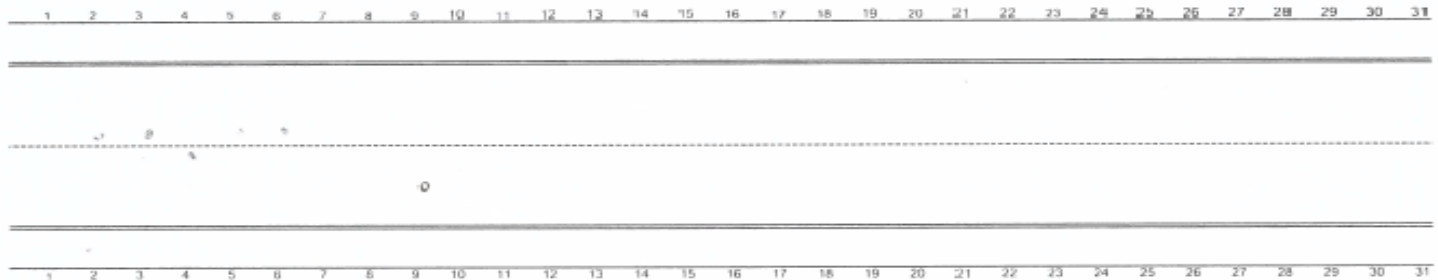
A auditoria foi realizada em 12 de dezembro de 2019 e o relatório da mesma pode ser encontrado no Anexo 1. Durante a **auditoria presencial** foi acompanhado um ensaio de uma amostra de bolacha e foram constatadas as seguintes não conformidades:

- Não foi evidenciado o cumprimento do definido no procedimento PAFQ.044 Preparação de amostras relativamente ao acondicionamento das amostras para a determinação de sulfitos.
- Não foi evidenciada no PAFQ.044 a metodologia para a preparação de bolachas.
- Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia relativa ao ensaio de recuperação descrita no PAFQ.006.
- Os registos diários efetuados no impresso IQ.112 Carta de controlo (B) do frigorífico 35H não se encontravam atualizados, sendo que o último registo tinha sido efetuado no dia 10 de dezembro de 2019.
- Os registos diários efetuados no impresso IQ.112 Carta de controlo (B) do frigorífico 35A não se encontravam atualizados, uma vez que não existiam

registos desde dia 9 de dezembro de 2019, como se pode verificar na Figura 10. Adicionalmente, constatou-se que a localização do frigorífico 35A descrita no impresso não se encontrava atualizada.

CARTA DE CONTROLO (B)

Equipamento: FRIGORIFICO (REFRIGERAÇÃO) Procedimento: PCE.08 Responsável: MP
N.º: 35A Temperatura alvo/parâmetro a controlar: 4°C ± 2°C Mês/Ano: 12/2019
Localização: SALA ESCURA (MIA) Frequência: BIDIÁRIA
Período: Manhã Hora: 09H00



Observações/notas: SONDA 191 J

6°C
5°C
4°C
3°C
2°C

6°C
5°C
4°C
3°C
2°C



SILLIKER PORTUGAL, S.A.
Rua Industrial dos Terços, 44
4410-477 Camelas - V. N. Gaia
Tel. (+351) 22 715 08 20
info@silliker.pt

IQ.112.5

Fig. 10 - Evidência da ausência de registos no impresso IQ.112 Carta de controlo (B) do frigorífico 35A.

- Não foi evidenciado no impresso IQ.35 Manutenção de equipamento, a realização da manutenção mensal e anual do frigorífico 35A.
- Constatou-se que os valores do fluxo de azoto registados no impresso IQ.189A (início e fim da destilação) não corresponderam aos fluxos evidenciados nos caudalímetros. Não foi igualmente verificada a data e o responsável pela aceitação da calibração externa e a etiqueta IQ.146 não estava de acordo com o definido nos certificados de calibração dos caudalímetros.
- Não foi evidenciado o procedimento relativo à utilização, calibração, verificação e manutenção do *chiller* e evidenciou-se que este se encontrava regulado a uma temperatura superior à temperatura descrita no procedimento.
- Constatou-se que a verificação do conta-minutos não foi efetuada para o tempo utilizado.
- Não foi evidenciado o certificado de lote nº 19G024032 do etanol absoluto.
- A abertura do lote de hidróxido de sódio (lote nº 19F124126) não foi registada no impresso IQ.197 Controlo de reagentes.
- Constataram-se erros no registo da data de validade do peróxido de hidrogénio e evidenciou-se que o hidrogenoftalato de potássio e a fenoftaleína se encontravam fora da validade.
- Não foi verificado o controlo da solução de concentração 0,1N de hidróxido de sódio no impresso IQ.210 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC.

As não conformidades constatadas durante a **auditoria vertical** foram as seguintes:

- Não foi evidenciada a realização de amostras em duplicado num total de 11 amostras analisadas.
- Constatou-se que o resultado do DPCS não foi colocado no *ZetaSafe* no dia da realização do ensaio e encontrava-se fora do critério de aceitação definido no impresso IQ.106 Registo de resultados - ZETA. Adicionalmente, constatou-se que o critério de aceitação definido no impresso IQ.106 Registo de resultados - ZETA não se encontrava de acordo com o critério de aceitação definido no

procedimento. Não foi evidenciado o registo da não conformidade para o resultado de DPCS obtido fora de limites.

- Constatou-se que as funções descritas da analista não estavam atualizadas e não foi evidenciada no currículo a competência para a técnica realizada.

3.1.2. NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta

O princípio da metodologia baseia-se na decomposição por incineração da toma de matéria orgânica para análise seguida da pesagem da cinza obtida [36].

Durante a auditoria realizada em 7 de janeiro de 2020 **não foram constatadas não conformidades**. No decorrer da auditoria presencial a metodologia descrita foi cumprida pela analista e toda a execução do método realizou-se de forma regular e em conformidade. Relativamente à auditoria vertical, toda a rastreabilidade ao resultado obtido encontrava-se em conformidade. O relatório da auditoria encontra-se no Anexo 2.

3.1.3. NP 2930:2009 Pescado e derivados. Determinação do azoto básico volátil total (ABVT). Método por célula de Conway.

A metodologia descrita nesta norma baseia-se na extração das bases voláteis por meio de uma solução de ácido tricloroacético. Posteriormente ocorre alcalinização por ação de carbonato de potássio para libertação das bases voláteis, e a sua receção numa solução de ácido bórico seguida de titulação [37].

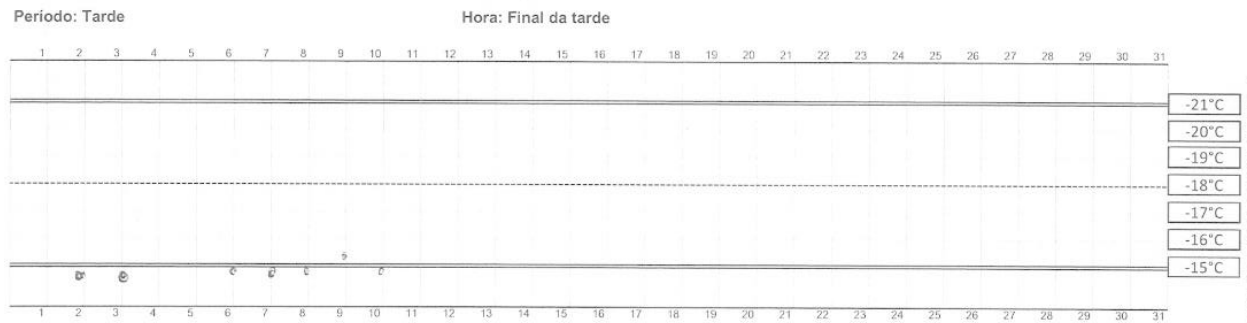
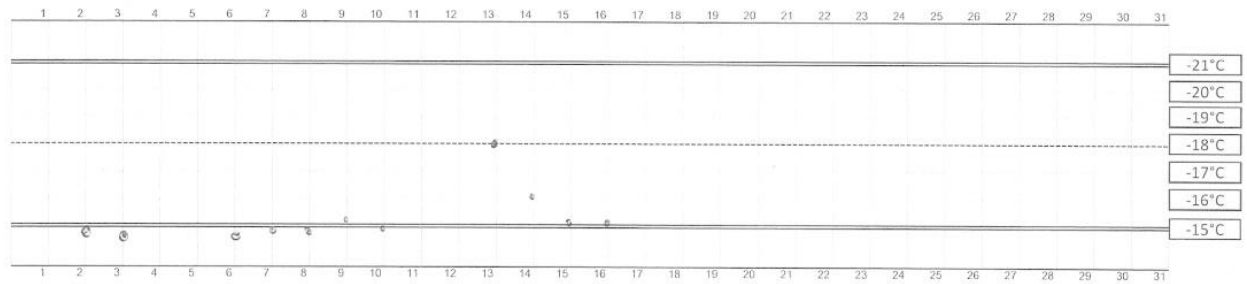
A auditoria foi realizada em 14 de janeiro de 2020 e o relatório da mesma pode ser consultado no Anexo 3. Durante a **auditoria presencial** realizada a uma amostra de pescado foram constatadas as seguintes não conformidades:

- A etiqueta relativa ao DPCS que se encontrava nos tubos apenas tinha a data de preparação, 28 de novembro de 2019, estando em falta a rastreabilidade à analista que o preparou.

- Verificado o impresso IQ.213 Controlo da preparação/validade DPCS constatou-se que não foi registada a preparação deste DPCS.
- Verificado o impresso IQ.111 Carta de controlo (A) da câmara frigorífica 20B(2), na Figura 11, constatou-se que não foram efetuados os registos nos dias 13, 14, 15 e 16 de janeiro à tarde. Relativamente ao frigorífico 152W constatou-se que não foram efetuados os registos nos dias 13, 14 e 15 de janeiro de tarde (IQ.112).

CARTA DE CONTROLO (A)

Equipamento: Câmara frigorífica Procedimento: PCE.08 Responsável: Bela/Erika/Susana/Cristina
 N.º: 20 B (2) Temperatura alvo/parâmetro a controlar: -18°C ± 3°C Mês/Ano: Janeiro 2020
 Localização: SPA Frequência: Bidiária
 Período: Manhã Hora: Início da manhã



Observações/notas:

SILLIKER PORTUGAL, S.A.
 Rua Industrial dos Terços, 44
 4410-477 Canelas - V. N. Gaia
 Tel. (+351) 22 7 15 08 20
 info@silliker.pt

IQ.111.5

a Mérieux NutriSciences Company
SILLIKER

Fig. 11 - Evidência da ausência de registos no impresso IQ.111 Carta de controlo (A) da câmara frigorífica 20B(2).

- Constatou-se que na embalagem do ácido tricloroacético não estava evidenciada a data de abertura e a rubrica da analista.
- O procedimento de validação deste método não se encontrava atualizado, uma vez que foi emitido em 31 de maio de 2013 e estes devem ser atualizados a cada 5 anos.

Durante a **auditoria vertical** não foram constatadas quaisquer não conformidades. Toda a rastreabilidade inerente ao resultado obtido encontrava-se em conformidade.

3.1.4. PAFQ.019 Determinação da humidade. Secagem por estufa e gravimetria.

A metodologia descrita neste procedimento interno consiste na pesagem e secagem da amostra em determinadas condições e posterior cálculo da humidade e do resíduo seco a partir da perda de massa [38].

Durante a auditoria realizada em 21 de janeiro de 2020 **não foram constatadas não conformidades**. No decorrer da auditoria presencial a metodologia descrita foi cumprida pela analista e toda a execução do método realizou-se de forma regular e em conformidade. Relativamente à auditoria vertical, toda a rastreabilidade ao resultado obtido e cálculos associados encontravam-se em conformidade. O relatório da auditoria encontra-se no Anexo 4.

3.1.5. NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. Soxhlet.

Neste método distinguem-se duas categorias de alimentos para animais – A e B. Na categoria B estão presentes alimentos de origem animal, incluindo produtos lácteos, alimentos de origem vegetal nos quais a gordura não pode ser extraída sem uma hidrólise prévia (glúten, leveduras, proteínas da soja e da batata), alimentos para animais tratados termicamente e alimentos compostos em que pelo menos 20% da gordura advenha dos produtos anteriormente mencionados. Na categoria A enquadram-se todos os alimentos para animais não mencionados na categoria B.

Se a amostra pertencer à categoria B é hidrolisada com ácido clorídrico a quente. A solução é arrefecida e filtrada. O resíduo da hidrólise é lavado e seco e a gordura é

extraída com éter de petróleo. Posteriormente, o solvente é removido por destilação e secagem. No final, o resíduo de extração é pesado. Se a amostra se enquadrar na categoria A é extraída com éter de petróleo. O solvente é removido por destilação e secagem e o resíduo é pesado. As amostras que apresentarem um teor de gordura relativamente elevado (pelo menos 200 g/kg) têm que sofrer uma extração preliminar com éter de petróleo [39].

Durante a **auditoria presencial** realizada entre os dias 28 e 30 de janeiro de 2020 foram constatadas as seguintes não conformidades:

- O procedimento relativo à utilização, verificação e manutenção do extrator (PEQ.74) não evidenciava a que temperatura deveria estar regulado o *chiller*.
- Não foi evidenciada a verificação dos cronómetros 192J, 192L e 192AC, sendo que o primeiro foi verificado pela última vez em maio de 2018 e para os restantes não foram evidenciados quaisquer registos (Figura 12).

Boletim de verificação interna - Timers

Data: 18-03-2019 Procedimento: PEQ_09 EMA: ± 60s/hora Analista: IP

Equipamento de referência n.º : 58 Certificado de calibração, entidade, emissão: CL-20244TM-18, EIA, 2018-10-11

Equipamento de referência	EMA (segundos)	Equipamentos de trabalho n.º 192											
		192A	Aceitação (OK/KO)	192B	Aceitação (OK/KO)	192C	Aceitação (OK/KO)	192G	Aceitação (OK/KO)	192M	Aceitação (OK/KO)	192O	Aceitação (OK/KO)
00h15m00s	15	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK
01h00m00s	60	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK

Equipamento de referência	EMA (segundos)	Equipamentos de trabalho n.º 192											
		192P	Aceitação (OK/KO)	192S	Aceitação (OK/KO)	192W	Aceitação (OK/KO)	192X	Aceitação (OK/KO)	192V	Aceitação (OK/KO)		Aceitação (OK/KO)
00h15m00s	15	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK	00h15m00s	OK		
01h00m00s	60	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK	01h00m00s	OK		

IQ.54.0C

Fig. 12 - Evidência da ausência da verificação dos timers utilizados pela analista em 2019 no impresso IQ.54C Boletim de verificação interna – Timers.

- Não foi evidenciada a data de abertura e a rubrica da analista no reagente éter de petróleo.

Verificou-se que toda a rastreabilidade ao resultado obtido e cálculos associados se encontravam em conformidade, pelo que durante a **auditoria vertical** não foram constatadas quaisquer não conformidades. O relatório da auditoria pode ser consultado no Anexo 5.

3.1.6. ISO 3960:2017 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination*

A amostra é dissolvida em isoctano e ácido acético glacial, sendo de seguida adicionado iodeto de potássio. O iodo libertado pelos peróxidos é determinado iodometricamente (visualmente) com um indicador de amido e uma solução padrão de tiosulfato de sódio. O ponto final da titulação é determinado iodometricamente [40].

Esta auditoria foi realizada a 7 de fevereiro de 2020. Durante a **auditoria presencial** foram constatadas as seguintes não conformidades:

- A abertura dos lotes de ácido acético glacial (lote nº 19F054009), isoctano (lote nº 19B134019) e iodato de potássio (lote nº 182404N) utilizados pela analista não foi registada no impresso IQ.197 relativo ao controlo dos reagentes (Figura 13).

Controlo dos reagentes

Reagente: Isooctano/2-2 trimetilpentano Código: D4

Laboratório	Lote	Existe certificado de lote?	Marca	Código do fornecedor	Fim da validade/rejeição	Abertura (data)	Analista	Fim (data)	Analista
FQ	14J240508		Protabo	28781.325	10-2019	29-05-2015	I.Pontes	19-06-2015	I.Pontes
FQ	14D250503		Protabo	28781.325	03-2019	26-06-2015	I.Pontes	27-11-2015	IP
MIA	14H050520		Protabo	28781.325	jul-19	04-09-2015	Telma	25-10-2015	TT
FQ	15F110501		Protabo	28780.322	jun-20	27-11-2015	IP	19-02-2016	IP
MIA	15D220501		Protabo	28780.323	mar-20	18-12-2015	João Trigo	10-02-2015	Joao trigo
FQ	15G300505		Protabo	28780.322	jul-20	19-02-2016	IP	29-04-2016	IP
FQ	15I280511		Protabo	28780.322	set-20	29-04-2016	IP	01-07-2016	IP
FQ	15I280512		Protabo	28780.366	set-20	01-07-2016	IP	28-10-2016	IP
FQ	16C070505		Protabo	28780.366	jan-21	28-10-2016	IP	09-06-2017	IP
MIA	16C070505		Protabo	28780.36	jan-21	10-03-2017	jr	18-06-2017	jr
FQ	16K254001		Protabo	28780.366	nov-21	09-06-2017	IP	12-01-2018	DS
MIA	16K254001		Protabo	28780.366	nov-21	18-06-2017	jr	10-01-2018	jr
MIA	17A194014		Protabo	28780.367	jan-22	10-01-2018	jr	24-05-2018	JR
FQ	17A194014		Protabo	28780.367	jan-22	12-01-2018	DS	08-10-2018	DS
MIA	18A314004		VWR	28780.367	jan-23	24-05-2018	jr	09-01-2020	AR
FQ	18A314004		VWR	28780.367	jan-23	08-10-2018	DS	30-11-2018	DS
FQ	18C124017		VWR	28780.367	jan-23	30-11-2018	DS		
Nova revisão do impresso em 2020-01-08: IQ.197.2.									
MIA	18c124017		VWR	28780.366	jan-23	09-01-2020	AR		

IQ.197.2

Fig. 13 - Evidência da ausência de registos de abertura do lote nº 19B134019 de isoctano no impresso IQ.197 Controlo de reagentes.

- Na embalagem do reagente amido não era legível a data de abertura e validade, visualizando-se apenas a rubrica da analista.
- Não foi evidenciada a data de abertura, a data de validade e a rubrica da analista no reagente ácido clorídrico.

Relativamente à **auditoria vertical**, verificou-se que toda a rastreabilidade ao resultado obtido e cálculos associados se encontravam em conformidade, pelo que não foram identificadas quaisquer não conformidades. O relatório da auditoria pode ser consultado no Anexo 6.

3.1.7. PAFQ.098 Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo)

O método PAFQ.098 consiste na pesagem da amostra, seguida de uma pré-secagem, quando aplicável, em banho de água ou estufa e posterior secagem em estufa de vácuo até obtenção de massa constante [41].

Durante a realização da **auditoria presencial** a uma amostra de caramelos entre os dias 13 e 18 de fevereiro de 2020 foram constatadas as seguintes não conformidades:

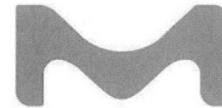
- O procedimento relativo à preparação das amostras (PAFQ.044) precisava de ser atualizado, uma vez que não definia a metodologia de preparação de caramelos.
- No controlo do reagente Sicapent com indicador a analista considerou uma data de validade de 5 anos após a data de abertura (Figura 14); no entanto o certificado de lote, na Figura 15, define a data de validade de 31 de julho de 2023.

Controlo dos reagentes

Reagente: Sicapent com indicador Código: FZ30

Laboratório	Lote	Existe certificado de lote?	Marca	Código do fornecedor	Fim da validade/rejeição	Abertura (data)	Analista	Fim (data)	Analista
FQ	ZC089643		Merck	1.00543.0500	5 ANOS APÓS ABERTURA	23.10.2015	I.Novais	01-02-2019	MAFALDA
FQ	Z0519443		Merck	1.00543.0500	5 ANOS APÓS ABERTURA	01-02-2019	MAFALDA		

Fig. 14 - Evidência no IQ.197 Controlo dos reagentes do registo do reagente Sicapent com indicador com uma data de validade de “5 anos após a abertura”.



Certificate of Analysis

1.00543.0500 SICAPENT® with indicator (phosphorus pentoxide drying agent for desiccators) on inert carrier material
 Batch Z0519443

Batch Values		
Water absorption capacity	≥ 50	%
color change to blue	conforms	

Date of release (DD.MM.YYYY) 23.07.2018
 Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 31.07.2023

Dr. Hans Henning Brewitz
 Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

Fig. 15 - Certificado de análise do lote de Sicapent com indicador utilizado pela analista, no qual a data de validade é "31.07.2023".

Durante a realização da **auditoria vertical**, toda a rastreabilidade ao resultado obtido e cálculos associados encontravam-se em conformidade, pelo que não foram detetadas não conformidades. O relatório da auditoria pode ser consultado no Anexo 7.

3.1.8. PAFQ.140 Determinação do peso líquido escorrido em conservas

A metodologia descrita no procedimento tem como princípio a pesagem do produto sólido contido na embalagem após o escorrimento do meio de cobertura, por meio de um peneiro [42].

Durante a auditoria realizada a uma amostra de atum em conserva no dia 14 de fevereiro de 2020 **não foram constatadas não conformidades**. No decorrer da auditoria presencial a metodologia descrita foi cumprida pela analista e toda a metodologia se realizou de forma regular e em conformidade. Relativamente à auditoria vertical, toda a rastreabilidade ao resultado obtido e cálculos associados encontravam-se em conformidade. O relatório da auditoria encontra-se no Anexo 8.

3.1.9. PAFQ.139 Determinação do teor de cafeína. Método por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)

Neste método é realizada uma extração seguida de filtração e posterior injeção no HPLC. A extração da cafeína em cafés e derivados (com exceção do extrato de café) é realizada com água a 90°C na presença de óxido de magnésio. Em amostras sólidas ou semissólidas é feita uma extração da cafeína com água a 100°C. Nas amostras líquidas e no extrato de café é realizada apenas uma diluição com água. Após filtração, a cafeína presente nos extratos é determinada por HPLC numa coluna de fase reversa C18 com deteção espectrofotométrica ao comprimento de onda de 272 nm [43].

Durante a **auditoria presencial**, realizada no dia 18 de fevereiro de 2020, a uma amostra de café foram constatadas as seguintes não conformidades:

- A cópia controlada do procedimento utilizada pela analista correspondia à revisão anterior;

- Foi usada na pesagem da amostra uma balança com aproximação de 0,001 g, enquanto a metodologia define que deve ser usada uma balança com aproximação de 0,0001 g;
- Verificou-se que a analista não cumpriu com a metodologia "Colocar o balão num banho termostaticado fervente e esperar que a solução atinja pelo menos 90°C. Manter o aquecimento durante 20 min". A analista não monitorizou a temperatura da amostra de forma a garantir que atingia pelo menos 90°C e deixou a amostra no banho durante 30 min.
- Verificou-se que o tempo de análise cromatográfica foi de 12 minutos, como se pode observar na Figura 16, enquanto que o procedimento descreve um tempo de análise de 10 minutos. Efetivamente, atendendo ao tempo de retenção do analito, aproximadamente 7 minutos, é possível obter resultados fidedignos com um tempo de corrida de 10 minutos.

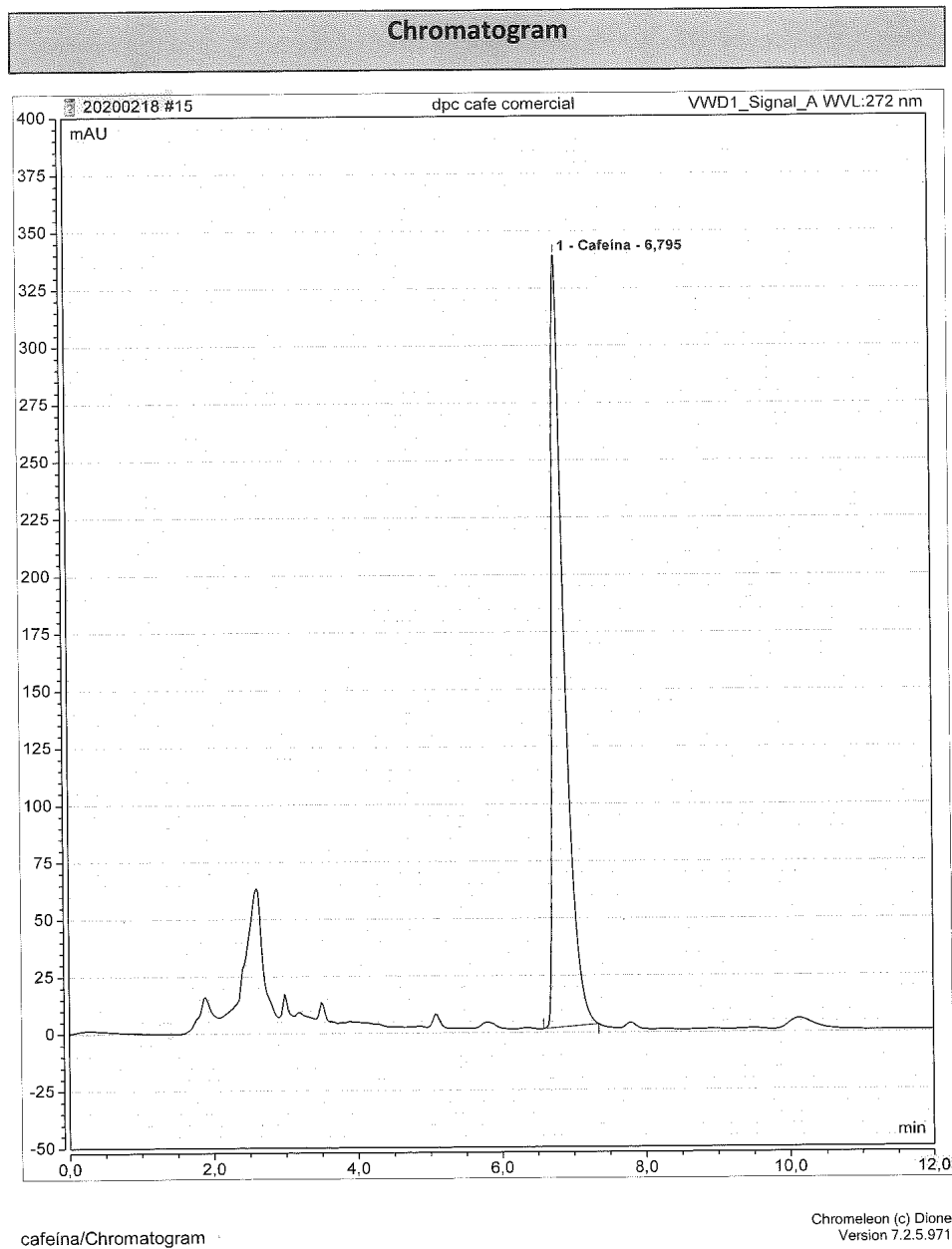


Fig. 16 - Cromatograma do DPCS que evidencia o tempo de análise de 12 minutos.

- Não foram rastreados no impresso os equipamentos utilizados durante a análise, como é possível verificar pela Figura 17.

RETA DE CALIBRAÇÃO DA CAFEÍNA

Método:	FAO 199
Loop:	20
Data:	18/02/2020
Analista:	JR

Equipamentos utilizados	
Balança(s)	,
HPLC	,
Micropipeta (s)	,
Outro (s)	,

Fig. 17 - Impresso relativo à reta de calibração da cafeína que evidencia que não foram rastreados os equipamentos utilizados pela analista.

- Não foi evidenciada a carta de controlo relativa ao banho utilizado.
- Constatou-se que a analista utilizou a micropipeta 82AG para os volumes de 2000 µL e 2500 µL e a mesma tinha sido verificada apenas no volume de 5000 µL, não existindo rotatividade de volumes na verificação tal como definido no procedimento PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.
- Nas embalagens dos reagentes metanol e etanol absoluto não foi evidenciada a data de abertura e a rubrica da analista.

Relativamente à **auditoria vertical** foi identificada a seguinte não conformidade:

- Verificou-se um erro de transcrição dos resultados do *Excel* para o sistema informático LIMS, como se pode verificar pela Figura 18.

Amostra	Matriz	Volume da toma (ml)	Massa (g)	Volume final (ml)	Fator diluição	Área	X (Conc. mg/l)	LIMS			
								Resultado	Unidades	Resultado (g/100 g)	Resultado (mg/kg)
1U1, JZ											
6720a	Café e derivados (incluindo extratos líquidos de café, CONCENTRADOS)		1,581	250	10	835,144	15,29105	---	---	2,418	---
6720b	Café e derivados (incluindo extratos líquidos de café, CONCENTRADOS)		1,219	250	10	642,611	11,71136	---	---	2,402	---
6015	Líquido (incluindo extratos líquidos de café, NÃO CONCENTRADOS)	10	10	50	10	715,278	13,06243	653,10	mg/l	---	---
2.03			#N/D	#N/D	#N/D	113,537	1,87449				
101.32			#N/D	#N/D	#N/D	5441,409	100,93354				

TIPO DE ENSAIO/AGRUPADO : DETERMINAÇÕES : VALOR :

RESULTADO FINAL :

LISTA DE TRABALHO Nº : DATA :

ATRIBUIDA A :

MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.	DATA
PAFQ 139.1	Det de cafeína (HPLC), bs	2.40	g/100g	202001291704
	Det de cafeína			

TIPO DE ENSAIO/AGRUPADO : DETERMINAÇÕES : VALOR :

RESULTADO FINAL :

LISTA DE TRABALHO Nº : DATA :

ATRIBUIDA A :

MÉTODO	DESCRIÇÃO	RESULTADO	UNID.	DATA
PAFQ 139.1	Det de cafeína (HPLC), bs	2.41	g/100g	202001291705
	Det de cafeína			

Fig. 18 - Evidência da incorreta transcrição de resultados do *Excel* para o sistema informático LIMS.

O relatório desta auditoria encontra-se disponível no Anexo 9.

3.1.10. NP 453:2002 Leite. Ensaio preliminares de análise. Provas de fervura e do álcool

A metodologia baseia-se na verificação do comportamento do leite pelas provas de fervura, adição de álcool etílico a 80% (V/V) e adição de álcool etílico a 80% (V/V) contendo um indicador de pH [44].

A **auditoria presencial** foi realizada no dia 19 de fevereiro de 2020 a uma amostra de leite com chocolate. Durante este dia foram constatadas as seguintes não conformidades:

- Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia relativa à determinação da concentração e verificação do pH da solução álcool etílico 80%;
- Os registos de manutenção (Figura 19) do frigorífico 152F, utilizado para guardar a amostra após a sua preparação, não se encontravam atualizados, tendo sido realizada a última manutenção em 20 de dezembro de 2019;

3.1.11. NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH.

Método de referência

O princípio do método baseia-se na medida da diferença de potencial entre um eletrodo de vidro e um eletrodo de referência, os quais são colocados numa amostra da carne ou do produto cárneo [45].

A auditoria foi realizada no dia 11 de março de 2020 e o seu relatório pode ser consultado no Anexo 11. No decorrer da **auditoria presencial** foram identificadas as seguintes não conformidades:

- Verificada a carta de controlo da estufa 125, na Figura 20, constatou-se que os registos diários se encontravam desatualizados, uma vez que o último registo foi feito em 5 de fevereiro de 2020;

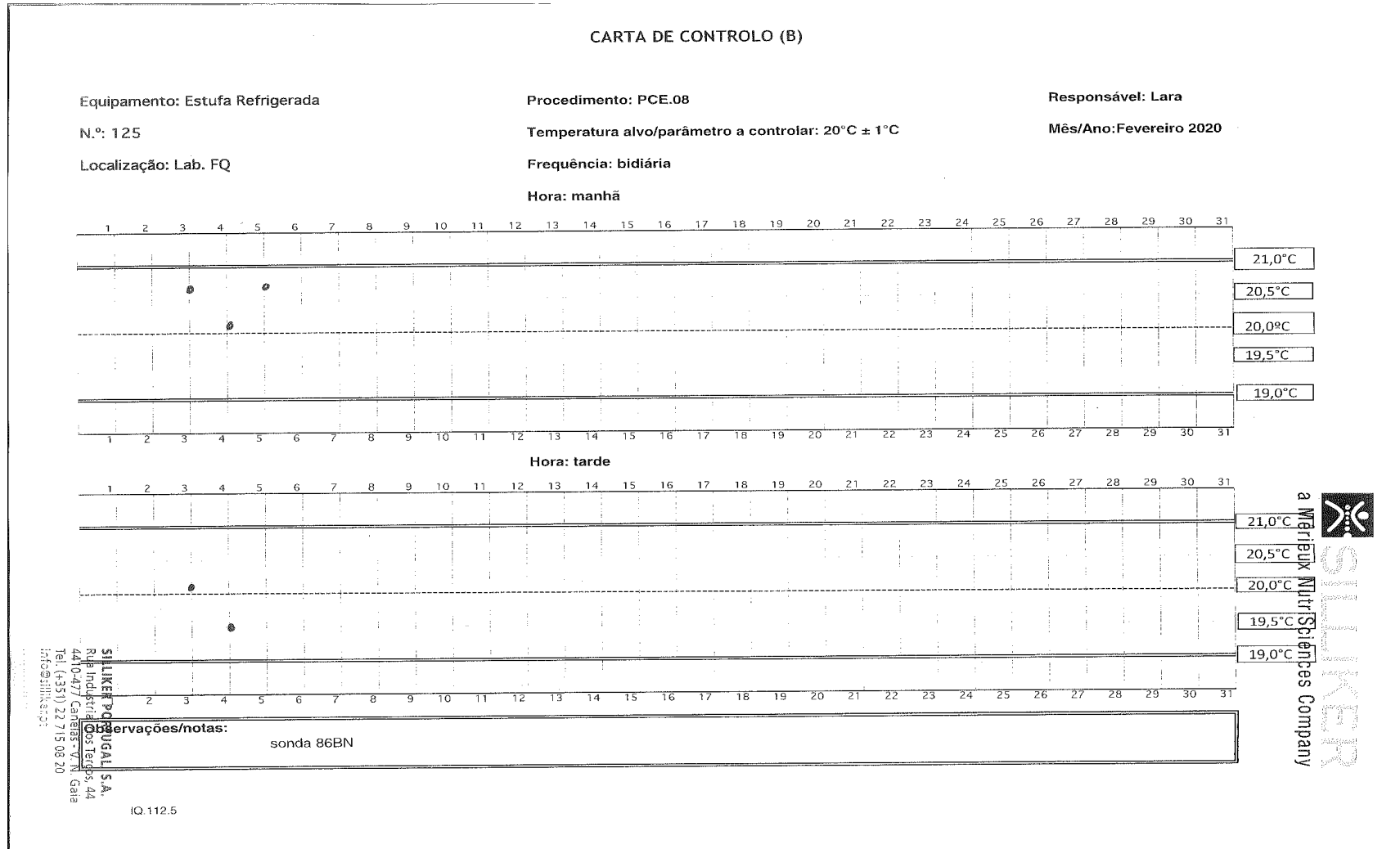


Fig. 20 - Carta de controlo da estufa 125 (IQ.112.5) na qual é possível verificar a falta de registos a partir de dia 5 de fevereiro de 2019.

- O lote da solução tampão a pH 4 utilizada pela analista não tinha sido controlado no impresso relativo ao controlo de reagentes (IQ.197);
- Não foi evidenciado o relatório de validação do método.

Durante a **auditoria vertical** foi detetada a seguinte não conformidade:

- Verificado o impresso utilizado (IQ.305) constatou-se que não existia rastreabilidade à balança utilizada.

3.2. Tratamento de não conformidades

O conceito de não conformidade é muito genérico e, por isso, de forma a simplificar, na *Silliker Portugal, S.A* são categorizadas quanto ao tipo e ao subtipo. Assim, as não conformidades classificam-se conforme o descrito na Tabela 4.

Tabela 4 - Classificação das não conformidades quanto ao seu tipo [46].

Tipo	Designação
A	Controlo da qualidade
B	Controlo metrológico
C	Colheita de amostras
D	Receção de amostras
E	Consumíveis e material descartável
F	Processos analíticos
G	Resultados analíticos
H	Erros nos dados/informação enviada
I	Auditorias

As não conformidades evidenciadas em auditorias, pertencentes ao tipo I, classificam-se quanto ao subtipo da seguinte forma:

Tabela 5 - Classificação das não conformidades detetadas em auditorias (tipo I) quanto ao seu subtipo [46].

Tipo	Subtipo	Descrição
I	1	Constatações das auditorias internas
	2	Constatações das auditorias técnicas
	3	Constatações das auditorias do Grupo Silliker
	4	Constatações das auditorias de clientes
	5	Constatações das auditorias de 3ª parte
	6	Constatações de outro tipo de auditorias (concessão de reconhecimentos)
	99	Outro

Assim, todas as não conformidades detetadas nas auditorias realizadas mencionadas anteriormente são não conformidades do tipo I e subtipo 2.

As não conformidades são também classificadas quanto ao risco/gravidade, podendo ser menor, média ou maior. Uma não conformidade menor é imediatamente resolvida, tem pouco ou nenhum impacto nas atividades da empresa e nenhum impacto para o cliente. As não conformidades de risco médio implicam normalmente a confirmação do ensaio e/ou colheita de nova amostra, não causando qualquer impacto para o cliente, apesar do mesmo ter sido alertado para a não conformidade. As não conformidades maiores podem ser, por exemplo, a deteção de um valor errado enviado para o cliente [46].

Todas as não conformidades detetadas são registadas no impresso IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes. Neste impresso fica registada a origem da não conformidade, o número, o mês, a identificação do tipo e subtipo, o risco/gravidade, o assunto, a descrição da não conformidade, a análise de causas, a correção, a ação corretiva, a verificação da eficácia e a eficácia.

De forma a prevenir a ocorrência de determinada não conformidade é importante que se proceda a uma análise de causas, permitindo a identificação das causas que a originaram, com o objetivo de resolver a não conformidade permanentemente. Sempre que possível, todas as não conformidades devem ser sujeitas a uma correção simples e direta que leve à resolução do problema. Por vezes, a correção pode eliminar a causa da não conformidade. Contudo, quando tal não acontece deve ser implementada uma ação corretiva.

Se for detetada a ocorrência de não conformidades semelhantes a anteriores deve proceder-se a uma nova análise de causas, pois as mesmas não foram devidamente identificadas, uma vez que não eliminaram a possibilidade de recorrência do mesmo tipo de não conformidade.

Após a implementação das ações corretivas avalia-se a sua eficácia. Sempre que possível, define-se uma data para a verificação da eficácia, podendo ser efetuada, nos casos em que seja pertinente, uma auditoria às atividades em questão. O fecho da não conformidade é considerado quando é realizada a verificação da eficácia das ações implementadas. Se a ação corretiva definida não se revelar eficaz, e caso se considere relevante, procede-se à abertura de uma nova nota de não conformidade. No caso de a ação corretiva se revelar eficaz procede-se ao fecho da não conformidade.

De forma a simplificar a exposição do tema, segue um exemplo, na Tabela 6, da não conformidade 1101/Q/Dez2019 detetada na auditoria técnica realizada ao método PAFQ.006 e anteriormente descrita.

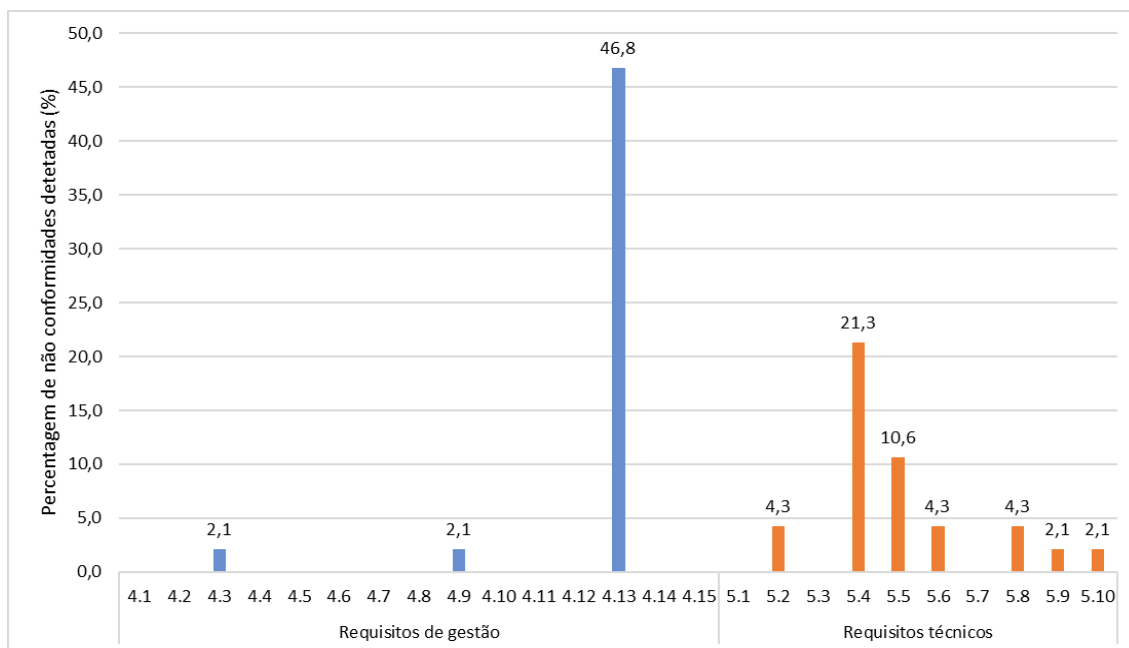
Tabela 6 - Tratamento da não conformidade 1101/Q/Dez2019 da auditoria técnica realizada no dia 12 de dezembro de 2019 ao método analítico PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.

Origem	Laboratório de Química
Número da NC	1101
Mês	Dezembro
Tipo	1
Subtipo	2
Risco/Gravidade	Menor
Assunto	Constatações das auditorias técnicas (métodos): PAFQ.006 Determinação de sulfitos, exp. SO ₂ . Monier-Williams. Controlo de reagentes
Descrição da NC	Não foi evidenciado o certificado do lote n.º 19G024032 do etanol absoluto utilizado pela analista (2019-12-18).
Análise de causas	Aquando da abertura deste lote em 2019-08-28, a analista que abriu o lote esqueceu-se de verificar a existência do certificado de lote (2020-01-07).
Correção	Efetuar o pedido do certificado de lote em falta no impresso IQ.139 – implementação imediata (2020-01-07).
Ação corretiva	Atualizar o impresso IQ.197 com uma coluna que questione a existência do certificado de lote. Esta coluna evitará que as analistas se esqueçam de verificar a existência do certificado de lote – implementação imediata (2020-01-07).
Verificação da eficácia	a) Certificado do lote em falta; b) Impresso IQ.197 atualizado de acordo com o definido na ação corretiva (prazo de uma semana).
Eficácia	a) b) OK (2020-01-08, 2020-01-23).

3.3. Oportunidades de melhoria

De forma a facilitar a identificação de oportunidades de melhoria no laboratório realizou-se um estudo das não conformidades detetadas e a incidência nos diferentes requisitos do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025. Assim, elaborou-se uma

representação gráfica (Figura 21) que distribui as não conformidades detetadas, em percentagem, pelos diferentes requisitos.



Legenda:

- | | |
|---|---|
| 4.1 Organização | 5.1 Generalidades |
| 4.2 Sistema de gestão | 5.2 Pessoal |
| 4.3 Controlo dos documentos | 5.3 Instalações e condições ambientais |
| 4.4 Análise de consultas, propostas e contratos | 5.4 Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos |
| 4.5 Subcontratação de ensaios e calibrações | 5.5 Equipamento |
| 4.6 Aquisição de produtos e serviços | 5.6 Rastreabilidade das medições |
| 4.7 Serviço ao cliente | 5.7 Amostragem |
| 4.8 Reclamações | 5.8 Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar |
| 4.9 Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme | 5.9 Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração |
| 4.10 Melhoria | 5.10 Apresentação dos resultados |
| 4.11 Ações corretivas | |
| 4.12 Ações preventivas | |
| 4.13 Controlo de registos | |
| 4.14 Auditorias internas | |
| 4.15 Revisões pela gestão | |

Fig. 21 - Representação gráfica da distribuição das não conformidades, em percentagem (%), pelos diversos requisitos da NP EN ISO/IEC 17025.

Através da observação da representação gráfica é possível concluir que se registou uma maior percentagem (46,8 %) de não conformidades que não obedeciam ao requisito de gestão 4.13 relativo ao controlo de registos, nomeadamente registos técnicos (reagentes e equipamento). O requisito 5.4 não foi cumprido em 21,3 % das não conformidades e 10,6 % não cumpriam com o estabelecido no requisito técnico 5.5 relativo ao equipamento. Tendo em conta a adoção da melhoria contínua, estas não

conformidades identificadas nas auditorias realizadas devem ser vistas como uma oportunidade de melhoria.

Assim, tendo em conta as não conformidades registadas e a maior incidência no controlo de registos, nomeadamente no controlo de reagentes, registos de manutenção e verificação de equipamento, considera-se importante a realização de formações periódicas e a sensibilização das analistas para as não conformidades detetadas.

4. Conclusões

A acreditação de um laboratório segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025 permite a demonstração e o reconhecimento da competência técnica para a realização de ensaios. Permite, ainda, uma uniformização, facilitando a internacionalização do laboratório, bem como a cooperação e partilha de informação entre laboratórios e outros organismos que também utilizem este referencial normativo.

Um dos requisitos definidos na NP EN ISO/IEC 17025 é a realização periódica de auditorias internas às atividades realizadas no laboratório, de forma a avaliar se as suas atividades estão de acordo com o SGQ implementado e em conformidade com a referida norma. Este tipo de auditorias é fulcral na melhoria do desempenho dos laboratórios e possibilita a identificação de não conformidades e a posterior tomada de medidas corretivas.

Relativamente às auditorias técnicas realizadas, verificou-se uma maior incidência no não cumprimento do requisito de gestão relativo ao controlo de registos e dos requisitos técnicos relativos aos métodos de ensaio e calibração e validação de métodos e equipamentos. Durante o trabalho desenvolvido surgiram algumas dificuldades devido à situação pandémica por *COVID-19* e à interrupção do trabalho durante o período de estado de emergência implementado pelo governo. Desta forma, tornou-se impossível finalizar o tratamento de todas as não conformidades, pelo que algumas ainda estão a ser tratadas pelo departamento da qualidade.

Numa situação normal, as não conformidades registadas seriam resolvidas de imediato, o que devido à situação pandémica se tornou um processo mais demorado. Contudo, as não conformidades foram todas menores, pelo que não têm qualquer impacto quer para o cliente quer nas atividades da *Silliker Portugal, S.A* [47].

Através desta ferramenta é possível garantir a melhoria contínua, a evolução e a verificação da eliminação de causas das não conformidades detetadas. A sua periodicidade é importante na medida em que permite detetar e controlar erros que, não sendo detetados atempadamente, podem afetar a qualidade dos resultados gerados. Assim, a realização de auditorias periódicas é um fator essencial e que permite à *Silliker Portugal, S.A* obter a excelência no trabalho que desenvolve.

5. Referências

- [1] Editideias - Edição e Produção Lda., “Segurança e Qualidade Alimentar,” *N. 01*, 2006.
- [2] Global Food Safety Resource, “Accreditation for food testing laboratories.” [Online]. Available: <https://globalfoodsafetyresource.com/food-laboratory-accreditation/>. [Acesso: 01-Jan-2020].
- [3] Silliker Portugal S.A, “Manual da Qualidade,” 2019.
- [4] Mérieux NutriSciences, “Mérieux NutriSciences International Network.” [Online]. Available: <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/international-network>. [Acesso: 11-Jan-2020].
- [5] Mérieux NutriSciences, “Scientific Roots.” [Online]. Available: <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/en/article/scientific-roots>. [Acesso: 06-Jun-2020].
- [6] Mérieux NutriSciences, “About Mérieux NutriSciences.” [Online]. Available: <https://www.merieuxnutrisciences.com/corporate/en/article/about-merieux-nutrisciences>. [Acesso: 06-Jun-2020].
- [7] Associação Industrial Portuguesa (AIP), “Projecto Qualidade/Regioes – Têxtil e Vestuário,” 2006.
- [8] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP EN ISO 9000:2015 Sistemas de gestão da qualidade. Fundamentos e vocabulário,” 2015.
- [9] Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer, “Guia para a Qualidade Organizacional,” *Sist. Gestão da Qual.* - SGQ, pp. 1–22, 2012.
- [10] C. Freitas, “Gestão da qualidade 5°,” pp. 1–96, 2009.
- [11] L. C. Barçante, “Qualidade Total: Uma Visão Brasileira,” pp. 8–16, 1992.
- [12] D. A. Garvin, “Eras da Qualidade,” 1992.
- [13] S. S. Machado, “Gestão da Qualidade,” 2012.

- [14] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “Instituto Português da Qualidade,” 1999.
- [15] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “Metrologia.” [Online]. Available: <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/apresentacao/Pages/Metrologia.aspx>. [Acesso: 14-Jun-2020].
- [16] Conselho Nacional da Qualidade, “Proposta de Política Nacional da Qualidade,” 1991.
- [17] Instituto Português de Acreditação (IPAC), “Questões Frequentes.” [Online]. Available: <http://www.ipac.pt/faqs/faqs.asp>. [Acesso: 31-Jan-2020].
- [18] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM),” 2012.
- [19] Instituto Português de Acreditação (IPAC), “OGC001 Guia Para a Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025,” pp. 1–21, 2010.
- [20] Instituto Português de Acreditação (IPAC), “OGC002 Guia para a acreditação de laboratórios químicos,” 2011.
- [21] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP EN ISO/IEC 17025:2005/AC Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração.”
- [22] Silliker Portugal S.A, “PCQ.04 Controlo da Qualidade,” 2019.
- [23] RELACRE Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, *Guia RELACRE 13 Validação de Métodos Internos de Ensaio em Análise Química*. 2000.
- [24] I. C. da S. de Moraes, “Gestão da qualidade total,” *Coleção gestão da Prod. e Qual.*, vol. 7, p. 75, 2006.
- [25] RELACRE Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, *Guia RELACRE 3 Validação de resultados em laboratórios químicos*. 1996.
- [26] RELACRE Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, “Guia RELACRE 7 Ensaio Interlaboratoriais em Química,” 1996.
- [27] ANVISA Agência Nacional de Vigilância Sanitária; SENAI Serviço Nacional de


Aprendizagem Industrial, “Guia para Qualidade em Química Analítica,” 2005.

- [28] D. Harvey, “Modern analytical chemistry,” *McGraw-Hill High. Educ.*, p. 368, 2000.
- [29] RELACRE Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, *Guia Relacre 9 Alguns exemplos de cartas de controlo em laboratórios de análise química*. 1998.
- [30] Mérieux NutriSciences, “AS-SOP-008 Statistical Process Control Charting Chemistry,” 2016.
- [31] Silliker Portugal S.A, “PGQ.17 Resultados Analíticos,” 2020.
- [32] Silliker Portugal S.A, “PGQ.13 Auditorias Internas,” 2015.
- [33] The National Computing Centre Limited, “Internal Quality Audits : What They Are and How To Carry Them Out,” *Quality*, vol. 10296, no. 2, 1996.
- [34] RELACRE Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal, “Guia RELACRE 2 Auditorias Internas de Laboratórios Químicos,” 1995.
- [35] Silliker Portugal S.A, “PAFQ.006 Determinação de sulfitos, expresso em SO₂. Método Monier-Williams.”
- [36] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP ISO 5984:2014 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta,” 2014.
- [37] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP 2930:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway,” 2009.
- [38] Silliker Portugal S.A, “PAFQ.019 Determinação da humidade. Secagem por estufa e gravimetria.”
- [39] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP ISO 6492:2014 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. Soxhlet.,” 2014.
- [40] International Organization for Standardization (ISO), “ISO 3960:2017 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination,” 2017.

- [41] Silliker Portugal S.A, “PAFQ.098.1 Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo),” 2016.
- [42] Silliker Portugal S.A, “PAFQ.140.0 Determinação do peso líquido escorrido em conservas,” 2016.
- [43] Silliker Portugal S.A, “PAFQ.139.1 Determinação do teor de cafeína por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC),” 2019.
- [44] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP 453:2002 Leite. Ensaio preliminares de análise. Provas de fervura e do álcool,” 2002.
- [45] Instituto Português da Qualidade (IPQ), “NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência,” 2008.
- [46] Silliker Portugal S.A, “IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes,” 2019.
- [47] Silliker Portugal S.A, “PGQ.05 Gestão das não conformidades,” 2019.

6. Anexos

Anexo 1 – PAFQ.006

ITEM	C	NC	NA	Comentários	Número NC
 <p style="text-align: center;">RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>					
<p>Método: PAFQ.006 Determinação de sulfitos, exp. SO2. Monier-Williams.</p> <p>Data da auditoria: 2019-12-12</p> <p>Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo</p> <p>Data da elaboração do relatório: 2019-12-12</p>					
Controlo documental: Procedimento interno A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) Existe em suporte papel? Revisão? C) Está devidamente controlado?	X			A) Sim. PAFQ.006.2 Determinação de sulfitos, exp. SO2. Monier-Williams. B) Sim. PAFQ.006.2 Determinação de sulfitos, exp. SO2. Monier-Williams. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas (2019-04-04).	
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 ?	X			A) Sim. B) Sim, PAFQ.006.2 Determinação de sulfitos, exp. SO2. Monier-Williams. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2018-10-15 pelo André.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2019/123362	

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p>			<p>X</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>	<p>X (D)</p>	<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2019-12-10 pela Erika. B) Não C) Ambiente. D1) Não foi evidenciado o cumprimento do definido no parágrafo 6.3.7 Amostras para a determinação de sulfitos: "Por ser um agente antioxidante o dióxido de enxofre tem tendência a oxidar-se com facilidade, pelo que as amostras devem ser conservadas refrigeradas e ao abrigo da luz, após a sua receção." As amostras secas, como por exemplo as bolachas, são conservadas à temperatura ambiente após a receção. D2) Não foi evidenciado no parágrafo 6.12 Cereais, leguminosas e derivados, a metodologia para a preparação de bolachas. E) Sim. Não. F) Sim, foi congelada no frigorífico 35H.</p>	<p>1094/Q/Dez2019</p>

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A) Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia definida no parágrafo 6.4.4 Ensaio de recuperação: "Diariamente efetuar um ensaio de recuperação em função do teor esperado de SO₂, adicionando à amostra a solução de fortificação de HMS (6.2.19)." Constatou-se que o ensaio de recuperação não foi realizado numa amostra, mas sim com água. B) NA.</p>	<p>1095/Q/Dez2019</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim. IQ.189.2A Cálculo do teor de sulfitos, expresso em SO₂ - Método de Monier-Williams e IQ.189.0B Registo dos ensaios em branco. B) Não. C) Sim, IQ.189.2A Cálculo do teor de sulfitos, expresso em SO₂ - Método de Monier-Williams - validado em 2019-11-19.</p>	
<p>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 seja 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?</p>		<p>X</p>		
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Em cada série de trabalho deve ser realizado um ensaio de recuperação, como definido no parágrafo 6.4.4 Ensaio de recuperação. % Recuperação Formaldehyde-sodium bisulfite (PR1231-NOV18). B) NA. C) NA D) NA</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Termohigrómetro 11X: Laboratório de Mia Termohigrómetro 11L: Sala de pesagens Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>Frigorífico 35H (C) A) 35H (C) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - os registos não se encontram atualizados. Último registo efetuado em 2019-12-10. G1) NA G2) NA H) Mensal: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - último registo efetuado em 2019-11-18 - registos atualizados. Anual (escovagem traseira): verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - escovagem realizada em 2019-01-08 - registo atualizado. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191L (associada ao frigorífico 35H (C)) A) 191L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas.</p>	<p>1096/Q/Dez2019 1097/Q/Dez2019</p>

<p>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?</p>		<p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191J: sonda 102L calibrada pelo EIA em 2018-03-14, certificado de calibração n.º CL-470617-10 emitido em 2018-03-14. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-20±2)°C em 2019-02. Próxima verificação: 2020-02. 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.</p> <p>Frigorífico 35A (R) A) 35A (R) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-02-12, certificado de calibração n.º ES-2422TP-19 emitido em 2019-02-22. Apto em 2019-03-06. Próxima calibração a 2020-02. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), os registos não se encontram atualizados. Último registo efetuado em 2019-12-09. Constatou-se que a localização do equipamento descrita no impresso não está atualizada. G1) NA G2) NA H) Mensal: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - último registo efetuado em 2019-09-09 - os registos não se encontram atualizados. Anual (escovagem traseira): verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - não foi evidenciada esta manutenção. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191J (associada ao frigorífico 35A (R)) A) 191J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191J: sonda 102D calibrada pelo EIA em 2018-10-08, certificado de calibração n.º CL-19968TP-18 emitido em 2018-10-22. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-10. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (4±2)°C em 2019-06. Próxima verificação: 2020-06. 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. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21.</p>	
---	--	--	--

			<p>H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Mantas de aquecimento 270 (utilizada na amostra) e 27N (utilizada no DPCS)</u> A) 270 e 27 N B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>x</p>		<p><u>Bureta calibrada de 25 ml (G)</u> A) Bureta de 25 ml (G) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.2 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Bureta calibrada pela Normalab em 2017-03-20, certificado de calibração n.º 39328 emitido em 2017-03-20. Apto em 2017-03-21. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Micropipeta de 82AL</u> A) 82AL B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	

<p>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?</p>			<p>E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.1 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibrada pela FRILABO em 2019-10-03, certificado de calibração n.º 19-10-03/08279 emitido em 2019-10-03. Apto em 2019-10-09. Próxima calibração a 2020-01. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas do dia 12 de dezembro de 2019 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim.</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x		<p>Balança 38C A) 38C B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4404MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 12 de dezembro de 2019 - 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.</p> <p>Balança 2D A) 2D B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p>	

<p>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?</p>		<p>F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4416MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 12 de dezembro de 2019 - 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.</p> <p>Massa 183</p> <p>A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76</p> <p>A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
---	--	--	--

		<p>Massa 68</p> <p>A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26186MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 135</p> <p>A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	x	<p><u>Caudalímetro 212</u> A) 212 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) NA F) Constatou-se que a analista efetuou o ajuste definido na etiqueta relativa à calibração (IQ.146.3), ou seja, regulou o fluxo na marca do caudalímetro (180 ml/min) para se obter (200±60)ml/min, no entanto os valores do fluxo registados no impresso IQ.189.2A (início e fim da destilação) não corresponderam aos fluxos evidenciados nos caudalímetros. G) Equipamento calibrado pela EIA em 2019-02-13, certificado de calibração n.º CL-4020CD-19, emitido em 2019-02-28. Próxima calibração 2020-02. Não é evidenciada a data e o responsável pela aceitação da calibração externa. G1) Verificada a etiqueta IQ.146.3, constatou-se que esta não está de acordo com o definido no certificado de calibração. Este equipamento foi apto com o seguinte ajuste: regular o fluxo a 150 ml/min para se obter (200±60) ml/min. A etiqueta indica que a analista deve regular o fluxo na marca indicada no caudalímetro. Constatou-se que a marca não corresponde ao fluxo de 150 ml/min. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) NA H1) NA H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Caudalímetro 214</u> A) 214 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) NA F) Constatou-se que a analista efetuou o ajuste definido na etiqueta relativa à calibração (IQ.146.3), ou seja, regulou o fluxo na marca do caudalímetro (= 180 ml/min) para se obter (200±60)ml/min, no entanto os valores do fluxo registados no impresso IQ.189.2A (início e fim da destilação) não corresponderam aos fluxos evidenciados nos caudalímetros. G) Equipamento calibrado pela EIA em 2019-02-13, certificado de calibração n.º CL-4018CD-19, emitido em 2019-02-28. Próxima calibração 2020-02. Não é evidenciada a data e o responsável pela aceitação da calibração externa. G1) Verificada a etiqueta IQ.146.3, constatou-se que esta não está de acordo com o definido no certificado de calibração. Este equipamento foi apto com o seguinte ajuste: regular o fluxo a 150 ml/min para se obter (200±60) ml/min. A etiqueta indica que a analista deve regular o fluxo na marca indicada no caudalímetro. Constatou-se que a marca não corresponde ao fluxo de 150 ml/min. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) NA H1) NA H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Chiller 155A</u> A) 155A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos.</p>	<p>1098/Q/Dez20 19 1099/Q/Dez20 19 1100/Q/Dez20 19</p>
--	---	---	---	--

			<p>D) Sim. E) Não foi evidenciado o procedimento relativo à utilização, calibração, verificação e manutenção deste equipamento. F) O procedimento indica que este equipamento deve estar regulado a uma temperatura de 10°C. Constatou-se que o equipamento se encontrava regulado a 13,5°C. G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA I1) NA J) NA J1) NA</p> <p><u>Conta-minutos 59BF</u> A) 59BF B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59BF: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2019-10-16, certificado n.º CL-26183TM-19, emitido em 2019-10-21. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-11-11. Constatou-se que a verificação foi efetuada nos tempos de 00h00m30s, 00h01m00s, 00h05m00s, 00h30m00s, 01h00m00s, 01h30m00s, tendo a analista utilizado este equipamento para o tempo de 02h00m00s. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11L (Sala de pesagens MIA)</u> A) 11L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2019-12-12 (manhã): temperatura de 20,9°C e humidade 47%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11L: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado.</p>	
--	--	--	--	--

		<p>H) Equipamento verificado a $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11X (Laboratório de MIA)</u> A) 11X B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2019-12-12 (manhã): temperatura de $21,9^{\circ}\text{C}$ e humidade 45%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$ em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u> A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2019-12-10 (manhã): temperatura de $16,7^{\circ}\text{C}$ e humidade 55%; - 2019-12-10 (tarde): temperatura de $18,8^{\circ}\text{C}$ e humidade 54%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a $(22,5\pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
--	--	---	--

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>x</p>	<p>x</p>	<p>A1) <u>Ácido clorídrico (H7)</u></p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-12-05.</p> <p>Validade: 2024-07-18</p> <p>Analista: Débora Nogueira</p> <p>B) Lote n.º 19G254015. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) <u>Vermelho de metilo (E3)</u></p> <p>A1.1) Lote n.º 10206231. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2018-06-05.</p> <p>Validade: 2023-06-05</p> <p>Analista: Célia Almeida</p> <p>B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) <u>Etanol absoluto (D9)</u></p> <p>A1.1) Lote n.º 19H274020 e lote n.º 19G024032 (utilizado na preparação da solução de fenolfaleína 1% em 2019-09-16). Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-12-12.</p> <p>Validade: 2024-08-26</p> <p>Analista: Joana Rangel</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19H274020.</p> <p>Não foi evidenciado o certificado do lote n.º 19G024032.</p> <p>A1) <u>Hidroximetilsulfonato de sódio (HMS) (F313)</u></p> <p>A1.1) Lote n.º MKBX4159V. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2017-06-28.</p> <p>Validade: 2023-06-28</p> <p>Analista: Laura Sousa</p> <p>B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) <u>Hidróxido de sódio (B4)</u></p> <p>A1.1) Lote n.º 19F124126. Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-11-19.</p> <p>Validade: 2022-05-23</p> <p>Analista: Mafalda.</p> <p>B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) <u>D-manitol (F314)</u></p> <p>A1.1) Lote n.º 10201558. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2017-06-28</p> <p>Validade: 2022-06-28</p>	<p>1101/Q/Dez2019</p> <p>1102/Q/Dez2019</p> <p>1103/Q/Dez2019</p> <p>1104/Q/Dez2019</p> <p>1105/Q/Dez2019</p>
---	----------	----------	---	---

			<p>B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Hidrogenofosfato de sódio heptahidratado (C20) A1.1) Lote n.º 1366C013. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2017-06-28 Validade: 2020-05-31 Analista: Laura. B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Peróxido de hidrogénio (F300) A1.1) Lote n.º K51180987. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-11-04 Validade: 2024-10-03 - A analista considerou a data de validade do reagente com base na data da primeira abertura do lote (2019-10-03), ou seja, 5 anos. Não foi considerada a data de validade definida no certificado de lote, 2021-02-28. Analista: Joana Rangel. B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Hidrogenoftalato de potássio (C16) A1.1) Lote n.º 15G010003. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2017-11-16 Validade: 2019-09 - Este reagente encontrava-se fora de validade. Analista: Diana. B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Fenolftaleína (E7) A1.1) Lote n.º 0000.442511. Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2015-04-15 Validade: 2019-05 - Este reagente encontrava-se fora de validade. Analista: Isabel Pontes. B) Verificado o certificado de lote.</p> <p>A2) Solução de etanol a 5% A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) Solução de vermelho de metilo a 0,05% em etanol a 96% Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-09-30. A2.2) Válida até 2019-12-30. A2.3) Joana Rangel A2.4) Sim.</p>	
--	--	--	--	--


		<p>A2) <u>Solução de diluição (0,04 M Na₂HPO₄·7H₂O + 0,10 M C₆H₁₄O₆)</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-05-09. A2.2) Válida até 2020-05-09. A2.3) Joana Rangel. A2.4) Sim.</p> <p>A2) <u>Solução de fenolftaleína 1%</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-09-16. A2.2) Válida até 2019-12-16. A2.3) Isabel Pontes. A2.4) Sim.</p> <p>A2) <u>Solução de hidróxido de sódio, 0,1N</u> Não foi verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-12-09. A2.2) Válida até 2020-01-09. A2.3) Eliana. A2.4) Sim. A3) Sim, verificado o impresso IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio - os registos encontram-se atualizados. A3.1) Sim. Data de padronização: 2019-12-09. A3.2) Data de validade da padronização: 2019-12-16. A3.3) Eliana. A3.4) Sim.</p> <p>A2) <u>Solução de peróxido de hidrogénio a 3%</u> A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) <u>Solução de ácido clorídrico (1+2) v/v</u> A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) <u>Solução de hidróxido de sódio, 0,01 N</u> A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) <u>Solução de fortificação HMS</u> A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p>	
--	--	---	--

<p>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.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2019/119130. B) Impresso IQ.189.2A Cálculo do teor de sulfitos, expresso em SO2. Método Monier-Williams. C) Boletim analítico n.º 129538/EGI/19</p>	
<p>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")?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.189.2A Cálculo do teor de sulfitos, expresso em SO2. Método Monier-Williams (2019-12-04). C) Sim, ensaio de recuperação: % Recuperação Formaldehyde-sodium bisulfite (PR1231-NOV18). D) Não. A analista realizou o ensaio em 11 amostras, não tendo realizado nenhuma amostra em duplicado.</p>	<p>1106/Q/Dez2019</p>
<p>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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Constatou-se que o resultado deste DPCS apenas foi colocado no zeta no dia 2019-12-12. O resultado obtido, 87,1%, encontrava-se fora do critério de aceitação definido, 87,7% a 93,6%. A2) O critério de aceitação definido no impresso IQ.106 Registo de resultados - ZETA (87,7 a 93,6%), não está de acordo com o critério de aceitação definido no parágrafo 6.6 Controlo da qualidade do procedimento PAFQ.006 (80 a 110%). B) NA C) Não foi evidenciado o registo da não conformidade para o resultado de DPCS obtido fora de limites no dia 2019-12-04.</p>	<p>1107/Q/Dez2019</p>

<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	x		<p>A) Sim, 47,3 mg/kg.</p>	
<p>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?</p>	x		<p>A)</p> <p><u>Teor de sulfitos na amostra, expresso em gramas de SO₂ por kg é dado pela fórmula:</u></p> $SO_2 \text{ (mg/kg)} = [(V_t \times N \times 32,03)/M_t] \times 1000$ <p>Em que, V_t é o volume de hidróxido de sódio 0,01 N ou 0,1 N gasto na titulação, expresso em mililitros; N é o título da solução de hidróxido de sódio 0,01 N ou 0,1 N, expresso em normalidade; M_t é a massa da toma, expressa em gramas.</p> $SO_2 \text{ (mg/kg)} = [(V_t \times N \times 32,03)/M_t] \times 1000$ $= [4,60 \times 0,01001 \times 32,03]/31,204 \times 1000$ $= 47,26 \approx 47,3$ <p>A1) Sim, 47 mg/kg.</p> <p>B) Sim, o resultado apresenta-se arredondado às unidades e expresso em mg/kg .</p>	

<p>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 vitæ (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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.0 Plano de formação do pessoal técnico. A2) Não. Verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções, constatou-se que as funções descritas não estão atualizadas, pois a analista Joana Rangel não é atualmente técnica do laboratório de físico-química - Águas. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05. A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-13. Não é evidenciado no currículo a competência para a técnica realizada. A6) - SOS Colunas, em 2019-10-03; - Novos impressos para as soluções de calibração, em 2019-10-11; - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) NA A9) Sim B) Sim verificado o impresso IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2018-01-31.</p>	<p>1108/Q/Dez2019 1109/Q/Dez2019</p>
<p>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?</p>	<p>X</p>	<p></p>	<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos ecis: - 2019-01: Bipea_white wine vinegar - amostra n.º 2019/006975 - Resultado aceitável; - 2019-02: Bipea_red wine - amostra n.º 2019/015106 - Resultado aceitável; - 2019-02: Bipea_sparkling wine - amostra n.º 2019/015108 - Resultado aceitável; - 2019-04: Fapas_prawn - amostra n.º 2019/031678 - Resultado aceitável. B) NA.</p>	<p></p>
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 2 – NP ISO 5984

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP ISO 5984 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta	
					Data da auditoria: 2020-01-07 a 2020-01-08 Auditor(a): Líliliana Silva e Mariana Patoilo Data da elaboração do relatório: 2020-01-10	
ITEM	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?	X			A) Sim. ISO 5984 (PT) 2002 Cor.1 2005 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta. B) Sim. ISO 5984 (PT) 2002 Cor.1 2005 Alimentos para animais. Determinação da cinza bruta. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 1. Alimentos para animais - Normas várias (2019-06-13).		
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			A) Sim. B) Sim, ISO 5984 (PT) 2002 Cor.1 2005 Determinação da cinza bruta. Alimentos para animais. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-11-30, pela Líliliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2791593		

<p>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?</p>			<p>X</p>		
---	--	--	----------	--	--

<p>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?</p>	X		<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-01-06 pela Cristina. B) Não. C) Ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Não.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>A) Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia: "Transferir a cápsula para a mufla elétrica, previamente aquecida a 550°C e deixar calcinar durante 3h. Findo este intervalo de tempo, inspecionar visualmente se a cinza está isenta de partículas de carbono. No caso de existirem ainda partículas de carbono deixar as cápsulas na mufla durante mais 1h. Se as partículas de carbono ainda forem visíveis, ou se existirem dúvidas acerca da sua presença, deixar arrefecer a cinza, humedecer com água destilada e evaporar lentamente até à secura numa estufa a 103°C. Em seguida colocar de novo a cápsula na mufla e aquecer durante mais 1h." Constatou-se que a amostra foi deixada a calcinar na mufla durante a noite, sendo este o tempo necessário para eliminar toda a matéria orgânica, pela experiência do laboratório. B) NA.</p>	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>		<p>A) Não, amostra rececionada no Nutria. B) NA C) NA</p>	
<p>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 seja 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?</p>		<p>X</p>		
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Infant cereal (PR021-NOV18) B) Preparado em 2020-01-06 pela Cristina. C) Válido até 2020-01-13. D) Siim, verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>		<p><u>Placa de aquecimento 51M</u> A) 51M B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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) NA H1) NA I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Mufia 34D</u> A) 34D B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	

<p>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?</p>		<p>E) Utilização e manutenção: PEQ.20.0 Muflas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4406TP-19 emitido em 2019-03-11. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso 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) H1) I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 123B (associada à mufla 34D) A) 123B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo EIA em 2019-06-05, certificado de calibração n.º CL-14686TP-19 emitido em 2019-06-05. Apto em 2019-06-11. Próxima calibração a 2020-06. Foi constatado no impresso IQ.113.1-D, que o n.º do certificado de calibração estava errado. O RQ foi alertado e procedeu-se à realização de um comentário no respetivo pdf . 2020-01-16, LF F1) NA G) Equipamento verificado a (550±10)°C em 2019-11. Próxima verificação: 2020-11. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
---	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			<p>X</p>		
---	--	--	----------	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	<p>Balança 2F A) 2F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4418MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 7 de janeiro de 2020 e 8 de janeiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK.</p>	
--	---	---	--

			<p>H1) NA. I) Sim. I1) Não</p> <p><u>Massa 75 (100g)</u> A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 135 (5mg)</u> A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	<p>Hotte 44G A) 44G B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA. H) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar - Hottes e câmaras de fluxo laminar- verificação realizada no dia 2020-01-08. H1) NA H2) IQ.08.1 - impresso validado em 2017-06-21. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ) A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-07 (manhã): temperatura de 21,2°C e humidade 27%; -2020-01-07 (tarde): temperatura de 21,2°C e humidade 26%; -2020-01-08 (manhã): temperatura de 21,2°C e humidade 29%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ) A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-07 (manhã): temperatura de 22,2°C e humidade 31%; - 2020-01-07 (tarde): temperatura de 21,8°C e humidade 30%;</p>	
--	---	---	--

		<p>-2020-01-08 (manhã): temperatura de 21,8°C e humidade 30%;</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p> <p>H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.</p> <p>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.</p> <p>I) NA.</p> <p>I1) NA.</p> <p>J) Sim.</p> <p>Termohigrómetro 11J (SPA)</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>F) Foi verificado no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade:</p> <p>- 2020-01-06 (manhã): temperatura de 16,2°C e humidade 52%;</p> <p>- 2020-01-06 (tarde): temperatura de 18°C e humidade 49%;</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p> <p>H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.</p> <p>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.</p> <p>I) NA.</p> <p>I1) NA.</p>	
--	--	---	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139</p> <p>Pedido dos certificados de lote em falta?</p>			<p style="text-align: center;">X</p>	
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>	<p style="text-align: center;">X</p>		<p>A) Sim, VM.032.0, emitido em 2016-03-03.</p> <p>B) NA</p>	

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.	X		A) Amostra n.º 2019/130625 B) Impresso IQ.90.5A Determinação da cinza. C) Boletim analítico n.º 137544/EGI/19	
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")?	X		A) NA B) Sim, verificado no impresso Impresso IQ.90.5A Determinação da cinza (2019-12-26). C) Sim, Infant cereal (PR021-NOV18). D) Sim, nesta série de trabalho apenas foi realizada esta amostra, tendo sido realizada 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?	X		A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2019-12-27. B) Sim, verificado o Chemistry Control Chart Calculation Form do dia 2019-03-08. RSD máximo 2% - RSD obtido 1,53%. C) NA.	

<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	X		<p>A) Sim, 22,1 g/100g.</p>	
<p>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?</p>	X		<p>A)</p> <p><u>Cinza bruta na amostra, expressa em g/100g</u></p> <p>Resultado (g/100g) = $[(M2 - M0) / M1] \times 100$</p> <p>Em que, M0 é a massa da cápsula vazia, expressa em gramas; M1 é a massa da toma, expressa em gramas; M2 é a massa da cápsula e da cinza bruta, expressa em gramas</p> <p>Resultado (g/100g) = $[(M2 - M0) / M1] \times 100$ = $[(30,7020 - 29,5411) / 5,2630] \times 100$ = 22,0578</p> <p>Resultado (g/100g) = $[(M2 - M0) / M1] \times 100$ = $[(32,4267 - 31,1876) / 5,5955] \times 100$ = 22,1446</p> <p>Como o critério de repetibilidade é cumprido (2%) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (g/100g) = média dos resultados</p>	

<p>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 vitæ (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?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-03. A6) - Novas revisões do impresso IQ.45 e do procedimento PEQ.49, em 2019-07-18. - Semana Silliker, Team Building, em 2019-09-10. - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Não, competência adquirida antes de junho de 2012. PGQ.01: "Nota 1: As datas de validação de competências anteriores à atualização do impresso IQ.26 Lista de competências (Junho de 2012), não são possíveis de registar. Todas as competências validadas numa data posterior a Junho de 2012 são registadas."</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos ecI's: - 2019-05: Bipea_A.A - amostra n.º 2019/039940 - Resultado aceitável; - 2019-09: Bipea_A.A - amostra n.º 2019/097305 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 3 – NP 2930

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP 2930 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total	
					Data da auditoria: 2020-01-14 Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo Data da elaboração do relatório: 2020-01-15	
ITEM	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?	X			A) Sim. NP 2930:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway. B) Sim. NP 2930:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 1. Normas - Todas as matrizes (2019-06-17).		
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			A) Sim. B) Sim, NP 2930:2009 Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-12-02, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/000006		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	X		<p>A) Congelação a -18±3°C na câmara frigorífica 20B(2). B) Sim. Não. C) Sim. Não. D) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-01-14 pela Erika. E) Não. F) Não, a amostra foi entregue diretamente à analista.</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>		X		

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>A) Sim. B) NA.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X		<p>A) Sim, impresso IQ.23.0AE Determinação de ABVT Pescado e derivados NP 2930 e IQ.124.0D Padronização do ácido clorídrico. B) Não C) Sim, impresso IQ.23.0AE validado em 2017-02-02 e IQ.124.0D validado em 2015-09-03.</p>	
<p>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 seja 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?</p>			X	
<p>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?</p>	X	X (B; D)	<p>A) Canned Fish (PR1181-NOV18) B) A etiqueta que se encontrava nos tubos apenas tinha a data de preparação (2019-11-28). Em falta encontra-se a rastreabilidade à analista que preparou o DPCS. C) NA D) Não. Verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS constatou-se que não foi registada a preparação deste DPCS.</p>	1133/Q/Fev2020

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>		<p><u>Câmara frigorífica 20B(2)</u> A) 20B(2) B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), constatou-se que não foram efetuados os registos nos dias 13, 14, 15 e 16 de janeiro à tarde. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - Última manutenção realizada a 29 de maio de 2019 (verificação semestral) H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Sonda 191CI (associada à câmara frigorífica 20B(2))</u> A) 191CI B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191CI: sonda 102D calibrada pelo EIA em 2019-10-24, certificado de calibração n.º CL-27633TP-19 emitido em 2019-10-24. Apto em 2019-10-30. Próxima calibração a 2020-10. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p>	<p>1134/Q/Fev2020</p>

<p>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?</p>		<p>G) Equipamento verificado a (-18±3)°C, em 2019-12. Próxima verificação: 2020-12 G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Frigorífico 152W A) 152W B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), constatou-se que não foram efetuados os registos nos dias 13, 14 e 15 de janeiro à tarde. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento, os registos encontram-se atualizados - Última manutenção em 2019-12-20 (mensal). H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191CC (associada ao frigorífico 152W) A) 191CC B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191CC: sonda 102D calibrada pelo EIA em 2018-10-08, certificado de calibração n.º CL-19968TP-18 emitido em 2018-10-22. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-10. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (3±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01, G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impressos IQ.259.1 e IQ.260.1 validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Estufa 14G A) 14G B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	
---	--	--	--

		<p>E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Calibrado pelo EIA em 2019-05-07, certificado de calibração n.º ES-10729TP-19 emitido em 2019-05-21. Apto em 2019-05-22. Próxima calibração a 2020-05.</p> <p>F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA.</p> <p>F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), os registos encontram-se atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Sonda 123L (associada à estufa 14G)</p> <p>A) 123L</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123L: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2018-10-18, certificado de calibração n.º CL-20245TP-18 emitido em 2018-10-25. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (40±1)°C em 2019-06. Próxima verificação: 2020-06.</p> <p>G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.</p> <p>G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	
--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	<p><u>Micropipeta 82AK</u> A) 82AK B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.1 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibrada pela FRILABO em 2019-12-06, certificado de calibração n.º 19-12-06/04040 emitido em 2019-12-06. Apto em 2019-12-10. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas do dia 14 de janeiro de 2020 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não</p>	
---	---	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>Balança 38A A) 38A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-07, certificado n.º CL-4405MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 14 de janeiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75.</p>	
--	----------	---	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 68 (500g)</u></p> <p>A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26186MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p><u>Conta-minutos 59AL</u> A) 59AL B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59AL: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-10. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.18 Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-02-28. Constatou-se que a verificação foi efetuada no tempo de 01h30m00s. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-14 (manhã): temperatura de 19,8°C e humidade 37%; - 2020-01-14 (tarde): temperatura de 20,4°C e humidade 39%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ)</u> A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-14 (manhã): temperatura de 20,3°C e humidade 42%; - 2020-01-14 (tarde): temperatura de 21,0°C e humidade 42%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p>	
--	----------	--	--

			<p>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.</p> <p>Termohigrómetro 11J (SPA) A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-14 (manhã): temperatura de 15,8°C e humidade 58%; - 2020-01-06 (tarde): temperatura de 17,6°C e humidade 59%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes A1.1) IQ.197. A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica? 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) Padrões secos e guardados em exsiccador A4.1) Nome</p>	<p>x</p>		<p>A1) Ácido clorídrico (H7) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2020-01-14 Validade: 2024-08-20 Analista: Célia Almeida B) Lote n.º 19H224012. Não foi encontrado o certificado de lote. Contudo, verificado o impresso IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta constatou-se que foi registado o pedido do certificado de lote em 2020-01-09 pela Mónica Ferreira.</p> <p>A1) Ácido tricloroacético (A8) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Não foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista. Validade: 2020-11-26 B) Verificado o certificado de lote n.º 19A184106.</p> <p>A1) Ácido bórico (A11) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-01-30 Validade: 2020-03 Analista: Fátima Santos B) Verificado o certificado de lote n.º 17D104131.</p> <p>A1) Hidróxido de sódio (B4) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-12-23</p>	<p>1135/Q/Fev20 20</p>

<p>A4.2) Data da realização da secagem A4.3) Data da validade da secagem A4.4) Rúbrica do analista A4.5) A etiqueta está atualizada? A5) 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?</p>		<p>Validade: 2022-05-23 Analista: Isabel Pontes B) Verificado o certificado de lote nº 19F124126.</p> <p><u>A1) Etanol absoluto (D9)</u> A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) NA B) Verificado o certificado de lote nº 19H274020.</p> <p><u>A1) Sulfato de amónio (C41)</u> A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2018-01-09 Validade: 2021-09 Analista: Lara Pimentel B) Verificado o certificado de lote n.º 659049</p> <p><u>A1) Verde de bromocresol (E10)</u> A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-03-08 Validade: 2021-12-31 Analista: Fátima Santos B) Verificado o certificado de lote nº 17L23714CB</p> <p><u>A1) Vermelho de metilo (E3)</u> A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2018-06-05. Validade: 2023-06-05 Analista: Célia Almeida B) Verificado o certificado de lote nº 10206231.</p> <p><u>A1) Carbonato de potássio (C35)</u> A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2018-05-10 Validade: 2022-08-29 Analista: Lara Pimentel B) Verificado o certificado de lote nº 18A024116.</p> <p><u>A2) Solução de ácido tricloroacético a 5% (m/v)</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2020-01-07 A2.2) Válida até 2020-02-07 A2.3) Lara Pimentel A2.4) Sim.</p> <p><u>A2) Solução de hidróxido de sódio 0,1N (utilizada na preparação da solução de ácido bórico com indicador).</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-12-16 A2.2) Válida até 2020-01-16 A2.3) Isabel Pontes A2.4) Sim.</p>	
--	--	--	--


			<p><u>A2) Solução de ácido clorídrico 0,1N - A Lara fez diluição</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2020-01-07. A2.2) Válida até 2020-02-07. A2.3) Fátima Santos. A2.4) Sim. A3) Sim. A3.1) Sim, verificado o impresso IQ.124.0D Padronização do Ácido Clorídrico. A3.1) Padronização: 2020-01-07. A3.2) Validade: 2020-01-14. A3.3) Analista: Fátima Santos. A3.4) Sim.</p> <p><u>A2) Solução de sulfato de amónio</u> A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p><u>A2) Solução Indicador ABVT</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-12-12 A2.2) Válida até 2020-03-12 A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p> <p><u>A2) Solução de ácido bórico com indicador</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-12-23. A2.2) Válida até 2020-01-23. A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p> <p><u>A2) Solução saturada de carbonato de potássio</u> Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC. A2.1) Preparação em 2019-12-23. A2.2) Válida até 2020-01-23 - A analista foi sensibilizada para estender a validade da solução de acordo com o definido no PGL.06 (soluções saturadas - validade de 6 meses). A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p>	
<p>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?</p>		<p>X</p>	<p>A) VM.006.1 emitido em 2013-05-31 - Não se encontra atualizado. B) NA</p>	<p>1136/Q/Fev2020</p>

<p>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.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2019/121002 B) Impresso IQ.23.0AE Determinação de ABVT Pescado e derivados NP 2930 C) Boletim analítico n.º 127919EGI/19</p>	
<p>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")?</p>	<p>X</p>		<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.23.0AE Determinação de ABVT Pescado e derivados NP 2930 (2019-12-06). C) Sim, Canned Fish (PR1181-NOV18). D) Sim.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2019-12-06. B) NA C) NA.</p>	

<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	X		A) Sim, 37,03 mg/100g.	
<p>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?</p>	X		<p>A) <u>Azoto básico volátil total, expresso em mg/100g</u> $\text{Resultado (mg/100g)} = [(21 \times (V2 - V0) \times \text{Cpadronização}) / ((V1 - V0) \times V3 \times M \times \text{Cteórica})] \times (100 + (M + \text{Humidade})/100)$ Em que, V0 é o volume da solução, expresso em mililitros, de ácido clorídrico gasto no ensaio em branco; V1 é o volume da solução, expresso em mililitros, de ácido clorídrico gasto no ensaio de controlo de difusão; V2 é o volume da solução, expresso em mililitros, de ácido clorídrico gasto no ensaio com a toma; V3 é o volume da solução, expresso em mililitros, do extrato da amostra utilizada na determinação; M é a massa, expressa em grama, da toma para análise; Cpadronização é a concentração, expressa em normal, da padronização do ácido clorídrico; Cteórica é a concentração, expressa em normal, teórica do ácido clorídrico; Humidade é a humidade, expressa em percentagem, da amostra.</p> $\text{Resultado (mg/100g)} = [(21 \times (V2 - V0) \times \text{Cpadronização}) / ((V1 - V0) \times V3 \times M \times \text{Cteórica})] \times (100 + (M + \text{Humidade})/100)$ $= [(21 \times (0,52 - 0,04) \times 0,02) / ((0,80 - 0,04) \times 1,00 \times 50,354 \times 0,02)] \times (100 + (50,354 + 79,48)/100)$ $= 36,881$ $\text{Resultado (mg/100g)} = [(21 \times (V2 - V0) \times \text{Cpadronização}) / ((V1 - V0) \times V3 \times M \times \text{Cteórica})] \times (100 + (M + \text{Humidade})/100)$ $= [(21 \times (0,523 - 0,04) \times 0,02) / ((0,80 - 0,04) \times 1,00 \times 50,214 \times 0,02)] \times (100 + (50,214 + 79,48)/100)$ $= 37,186$ Como o critério de repetibilidade é cumprido (10%) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (g/100g) = média dos resultados $= (36,881 + 37,186) / 2$ $= 37,0335 = 37,03$ <p>A1) Sim, 37,03 mg/100g B) Sim, o resultado apresenta-se arredondado às centésimas.</p>	

<p>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 vitæ (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?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-14. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17; - Reciclagem de conhecimentos e PEQ.12.6 Potenciómetro, 2019-04-12; - Segurança no laboratório: boas práticas e Dress Code, em 2019-05-21; - Novos impressos para as soluções de calibração, em 2020-01-20; - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2013-11-27.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos eci's: - 2019-05: Fapas_Canned fish - amostra n.º 2019/043411 - Resultado aceitável; - 2019-09: Fapas_Canned fish - amostra n.º 2019/093771 - Resultado questionável B) 1040/Q/Nov2019 - NC fechada no dia 2019-12-04.</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 4 – PAFQ.019

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: PAFQ.019 Determinação da humidade e resíduo seco	
					Data da auditoria: 2020-01-21	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-01-21	
ITEM	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			A) Sim. PAFQ.019.3 Determinação da humidade e resíduo seco. B) Sim. PAFQ.019.3 Determinação da humidade e resíduo seco. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas (2019-04-04).		
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 ?	X			A) Sim. B) Sim, PAFQ.019.3 Determinação da humidade e resíduo seco. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2018-10-15, pelo André.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/003910		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>		<p>A) Ambiente. B) Sim. Não. C) Sim. Não. D) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-01-21 pela Erika. E) Não. F) Não, a amostra foi entregue diretamente à analista.</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>		<p>X</p>		

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim. B) NA.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, impresso IQ.90.6B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco. B) Não. C) Sim, impresso IQ.90.6B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco - validado em 2018-04-16.</p>	
<p>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 seja 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?</p>			<p>X</p>		

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Infant Formula (PR0348-SEP19) B) Preparado em 2020-01-20 pela Susana. C) Válido até 2020-01-27. D) Sim, verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>		<p><u>Estufa 14H</u> A) 14H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-10-09 a 11, certificado de calibração n.º ES-24762TP-19 emitido em 2019-10-23. Apto em 2019-10-30. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso 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.</p> <p><u>Sonda 123J (associada à estufa 14H)</u> A) 123J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123J: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2019-05-15, certificado de calibração n.º CL-11763TP-19 emitido em 2019-05-15. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p>	

<p>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?</p>			<p>G) Equipamento verificado a (102,5±1,5)°C em 2019-06. Próxima verificação: 2020-06. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>		<p>X</p>		

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>Balança 2F A) 2F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4418MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário Avaliação do dia 21 de janeiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75.</p>	
--	----------	---	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 135 (5mg)</u></p> <p>A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p><u>Conta-minutos 59AH</u> A) 59AH B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59AL: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-02-28. Constatou-se que a verificação foi efetuada nos tempos de 00h00m30s, 00h01m00s, 00h05m00s, 00h30m00s, 01h00m00s, 01h30m00s, no entanto a analista utilizou para o tempo de 02h00m00s. Este tipo de não conformidade já foi detetada e registada - NC 1100/Q/Dez2019. De acordo com a ação corretiva vai ser feito o levantamento de todos os tempos críticos utilizados nos laboratórios e o procedimento PEQ.09 vai ser atualizado. Posteriormente todos os conta-minutos vão ser verificados de acordo com a nova metodologia. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-21 (manhã): temperatura de 19,4°C e humidade 28%; - 2020-01-21 (tarde): temperatura de 20,3°C e humidade 26%; - 2020-01-22 (manhã): temperatura de 19,9°C e humidade 29%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ)</u> A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-21 (manhã): temperatura de 19,7°C e humidade 29%; - 2020-01-21 (tarde): temperatura de 20,8°C e humidade 30%; - 2020-01-22 (manhã): temperatura de 20°C e humidade 32%;</p>	
--	----------	---	--

		<p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u> A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-21 (manhã): temperatura de 16°C e humidade 38% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
--	--	--	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Areia do mar purificada (F36)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, a data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-01-20.</p> <p>Validade: 2024-03-31.</p> <p>Analista: Elisabete Feiteira.</p> <p>B) Verificado o certificado de lote nº TA5061412 941.</p>	
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, VM.003.2 emitido em 2018-04-13.</p> <p>B) Sim.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>A) N.º da amostra.</p> <p>B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos.</p> <p>C) N.º do boletim analítico.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2019/130218</p> <p>B) Impresso IQ.90.6B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e residuo seco.</p> <p>C) Boletim analítico n.º 139466/EGI/19</p>	

<p>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")?</p>	<p>X</p>			<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.90.6B Determinação de água, humidade, perda de massa por secagem e resíduo seco (2019-12-27). C) Sim, Infant formula (PR0348-SEP19). D) Sim.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2020-01-03. B) Sim, verificado o Chemistry Control Chart Calculation Form do dia 2020-01-07. RSD máximo 3% - RSD temporário obtido 1,74%. C) NA.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, 2,51 g/100g.</p>	

<p>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?</p>	X		<p>A) Sim. <u>Humidade, expressa em g/100g</u></p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$</p> <p>Em que, M1 é a massa da toma, expressa em gramas; M2 é a massa da caixa de petri, expressa em gramas; M3 é a massa da caixa de petri e resíduo seco, expressa em gramas.</p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$ = $100 - [(96,9941 - 92,0314) / 5,0934] \times 100$ = 2,5661</p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$ = $100 - [(102,1207 - 97,0891) / 5,1586] \times 100$ = 2,4619</p> <p>Como o critério de repetibilidade é cumprido (10%) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (g/100g) = média dos resultados = $(2,5661 + 2,4619) / 2$ = 2,514</p> <p>A1) Sim, 2,51 g/100g</p> <p>B) Sim, como o resultado é inferior a 25,00 g/100g apresenta-se com duas casas decimais.</p>	
<p>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 vitæ (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?</p>	X		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-03. A6) - Novas revisões do impresso IQ.45 e do procedimento PEQ.49, em 2019-07-18. - Semana Silliker, Team Building, em 2019-09-10. - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Não, competência adquirida antes de junho de 2012. PGQ.01: "Nota 1: As datas de validação de competências anteriores à atualização do impresso IQ.26 Lista de competências (Junho de 2012), não são possíveis de registar. Todas as competências validadas numa data posterior a Junho de 2012 são registadas."</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos eci's: - 2019-02: Silliker_Ready to eat meal - amostra n.º 2019/006015 - Resultado aceitável; - 2019-05: Silliker_Infant milk - amostra n.º 2019/039820 - Resultado aceitável; - 2019-08: Silliker_Breakfast cereal - amostra n.º 2019/075299 - Resultado aceitável; - 2019-11: LGC_Fish - amostra n.º 2019/117593 - Resultado aceitável; - 2019-11: Silliker_Cocoa powder - amostra n.º 2019/104687 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 5 – NP ISO 6492

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP ISO 6492 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura	
					Data da auditoria: 2020-01-28 a 2020-01-30	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-01-30	
ITEM	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?	X			A) Sim. ISO 6492 (PT) 1999 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. B) Sim. ISO 6492 (PT) 1999 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 1. Alimentos para animais - Normas várias (2019-06-13).		
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			A) Sim. B) Sim, ISO 6492 (PT) 1999 Alimentos para animais. Determinação do teor de gordura. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-11-30, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2838313		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>			X		
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	X			<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-01-24 pela Erika.</p> <p>B) Não.</p> <p>C) Ambiente.</p> <p>D) Sim. Não.</p> <p>E) Sim. Não.</p> <p>F) Não.</p>	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>A) Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia: "Cuidadosamente retirar o filtro, colocá-lo no cartucho de extração e secar sob vácuo na estufa a 80°C durante 60min. Retirar o cartucho de extração da estufa e cobri-lo com um tampão de algodão isento de gordura". Constatou-se que a analista deixou o filtro e o resíduo a secar à temperatura ambiente durante uma noite. Não foi evidenciado o cumprimento da metodologia: "Destilar o solvente até o balão estar praticamente livre de solvente. Adicionar 2ml de acetona ao balão, agitar e aquecer suavemente no aparelho de aquecimento para remover a acetona". Constatou-se que a analista deixou o copo a secar dentro da hotte, não o aquecendo suavemente. B) NA.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>		<p>A) Não, amostra rececionada no Nutria. B) NA C) NA</p>	
<p>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 seja 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?</p>		<p>X</p>		
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Linseed cake - Bipea (PR1276-MAY19) B) Preparado em 2019-07-15 pela Susana. C) NA. D) Sim, verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>		<p><u>Placa de aquecimento 52A(2), 52D(23) e 52D(24)</u> A) 52A(2), 52D(23) e 52D(24) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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) NA H1) NA I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Estufa 14I</u> A) 14I B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-02-12, certificado de calibração n.º ES-2426TP-19 emitido em 2019-02-22. Apto em 2019-03-06. Próxima calibração a 2020-02. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA.</p>	

<p>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?</p>			<p>F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso 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.</p> <p><u>Sonda 86GG (associada à estufa 141)</u> A) 86GG B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86GG: sonda 110l calibrada pelo EIA em 2019-05-22, certificado de calibração n.º CL-11782TP-19 emitido em 2019-05-22. Apto em 2019-05-22. Próxima calibração a 2020-05. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (102±1)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
---	--	--	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			<p>X</p>	
---	--	--	----------	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>Balança 2G A) 2G B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4419MS-19 emitido em 2019-03-12. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 28 de janeiro de 2020 e 30 de janeiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75.</p>
--	----------	---

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 135 (5mg)</u></p> <p>A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>Extrator 117B A) 117B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.74 Soxtec Avanti. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.143.3 Verificação do equipamento - Soxtec Avanti - registos atualizados. H1) NA H2) Sim, IQ.143.3 validado em 2019-06-05. I) NA I1) NA J) NA J1) NA</p> <p>Chiller 155B A) 155B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Não foi evidenciado o procedimento relativo à utilização, calibração, verificação e manutenção deste equipamento - Este tipo de não conformidade foi aberta para o chiller 155A. A correção vai incluir este equipamento. Ver NC 1099/Q/Dez2019. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA I1) NA J) NA J1) O PEQ.74 não evidencia a temperatura a que o chiller deve estar regulado.</p> <p>Conta-minutos 59AG A) 59AG B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 dos timers: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.0C Boletim de verificação interna - Timers. Verificação realizada em 2019-02-28. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p>	<p>1144/Q/Fev2020 1145/Q/Fev2020</p>
--	----------	----------	---	---

		<p><u>Timers 192J, 192P e 192G</u> A) 192J, 192P e 192G B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 dos timers: cronómetro 58 catibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.0C Boletim de verificação interna - Timers. Verificação realizada em 2019-03-18. Não foi evidenciada a verificação (IQ.54.0C) dos timers 192J, 192L e 192AC . Verificados os registos constatou-se que o timer 192J foi verificado a última vez em 2018-05 e para os timers 192L e 192AC não foram evidenciados quaisquer registos. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Hotte 44A</u> A) 44A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA. H) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar - Hottes e câmaras de fluxo laminar- verificação realizada no dia 2020-01-08. H1) NA H2) IQ.08.1 - impresso validado em 2017-06-21. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: -2020-01-28 (tarde): temperatura de 20,6°C e humidade 52%; -2020-01-30 (tarde): temperatura de 21,1°C e humidade 52%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
--	--	--	--

			<p>I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ)</u> A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: -2020-01-28 (manhã): temperatura de 19,9°C e humidade 59%; -2020-01-28 (tarde): temperatura de 20,9°C e humidade 57%; -2020-01-29 (manhã): temperatura de 19,5°C e humidade 60%; -2020-01-29 (tarde): temperatura de 20,9°C e humidade 57%; -2020-01-30 (manhã): temperatura de 19,4°C e humidade 55%; -2020-01-30 (tarde): temperatura de 21,5°C e humidade 57%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u> A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-01-24 (manhã): temperatura de 16,7°C e humidade 56%; - 2020-01-24 (tarde): temperatura de 17,7°C e humidade 54%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15, apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
--	--	--	--	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>X</p>		<p><u>A1) Éter de petróleo (D2)</u></p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.2 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Não foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista.</p> <p>Validade: 2024-07-03</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19G084015</p> <p><u>A1) Acetona (D10)</u></p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.2 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-01-21</p> <p>Validade: 2024-07-16</p> <p>Analista: Isabel Novais</p> <p>B) Lote n.º 19G174029. Não foi encontrado o certificado de lote. Contudo, verificado o impresso IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta constatou-se que foi registado o pedido do certificado de lote em 2020-01-24 pela Mafalda.</p> <p><u>A1) Ácido clorídrico (H7)</u></p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.2 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-01-27</p> <p>Validade: 2024-07-18</p> <p>Analista: Mónica Ferreira</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19G254015.</p> <p><u>A2) Solução de ácido clorídrico 3N</u></p> <p>Esta solução foi preparada no próprio dia.</p> <p>A2.1) Preparação em 2020-01-28</p> <p>A2.2) Válida até 2020-07-28</p> <p>A2.3) Mónica Ferreira.</p> <p>A2.4) Sim.</p>	<p>1146/Q/Fev20 20</p>
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, VM.033.0, emitido em 2016-03-08.</p> <p>B) NA</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>A) N.º da amostra.</p> <p>B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos.</p> <p>C) N.º do boletim analítico.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2020/000729</p> <p>B) Impresso IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet.</p> <p>C) Boletim analítico n.º 2043/EG1/20</p>	

<p>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")?</p>	<p>X</p>			<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet (2020-01-09). C) Sim, Linseed cake - Bipea (PR1276-MAY19) D) Sim.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2020-01-13. B) NA, asset interno. C) NA.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, 10,4 g/100g.</p>	

<p>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?</p>	X		<p>A) <u>Teor de matéria gorda, expressa em g/100g</u> O resultado pode ser expresso em gramas por quilograma ou fração mássica em percentagem. O laboratório expressa em fração mássica:</p> <p>Resultado (g/kg) = [(M2 - M1) / M0] x F</p> <p>Em que, M0 é a massa da toma para análise, expressa em gramas; M1 é a massa do balão com as pérolas de vidro, expressa em gramas; M2 é a massa do balão com as pérolas de vidro e o resíduo seco extraído com éter de petróleo, expressa em gramas; F é o fator de correção, expresso em gramas por 100 gramas</p> <p>Resultado (g/100g) = [(M2 - M1) / M0] x F = [(38,7874 - 38,2397) / 5,2281] x 100 = 10,4761 g/100g</p> <p>Resultado (g/100g) = [(M2 - M1) / M0] x F = [(43,7811 - 43,2414) / 5,1963] x 100 = 10,3862 g/100g</p> <p>Como o critério de repetibilidade é cumprido (0,50 g/100g) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (g/kg) = média dos resultados = (10,4761 + 10,3862) / 2 = 10,43115 g/100g = 10,4 g/100g</p> <p>A1) Sim, 10,4 g/100g.</p> <p>B) Sim. O resultado é apresentado com arredondamento a uma casa decimal.</p>	
<p>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 vitæ (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?</p>	X		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-015. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17. - PEQ.12 Potenciómetro, em 2019-01-24. - Segurança no laboratório: boas práticas e Dress Code, em 2019-05-21. - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2017-01-09.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos eci's: - 2019-05: Bipea_A.A - amostra n.º 2019/039940 - Resultado aceitável; - 2019-09: Bipea_A.A - amostra n.º 2019/097305 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 6 – ISO 3960

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: ISO 3960 Animal and vegetable fats and oils - Determination of peroxide value - Iodometric (visual)	
					Data da auditoria: 2020-02-07	
					Auditor(a): Líliliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-02-07	
ITEM	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?	X			A) Sim. ISO 3960:2017 Animal and vegetable fats and oils. Determination of peroxide value. Iodometric (visual) endpoint determination. B) Sim. ISO 3960:2017 Animal and vegetable fats and oils. Determination of peroxide value. Iodometric (visual) endpoint determination. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 2. Gorduras e óleos comestíveis - Normas várias (2019-06-17).		
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			A) Sim. B) Sim. ISO 3960:2017 Animal and vegetable fats and oils. Determination of peroxide value. Iodometric (visual) endpoint determination. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2017-04-10, pela Líliliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/008896		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>			<p>X</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>		<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-02-05 pela Susana. A amostra era constituída por diferentes embalagens. Apesar de a data de preparação estar registada no dia 2020-02-05, a analista Isabel Pontes abriu uma embalagem no dia 2020-02-07 para a realização do ensaio.</p> <p>B) Não.</p> <p>C) Ambiente.</p> <p>D) Sim. Não.</p> <p>E) Sim. Não.</p> <p>F) Não.</p>	

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			A) Sim. B) NA.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X			A) Sim, impresso IQ.23.0Q Determinação de índice de peróxidos e IQ.124.1A Padronização do tiossulfato de sódio 0,01N (ISO 3960). B) Não. C) Sim, impresso IQ.23.0Q validado em 2017-04-11 e IQ.124.1A validado em 2018-04-12.	
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 seja 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?	X			A) Olive oil (PR064-MAY19) B) NA C) NA D) NA	

<p>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?</p>	<p>X</p>			<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			<p>X</p>		

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p><u>Bureta calibrada de 25 ml (H)</u> A) Bureta de 25 ml (H) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.2 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Bureta calibrada pela Normalab em 2017-03-20, certificado de calibração n.º 39329 emitido em 2017-03-20. Apto em 2017-03-21. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Bureta calibrada de 10 ml (E)</u> A) Bureta de 10 ml (E) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.2 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Bureta calibrada pela Normalab em 2017-03-17, certificado de calibração n.º 39321 emitido em 2017-03-17. Apto em 2017-03-21. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Micropipeta de 82P</u> A) 82P B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.1 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibrada pela FRILABO em 2019-11-19, certificado de calibração n.º 19-11-19/08606 emitido em 2019-11-19. Apto em 2019-11-27. Próxima calibração a 2020-02. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas do dia 7 de fevereiro de 2020 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
---	----------	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	X	<p><u>Balança 2H</u> A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-13, certificado n.º CL-4420MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 7 de fevereiro de 2020 - 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.</p> <p><u>Massa 183 (1g)</u> A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 76 (10g)</u> A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 75 (100g)</u> A) 75.</p>	
--	---	--	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 135 (5mg)</u></p> <p>A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p><u>Hotte 44A</u> A) 44A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA. H) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar - Hottes e câmaras de fluxo laminar- verificação realizada no dia 2020-01-08. H1) NA H2) IQ.08.1 - impresso validado em 2017-06-21. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Conta-minutos 59AM</u> A) 59AM B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59AM: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-02-28. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-07 (manhã): temperatura de 19,9°C e humidade 37%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p>	
--	----------	--	--

		<p><u>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ)</u></p> <p>A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-07 (manhã): temperatura de 19,6°C e humidade 40%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u></p> <p>A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-05 (manhã): temperatura de 19,5°C e humidade 61%; - 2020-02-05 (tarde): temperatura de 21,8°C e humidade 40%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p>	
--	--	--	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Ácido acético glacial (H3)</p> <p>A1.1) Lote n.º 19F054009. Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-02-07</p> <p>Validade: 2024-05-28</p> <p>Analista: Isabel Pontes</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19F054009.</p> <p>A1) Isoctano (D4)</p> <p>A1.1) Lote n.º 19B134019. Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-12-20</p> <p>Validade: 2023-12-27</p> <p>Analista: Isabel Pontes</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19B134019.</p> <p>A1) Iodeto de potássio (C37)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-01-31</p> <p>Validade: 2021-10-31</p> <p>Analista: Íris Oliveira</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19A174113.</p> <p>A1) Iodato de potássio (C31)</p> <p>A1.1) Lote n.º 182404N. Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 182404N.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-07-19</p> <p>Validade: 2023-04-30</p> <p>Analista: Isabel Pontes</p> <p>A1) Amido (F8)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Não era legível a data de abertura e a data de validade, visualizando-se apenas a rúbrica da analista (Célia).</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º A0380775.</p> <p>A1) Ácido clorídrico (H7)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.2 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Não foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>B) Verificado o certificado de lote n.º 19G254015.</p> <p>A2) Solução padrão de tiosulfato de sódio 0,1N</p> <p>Verificado o controlo da solução no impresso IQ.210.2 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC.</p> <p>A2.1) Preparação em 2020-02-04</p> <p>A2.2) Válida até 2020-03-04</p> <p>A2.3) Íris Oliveira</p> <p>A2.4) Sim.</p> <p>A3) Sim.</p> <p>A3.1) Sim, verificado o impresso IQ.124.0H Padronização do tiosulfato de sódio.</p> <p>A3.1) Padronização: 2020-02-04</p> <p>A3.2) Validade: 2020-02-11</p> <p>A3.3) Analista: Íris Oliveira</p>	<p>1147/Q/Fev2020</p> <p>1148/Q/Fev2020</p>
---	----------	----------	--	---

			<p>A2) Solução padrão de tiosulfato de sódio 0,01N A analista fez uma diluição da solução padrão de tiosulfato de sódio 0,1N. A3) Sim. A3.1) Sim, verificado o impresso IQ.124.1A Padronização do tiosulfato de sódio 0,01N (ISO 3960) A3.1) Padronização: 2020-02-07 A3.2) Validade: 2020-02-14 A3.3) Analista: Isabel Pontes A3.4) Sim.</p> <p>A2) Solução de ácido acético glacial/octano A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) Solução saturada de iodeto de potássio A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) Solução de amido A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p> <p>A2) Solução de ácido clorídrico 4N A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p>	
<p>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?</p>	X		<p>A) Sim, VM.056.0, emitido em 2017-02-08. B) NA</p>	
<p>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.</p>	X		<p>A) Amostra n.º 2019/129738 B) Impresso IQ.23.0Q Determinação de índice de peróxidos C) Boletim analítico n.º 137455/EG1/19</p>	
<p>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")?</p>	X		<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.23.0Q Determinação de índice de peróxidos (2020-01-03). C) Sim, Olive oil (PR064-MAY19). D) Sim.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2020-01-03. B) Sim, verificado o Chemistry Control Chart Calculation Form do dia 2019-12-09. RSD máximo 15% - RSD obtido 4,84%. C) NA.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, 1,07 meq O2/kg.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) <u>índice de peróxidos</u> Resultado (meq O2/kg) = [(V - V0) x Ctio x 1000] / M Em que, V é o volume da solução padronizada de tiosulfato de sódio gasto na determinação, expresso em mililitros; V0 é o volume da solução padronizada de tiosulfato de sódio gasto no ensaio em branco, expresso em mililitros; Ctio é a concentração da solução padronizada de tiosulfato de sódio, expressa em moles por litro; M é a massa da toma da amostra, expressa em gramas. Resultado (meq O2/kg) = [(V - V0) x Ctio x 1000] / M = [(1,08 - 0,00) x 0,0101 x 1000] / 10,2218 = 1,06713 = 1,07 Resultado (meq O2/kg) = [(V - V0) x Ctio x 1000] / M = [(1,08 - 0,00) x 0,0101 x 1000] / 10,2237 = 1,06693 = 1,07 Como o critério de repetibilidade é cumprido (12%) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (meq O2/kg) = média dos resultados = (1,06713 + 1,06693) / 2 = 1,06703 = 1,07 A1) Sim, 1,1 meq O2/kg. B) Sim, o resultado apresenta-se arredondado às décimas.</p>	

<p>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 vitæ (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?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-10-22 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-25. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17. - PEQ.12 Potenciómetro, em 2019-01-24. - PCQ.04 Controlo da qualidade - Sequência de análises nos métodos instrumentais, em 2019-05-06. - Segurança no laboratório - boas práticas e dress code, em 2019-05-21. - Novas revisões do impresso IQ.45 e do procedimento PEQ.49, em 2019-07-18. - Semana Silliker, Team Building, em 2019-09-10. - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2012-10-18.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos ecis: - 2019-02: Bipea_Lard - amostra n.º 2019/010696 - Resultado aceitável; - 2019-05: Bipea_Refined grapeseed oil - amostra n.º 2019/039985 - Resultado aceitável; - 2019-06: Bipea_Extra virgin olive oil - amostra n.º 2019/052941 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 7 – PAFQ.098

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: PAFQ.098 Determinação da humidade e resíduo seco (estufa de vácuo)	
					Data da auditoria: 2020-02-13 a 18	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-02-13	
ITEM	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			A) Sim. PAFQ.098.1 Determinação da humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). B) Sim. PAFQ.098.1 Determinação da humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas (2019-04-04).		
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 ?	X			A) Sim. B) Sim, PAFQ.098.1 Determinação da humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-11-24, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/010155		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	X	X (B)	<p>A) Ambiente. B) Verificado o PAFQ.044, não foi evidenciada a metodologia de preparação para caramelos. O procedimento necessita de ser atualizado. C) Sim. Não. D) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-02-13 pela Susana. E) Não. F) Não, a amostra foi entregue diretamente à analista.</p>	1149/Q/Fev2020
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>		X		

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim. B) NA.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). B) Não. C) Sim, impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo) - validado em 2018-02-08</p>	
<p>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 seja 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?</p>			<p>X</p>		
<p>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?</p>	<p>X</p>			<p>A) Infant Formula (PR0248-SEP19) B) Preparado em 2020-02-11 pela Susana. C) Sim, sem validade. D) Sim, verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A)Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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.</p>		<p>X</p>	<p><u>Estufa 54</u> A) 54 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-05-08, certificado de calibração n.º ES-10739TP-19 emitido em 2019-05-21. Apto em 2019-05-22. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30. G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Banho 9C</u> A) 9C B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.05.3 Banhos; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-03-07, certificado de calibração n.º ES-4413TP-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30.</p>	

<p>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?</p>			<p>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.</p> <p><u>Sonda 110I (sonda utilizada para monitorizar banho 9C_sonda 86CR avariou no dia 13-02-2020)</u> A) 110I B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-05-22, certificado de calibração n.º CL-11782TP-19 emitido em 2019-05-22. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>		<p>X</p>		

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	<p>Balança 2E A) 2E B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4417MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 13, 14, 17 e 18 de fevereiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75.</p>	
--	---	--	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 135 (5mg)</p> <p>A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	X	<p><u>Conta-minutos 59BD</u> A) 59BD B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59BD: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2019-10-16, certificado n.º CL-26183TM-19, emitido em 2019-10-21. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-11-11. Constatou-se que a verificação foi efetuada nos tempos de 00h00m30s, 00h01m00s, 00h05m00s, 00h30m00s, 01h00m00s, 01h30m00s, no entanto a analista utilizou para o tempo de 02h00m00s. Este tipo de não conformidade já foi detetada e registada - NC 1100/Q/Dez2019. De acordo com a ação corretiva vai ser feito o levantamento de todos os tempos críticos utilizados nos laboratórios e o procedimento PEQ.09 vai ser atualizado. Posteriormente todos os conta-minutos vão ser verificados de acordo com a nova metodologia. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Bomba de vácuo 28L</u> A) 28L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.38.0 Bombas de vácuo F) Sim, verificado o impresso IQ.173.0 Registo de pressão - estufa e bomba de vácuo - registos atualizados. G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-13 (manhã): temperatura de 20,3°C e humidade 50%; - 2020-02-13 (tarde): temperatura de 21,8°C e humidade 49%; - 2020-02-14 (manhã): temperatura de 20,3°C e humidade 46%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01.</p>	
--	---	--	--

		<p>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.</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ) A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-13 (manhã): temperatura de 20,0°C e humidade 52%; - 2020-02-13 (tarde): temperatura de 22,0°C e humidade 52%; - 2020-02-14 (manhã): temperatura de 20,1°C e humidade 50%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p> <p>Termohigrómetro 11J (SPA) A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-13 (manhã): temperatura de 18°C e humidade 67% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p>	
--	--	--	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>X</p>	<p>X (A1.2)</p>	<p><u>A1) Sicapent com indicador (F230)</u></p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2019-02-01</p> <p>Analista: Mafalda Rodrigues</p> <p>A analista considerou a data de validade de 5 anos, no entanto o certificado de lote define "Minimum shelf life: 31-07-2023".</p> <p>B) Verificado o certificado de lote nº Z0519443</p>	<p>1150/Q/Fev20 20</p>
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, VM.042.0 emitido em 2016-03-24.</p> <p>B) Sim.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>A) N.º da amostra.</p> <p>B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos.</p> <p>C) N.º do boletim analítico.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2020/005333</p> <p>B) Impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e residuo seco (estufa de vácuo).</p> <p>C) Boletim analítico n.º 6603/EG1/20</p>	

<p>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")?</p>	X			<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo) (2020-01-24). C) Sim, Canned meat (PR708-NOV18). D) Sim.</p>	
<p>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?</p>	X			<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2020-01-28. B) NA. C) NA.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	X			<p>A) Sim, 0,95 g/100g.</p>	

<p>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?</p>	X		<p>A) Sim. <u>Humidade, expressa em g/100g</u></p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$</p> <p>Em que, M1 é a massa da toma, expressa em gramas; M2 é a massa da caixa de alumínio com a tampa, tarada, expressa em gramas; M3 é a massa da caixa de alumínio e resíduo seco, após secagem, expressa em gramas.</p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$ = $100 - [(59,9714 - 54,9846) / 5,0382] \times 100$ = 1,0202</p> <p>Resultado (g/100g) = $100 - [(M3 - M2) / M1] \times 100$ = $100 - [(67,9965 - 62,9795) / 5,0614] \times 100$ = 0,8772</p> <p>Como o critério de repetibilidade é cumprido (16%) é realizada a média aritmética das duas réplicas: Resultado LIMS (g/100g) = média dos resultados = $(1,0202 + 0,8772) / 2$ = 0,9487 = 0,95</p> <p>A1) Sim, 1,0 g/100g</p> <p>B) Sim, o resultado apresenta-se com arredondamento às decimas.</p>	
<p>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?</p>	X		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-19 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-26. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17. - PEQ.12 Pontenciómetro, em 2019-01-24. - Manuseamento de extintores, em 2019-03-14. - Segurança no laboratório: boas práticas e dress code, em 2019-05-21. - Novas revisões do impresso IQ.45 e do procedimento PEQ.49, em 2019-07-18. - Semana Silliker, Team Building, em 2019-09-10. A7) Sim, renovado em 2019-11-04. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2018-05-18.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos eci's: - 2019-01: Bipea_Apple-blackcurrant beverage - amostra n.º 2019/005522 - Resultado aceitável; - 2019-11: Silliker_Cocoa powder - amostra n.º 2019/104687 - Resultado aceitável; - 2019-11: Bipea_Whole egg - amostra n.º 2019/112041 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 8 – PAFQ.140

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: PAFQ.140 Determinação do peso líquido escorrido em conservas	
					Data da auditoria: 2020-02-14	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-02-14	
ITEM	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			A) Sim. PAFQ.140.0 Determinação do peso líquido escorrido em conservas. B) Sim. PAFQ.140.0 Determinação do peso líquido escorrido em conservas. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas (2019-04-04).		
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 ?	X			A) Sim. B) Sim, PAFQ.140.0 Determinação do peso líquido escorrido em conservas. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-11-30, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/010962		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>		<p>A) Ambiente. B) NA C) NA D) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-02-14 pela Isabel Silva. E) Não. F) NA</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>		<p>X</p>		

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim. B) Não.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, impresso IQ.140.0C Determinação do peso líquido escorrido médio, máximo e mínimo - conservas. B) Não. C) Sim, impresso IQ.140.0C Determinação do peso líquido escorrido médio, máximo e mínimo - conservas - validado em 2016-04-21.</p>	
<p>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 seja 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?</p>			<p>X</p>		
<p>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?</p>			<p>X</p>		

<p>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?</p>	<p>X</p>			<p>A) Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>				

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x				
--	---	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>x</p>	<p>Balança 39D A) 39D B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-07, certificado n.º CL-4402MS-19 emitido em 2019-03-13. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 14 de fevereiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 68 (500g) A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26186MS-19 emitido em 2019-10-14. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	----------	---	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	X	<p><u>Peneiro de 2,8mm (185K)</u> A) 185K B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) NA F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA J) NA J1) NA</p> <p><u>Conta-minutos 59AM</u> A) 59AM B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59AM: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2018-10-11, certificado n.º CL-20244TM-18, emitido em 2018-10-11. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-11-11. Constatou-se que a verificação foi efetuada nos tempos de 00h01m00s e 00h05m00s. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u> A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-14 (manhã): temperatura de 18,7°C e humidade 69% - 2020-02-14 (tarde): temperatura de 20,4°C e humidade 59% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2020-01. Próxima verificação: 2021-01. 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.</p>	
--	---	--	--


<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139 Pedido dos certificados de lote em falta?</p>			X		
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>	X			<p>A) Sim. VM.034.0 emitido em 2016-03-10.</p> <p>B) Sim.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>A) N.º da amostra.</p> <p>B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos.</p> <p>C) N.º do boletim analítico.</p>	X			<p>A) Amostra n.º 2020/005702</p> <p>B) NA</p> <p>C) Boletim analítico n.º 9136/EGI/20</p>	

<p>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")?</p>			X		
<p>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?</p>			X		
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	X			A) O resultado foi introduzido diretamente no LIMS.	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim. <u>Peso líquido escorrido, expresso em g</u> Resultado (g) = M1 Em que, M1 é a massa do conteúdo escorrido, expressa em gramas. Resultado LIMS (g) = 211,5 A1) Sim, 211,5 g B) Sim, o resultado apresenta-se com arredondamento às decimas.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-20. A6) - PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise, em 2019-01-25, 2019-03-01, 2019-03-15 e 2019-03-22 - Atualização do Anexo 1 do SOP.008, em 2019-04-01 - Segurança no laboratório: boas práticas e dress code, em 2019-05-21 - ZETA - Erros de introdução, em 2019-06-05 - Semana Silliker, Team Building, em 2019-09-10 - SOP.008 Preparação dos DPC (apêndice 1), em 2019-09-19 - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31 A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) NA, a analista entrou ao serviço em 2002 sendo que este impresso começou a ser utilizado em 2006/03. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2016-03-10.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Não aplicável, de acordo com pesquisa efetuada no EPTIS em 2019-12-05. B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 9 – PAFQ.139

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: PAFQ.139 Determinação do teor de cafeína	
					Data da auditoria: 2020-02-18	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-02-18	
ITEM	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			A) Sim. PAFQ.139.1 Determinação do teor de cafeína. B) Sim. PAFQ.139.1 Determinação do teor de cafeína. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas (2019-03-22).		
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 ?	X	X (B)		A) Sim. B) Constatou-se que a cópia utilizada pela analista corresponde à revisão anterior (revisão 0 de 2018-10-17). C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2018-10-17 pelo André.	1278/Q/Jul2020	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/009573		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>			X		
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	X			<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-02-07 pela Erika.</p> <p>B) Não</p> <p>C) Ambiente.</p> <p>D) Sim. Não.</p> <p>E) Sim. Não.</p> <p>F) Não.</p>	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Constatou-se que a analista usou a balança 38C (com aproximação de 0,001g) na pesagem da amostra, enquanto que a metodologia define que deve ser usada uma balança com aproximação de 0,0001g (por exemplo a balança 2B). A2) Verificou-se que a analista não cumpriu com a metodologia "Colocar o balão num banho termostaticado fervente e esperar que a solução atinja pelo menos 90°C. Manter o aquecimento durante 20 min". A analista não monitorizou a temperatura da amostra de forma a garantir que atingia pelo menos 90°C e deixou a amostra no banho durante 30 min. A3) Não foi evidenciado o cumprimento do tempo de análise definido no procedimento (10 minutos). O tempo de análise foi de 12 minutos. A4) A analista não rastreou nenhum dos equipamentos utilizados durante a análise, no impresso IQ.76.2AF. Nos campos destinados a esta rastreabilidade a analista colocou vírgulas.</p>	<p>1279, 1280, 1281, 1282/Q/Jul2020</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	<p>X</p>	<p></p>	<p>A) Sim. IQ.162.0AA Soluções de calibração - Caféina - PAFQ.139 e IQ.76.2AF Reta de calibração da caféina B) Não. C) Sim, IQ.162.0AA - validado em 2019-10-10 e IQ.76.2AF - validado em 2019-01-08.</p>	<p></p>
<p>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 seja 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?</p>	<p>X</p>	<p></p>	<p>A) Sim. Gama alta: - r= 0,99998 - m = 57,01755 (intervalo de aceitação: 37,299391 a 68,45262) B) Sim.</p>	<p></p>
<p>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?</p>	<p>X</p>	<p></p>	<p>A) Café comercial (PR1143-NOV18). B) Preparado em 2018-09-28 pela Ana Rocha. C) NA D) NA Nota: O impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS só começou a ser utilizado no início de 2019.</p>	<p></p>

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Termohigrómetro 11X: Laboratório de Mia Termohigrómetro 11L: Sala de pesagens Termohigrómetro 11T: Sala de equipamentos HPLC - MIA Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p><u>Banho 9D</u> A) 9D B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.05.3 Banhos; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-05-06 a 07, certificado de calibração n.º ES-10727TP-19 emitido em 2019-05-09. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30. G) Não foi encontrado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B). Nota: Quando confrontada no dia 2020-02-19 sobre a falta dos registos a analista elaborou uma carta de controlo nesse mesmo dia. Esses registos não vão ser contabilizados nesta auditoria. G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Sonda 86FQ (associada ao banho 9D)</u> A) 86FQ B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86FQ: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2018-10-18, certificado de calibração n.º CL-20245TP-18 emitido em 2018-10-25. Apto em 2018-10-20. Próxima calibração a 2019-10. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (90±1)°C e (100±2)°C em 2019-04. Próxima verificação: 2020-04. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	<p>1283/Q/Jul2020</p>

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p><u>Micropipeta de 82AP</u> A) 82AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.1 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibrada pela FRILABO em 2019-11-19, certificado de calibração n.º 19-11-19/03918 emitido em 2019-11-19. Apto em 2019-11-27. Próxima calibração a 2020-02. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas do dia 18 de fevereiro de 2020 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não</p> <p><u>Micropipeta de 82AG</u> A) 82AG B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.1 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Calibrada pela FRILABO em 2020-02-06, certificado de calibração n.º 20-02-06/04261 emitido em 2020-02-06. Apto em 2020-02-10. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas do dia 18 de fevereiro de 2020 - Os registos encontram-se atualizados. Constatou-se que a analista utilizou a micropipeta para os volumes de 2000 µL e 2500 µL e a micropipeta tem sido verificada apenas no volume de 5000 µL, não existindo rotatividade de volumes na verificação tal como definido no procedimento PEQ.49. G2) Sim, impresso IQ.45.2 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não</p>	<p>1283/Q/Jul2020</p>
---	----------	----------	--	-----------------------

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>Balança 38C A) 38C B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4404MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 18 de fevereiro de 2020 - 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.</p> <p>Balança 2B A) 2B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4415MS-19 emitido em 2019-03-13. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 18 de fevereiro de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	----------	--	--

			<p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não</p> <p><u>Massa 75 (100g)</u> A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Massa 68 (500g)</u> A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26186MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p><u>Conta-minutos 59BE</u> A) 59BE B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 59BE: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2019-10-16, certificado n.º CL-26183TM-19, emitido em 2019-10-21. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o impresso IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos. Verificação realizada em 2019-11-11. A verificação foi efetuada nos tempos de 00h30m00s. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Bomba de vácuo 28I</u> A) 28I B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.38.0 Bombas de vácuo F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11L (Sala de pesagens MIA)</u> A) 11L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-18 (manhã): temperatura de 24°C e humidade 27%; - 2020-02-18 (tarde): temperatura de 24,1°C e humidade 26% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11L: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.º I1) NA.</p>	
--	----------	---	--

			<p>J) Sim. J1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11X (Laboratório de MIA)</u></p> <p>A) 11X B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-18 (manhã): temperatura de 21,6°C e humidade 29%; - 2020-02-18 (tarde): temperatura de 21,0°C e humidade 30% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11T (Sala equipamentos HPLC - MIA)</u></p> <p>A) 11T B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-18 (manhã): temperatura de 23°C e humidade 45%; - 2020-02-18 (tarde): temperatura de 23°C e humidade 47% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u></p> <p>A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-07 (manhã): temperatura de 18,7°C e humidade 56%; - 2020-02-07 (tarde): temperatura de 19,7°C e humidade 60% G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05.</p>	
--	--	--	--	--


			<p>G1) NA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes A1.1) IQ.197. A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica? 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) Padrões secos e guardados em exsiccador A4.1) Nome A4.2) Data da realização da secagem A4.3) Data da validade da secagem A4.4) Rúbrica do analista A4.5) A etiqueta está atualizada? A5) 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?</p>	x	x	<p>A1) Metanol (D13) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Não foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista. Validade: 2024-04-17 B) Lote n.º 19D184015. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Óxido de magnésio (C121) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2020-02-18 Validade: 2021-05-03 Analista: Joana Rangel B) Lote n.º 18J014106. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Etanol absoluto (D9) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Não foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista. Validade: 2024-12-09 B) Lote n.º 19L114014. Não foi verificado o certificado de lote. Contudo, verificado o impresso IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta constatou-se que foi registado o pedido do certificado de lote em 2020-02-11 pela Íris Oliveira.</p> <p>A1) Cafeína (F23) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2018-04-19. Validade: 2020-11 Analista: Joana Rangel B) Lote n.º SLB56432. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A5) Coluna HPLC (12AP) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.198.0 Controlo de consumíveis. Lote n.º 0195393161. Verificado o certificado de lote.</p>	1284/Q/Jul2020
<p>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?</p>	x		<p>A) Sim, VM.077.0 emitido em 2018-10-17. B) Sim.</p>	

<p>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.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2020/006720. B) Impresso IQ.76.2AF Reta de calibração de cafeína. C) Boletim analítico n.º 8134/EGI/20</p>	
<p>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")?</p>	<p>X</p>		<p>A) NA B) Sim, verificado no impresso IQ.76.2AF Reta de calibração de cafeína (2020-01-29). C) Sim, café comercial (PR1143-NOV18). D) Sim.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106 Registo de resultados - ZETA o resultado foi introduzido no dia 2020-01-29. B) NA C) NA</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>		<p>A) Não. Os resultados obtidos no impresso IQ.76.2AF foram: R1) 2,418 R2) 2,402 tendo a analista transcrito para o sistema informático LIMS os seguintes resultados: R1) 2,40 R2) 2,41</p>	<p>1285/Q/Jul2020</p>

<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Cálculos</p> <p>A) A fórmula de cálculo definida no LIMS ou no impresso está de acordo com a definida no procedimento/norma?</p> <p>A1) O resultado apresentado no boletim analítico está correto?</p> <p>B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?</p>	X	<p>A) <u>Teor de cafeína, expresso em base seca (g/100g) é dado pela fórmula:</u> Cafeína (g/100g) = $(C_i \times V_f \times F) / (m \times 10000)$ Em que, C_i é a concentração de cafeína na amostra determinada pela curva de calibração, expressa em mg/L. V_f é o volume final da solução, expresso em mL. F é o fator de diluição. m é a massa da toma de amostra, expressa em gramas.</p> <p>Cafeína em base seca (g/100g) = $[(\text{Cafeína (g/100g)}) / (100 - H)] \times 100$ Em que, H é a humidade calculada através do PAFQ.019, expressa em g/100g</p> <p>Cafeína (g/100g) = $(C_i \times V_f \times F) / (m \times 1000)$ = $(15,29105 \times 250 \times 10) / (1,581 \times 10000)$ = 2,417939</p> <p>Cafeína (g/100g) = $(C_i \times V_f \times F) / (m \times 1000)$ = $(11,71136 \times 250 \times 10) / (1,219 \times 10000)$ = 2,401837</p> <p>Cafeína em base seca (g/100g) = $[(\text{Cafeína (g/100g)}) / (100 - H)] \times 100$ = $[2,417939 / (100 - 1,11)] \times 100$ = 2,4448</p> <p>Cafeína em base seca (g/100g) = $[(\text{Cafeína (g/100g)}) / (100 - H)] \times 100$ = $[2,401837 / (100 - 1,11)] \times 100$ = 2,4287</p> <p>Como o critério de repetibilidade é cumprido (3%) é feita a média dos resultados: Resultado LIMS (g/100g) = $(2,4448 + 2,4287) / 2$ = 2,43675 = 2,44</p> <p>A1) Sim, 2,44 g/100g.</p> <p>B) Sim, o resultado apresenta-se com duas casas decimais e expresso em g/100g.</p>
---	---	---

<p>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 vitæ (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?</p>	X		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.0 Plano de formação do pessoal técnico. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05. A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-13. A6) - SOS Colunas, em 2019-10-03; - Novos impressos para as soluções de calibração, em 2019-10-11; - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) NA A9) Sim B) Sim verificado o impresso IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2019-01-15.</p>	
<p>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?</p>	X		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos eci's: - 2019-05: Fapas_Regular coffee - amostra n.º 2019/052971 - Resultado aceitável; - 2019-07: Fapas_Chocolate cake mix - amostra n.º 2019/066437 - Resultado questionável. B) Sim, registada a não conformidade 1013/Q/Out2019.</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 10 – NP 453

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP 453 Leites. Ensaio preliminares de análise. Provas da fervura e do álcool	
					Data da auditoria: 2020-02-19	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-02-19	
ITEM	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?	X			A) Sim. NP 453:2002 Leites. Ensaio preliminares de análise. Provas da fervura e do álcool B) Sim. NP 453:2002 Leites. Ensaio preliminares de análise. Provas da fervura e do álcool C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 1. Laticínios - Normas várias (2019-06-17).		
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			A) Sim. B) Sim, NP 453:2002 Leites. Ensaio preliminares de análise. Provas da fervura e do álcool C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-11-23, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2020/011949		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>			<p>X</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>		<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-02-17 pela Cristina. B) Não. C) Ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Sim, foi guardada no frigorífico 152F.</p>	

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	X (A)	A) Não. Não foi evidenciado o cumprimento do definido no parágrafo 4.1 Álcool etílico 80%, no que concerne à determinação da concentração e à verificação do pH da solução. B) NA.	1273/Q/Jul2020
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X		A) Sim, lista de trabalho nº 004841 de 2020/02/13. B) NA C) NA	
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 seja 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?			X	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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.</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p><u>Frigorífico 152F (utilizado para guardar a amostra após a sua preparação)</u> A) 152F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Quinzenal: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - último registo efetuado em 2019-12-19 - os registos não se encontram atualizados. Anual (escovagem traseira): verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Sonda 191AP (associada ao frigorífico 152F)</u> A) 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: sonda 102E calibrada pelo EIA em 2018-03-14, certificado de calibração n.º CL-4706TP-18 emitido em 2018-03-14. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03 F1) NA</p>	<p>1273/Q/Jul2020</p>

<p>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?</p>		<p>G) Equipamento verificado a $(5\pm 3)^{\circ}\text{C}$ em 2019-02. Próxima verificação: 2020-02. 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. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Placa de aquecimento 51A</u></p> <p>A) 51A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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) NA H1) NA I) Equipamento limpo - OK I1) NA</p>	
--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			x		
---	--	--	---	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			x		
---	--	--	---	--	--


<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	<p>X</p>	<p>Hotte 44A A) 44A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA. H) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar - Hottes e câmaras de fluxo laminar- verificação realizada no dia 2020-01-08. H1) NA H2) IQ.08.1 - impresso validado em 2017-06-21. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ) A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: -2020-02-19 (manhã): temperatura de 20,6°C e humidade 34%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p>Termohigrómetro 11J (SPA) A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-02-17 (manhã): temperatura de 18,2°C e humidade 72%; - 2020-02-17 (tarde): temperatura de 20,5°C e humidade 48%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p>	
--	----------	---	--

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes</p> <p>A1.1) IQ.197.</p> <p>A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>A2) Soluções (IQ.210).</p> <p>A2.1) Data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Data de validade da solução.</p> <p>A2.3) Analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A3) A solução é padronizada?</p> <p>A3.1) Os registos estão atualizados?</p> <p>A3.1) Data de padronização.</p> <p>A3.2) Data de validade da padronização.</p> <p>A3.3) Analista responsável pela padronização.</p> <p>A3.4) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsiccador</p> <p>A4.1) Nome</p> <p>A4.2) Data da realização da secagem</p> <p>A4.3) Data da validade da secagem</p> <p>A4.4) Rúbrica do analista</p> <p>A4.5) A etiqueta está atualizada?</p> <p>A5) Consumíveis (IQ.198).</p> <p>B) Existem os certificados de lote? No caso de não existirem, estão pedidos no impresso IQ.139</p> <p>Pedido dos certificados de lote em falta?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Etanol absoluto (D9)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.2 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p> <p>Abertura: 2020-02-18</p> <p>Validade: 2024-12-09</p> <p>Analista: Mafalda</p> <p>B) Lote n.º 19L114014. Não foi verificado o certificado de lote. Contudo, verificado o impresso IQ.139.0 Pedido dos certificados de lote em falta constatou-se que foi registado o pedido do certificado de lote em 2020-02-11 pela Íris Oliveira.</p> <p>A2) Solução de etanol a 80% (v/v)</p> <p>A2.1) Não foi evidenciada a data de preparação da solução.</p> <p>A2.2) Não foi evidenciada a validade da solução.</p> <p>A2.3) Não foi evidenciada a rúbrica da analista responsável pela preparação.</p> <p>A2.4) Não foi evidenciada a etiqueta da solução.</p>	<p>1274/Q/Jul2020</p>
<p>Validação do método</p> <p>A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?</p> <p>B) O procedimento interno está atualizado com os dados do VM?</p>		<p>X</p>		
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>A) N.º da amostra.</p> <p>B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos.</p> <p>C) N.º do boletim analítico.</p>	<p>X</p>		<p>A) Amostra n.º 2020/002842</p> <p>B) Lista de trabalho n.º 2020/001185</p> <p>C) Boletim analítico n.º 5782/EGI/20</p>	

<p>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")?</p>	<p>X</p>			<p>A) Não. B) Sim, verificada a lista de trabalho nº 2020/001185 (2020-01-14). Aquando da criação de um impresso para este ensaio deverá ser rastreada a placa de aquecimento. C) NA. D) NA.</p>	
<p>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?</p>			<p>X</p>		
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>			<p>A) Sim, "O leite não coagula".</p>	

<p>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 vitæ (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?</p>	X		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-11-05 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-15. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17. - PEQ.12 Potenciómetro, em 2019-01-24. - Segurança no laboratório: boas práticas e Dress Code, em 2019-05-21. - Ação de formação/sensibilização: Acordo de confidencialidade e normas de ética, Código de conduta, Política da Qualidade, Objetivos da Qualidade, Customer Excellence Project: os 7+1 compromissos/pilares do Serviço ao Cliente, Erros de Transcrição, em 2019-10-31. A7) Sim, renovado em 2019-10-31. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Não, competência adquirida antes de junho de 2012. PGQ.01: "Nota 1: As datas de validação de competências anteriores à atualização do impresso IQ.26 Lista de competências (Junho de 2012), não são possíveis de registar. Todas as competências validadas numa data posterior a Junho de 2012 são registadas."</p>	
<p>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?</p>	X		<p>A) Não aplicável, de acordo com pesquisa efetuada no EPTIS em 2019-12-05. B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				

Anexo 11 – NP 3441

		RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA			Método: NP 3441 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência	
					Data da auditoria: 2020-03-11	
					Auditor(a): Liliana Silva e Mariana Patoilo	
					Data da elaboração do relatório: 2020-03-12	
ITEM	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?	X			A) Sim. NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência. B) Sim. NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência. C) Sim, controlado no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 1. Normas - Todas as matrizes (2019-07-02).		
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			A) Sim. B) Sim, NP 3441:2008 Carnes e produtos cárneos. Medição do pH. Método de referência. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada em 2016-12-02, pela Liliana.		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º 2938289		

<p>Preparação da amostra - No dia da auditoria presencial:</p> <p>A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras - SPA - Química?</p> <p>E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>			<p>X</p>	
<p>Preparação da amostra - Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p> <p>B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual?</p> <p>C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?</p> <p>D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado?</p> <p>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?</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?</p>	<p>X</p>		<p>A) A preparação da amostra foi registada no IQ.269.2 Registo de preparação de amostras - SPA - Química. Preparada no dia 2020-03-10 pela Cristina. B) Não. C) Refrigeração. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) Sim, a amostra foi guardada no frigorífico 152F.</p>	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X			A) Sim. B) NA.	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X			A) Sim, impresso IQ.305.1 Determinação de pH FQ. B) Não C) Sim, impresso IQ.305.1 validado em 2018-02-08.	
<p>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 seja 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?</p>			X		
<p>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?</p>			X	A) Salsicha (PR1203-NOV19) B) Preparado em 2020-02-13 pela Susana. C) NA. D) Sim, verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade DPCS.	

<p>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?</p>			<p>X</p> <p>A) Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens FQ Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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.</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p><u>Frigorífico 152F</u> A) 152F B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), constatou-se que os registos se encontram atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento, os registos encontram-se atualizados - Última manutenção em 2020-03-01 (quinzenal). H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Sonda 191AP (associada ao frigorífico 152F)</u> A) 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: sonda 102F calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado de calibração n.º CL-5466TP-19 emitido em 2019-03-15. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30.</p>	<p>1275/Q/Jul2020</p>

<p>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?</p>		<p>G) Equipamento verificado a (5±3)°C em 2020-02. Próxima verificação: 2021-02, G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impressos IQ.259.1 e IQ.260.1 validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Frigorífico 152W A) 152W B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), constatou-se que os registos se encontram atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento, os registos encontram-se atualizados - Última manutenção em 2020-02-12 (mensal). H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191CC (associada ao frigorífico 152W) A) 191CC B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191CC: sonda 102E calibrada pelo EIA em 2019-05-15, certificado de calibração n.º CL-117658TP-19 emitido em 2019-05-15. Apto em 2020-06-11. Próxima calibração a 2020-05. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (3±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01, G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impressos IQ.259.1 e IQ.260.1 validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Estufa refrigerada 125 A) 125 B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibrado pelo EIA em 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4423TP-19 emitido em 2019-03-19. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA.</p>	
--	--	--	--

			<p>F2) Sim, impresso IQ.113.1-A Verificação de calibrações externas - A. Impresso validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), constatou-se que não foram efetuados registos desde o dia 5 de fevereiro de 2020.</p> <p>G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Sonda 86BN (associada à estufa 125)</u></p> <p>A) 86BN B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2019-05-15, certificado de calibração n.º CL-11736TP-19 emitido em 2019-05-15. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) NA F2) Sim, impresso IQ.113.1-D Verificação de calibrações externa - D. Impresso validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (20±1)°C em 2019-06. Próxima verificação: 2020-06. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.2 Registos das verificações internas - Temperaturas. Impresso IQ.259.1 validado em 2017-01-17 e IQ.260.2 validado em 2019-11-21. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>			x		
---	--	--	---	--	--

<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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?</p>	x	<p>Balança 38A A) 38A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-07, certificado n.º CL-4405MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 11 de março de 2020 - 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.</p> <p>Balança 2H A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado n.º CL-4420MS-19 emitido em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Sim, impresso IQ.113.1-B Verificação de calibrações externas - B. Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 11 de março de 2020 - 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.</p> <p>Massa 183 (1g) A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26187MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 (10g) A) 76</p>	
--	---	--	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26188MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não</p> <p>Massa 75 (100g) A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26189MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 68 (500g) A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-10-14, certificado n.º CL-26186MS-19 emitido em 2019-10-14. Apto em 2019-10-22. Próxima calibração a 2020-10. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 135 (5mg) A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	
--	--	--	--	--

			<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11761MS-19 emitido em 2019-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
<p>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.10 Gestão de equipamentos? 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.</p>	<p>X</p>		<p><u>Potenciómetro 24E</u> A) 24E B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.12.6 Potenciómetro. F) NA G) Calibrado pelo SOQUILAB em 2019-09-18, certificado n.º 19.09.1011 emitido em 2019-09-18. Apto em 2019-10-03. Próxima calibração a 2020-09. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Eléctrodo 159BH</u> A) 159BH B) Sim C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.12.6 Potenciómetro. F) NA G) Sonda de referência utilizada na verificação do eléctrodo 159BH: sonda 110G calibrada pelo EIA em 2019-05-15, certificado de calibração n.º CL-11763TP-19 emitido em 2019-05-15. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) NA H) NA</p>	

<p>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?</p>		<p>H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p><u>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens FQ)</u> A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-03-11 (manhã): temperatura de 21,4°C e humidade 43%; -2020-03-11 (tarde): temperatura de 22,1°C e humidade 45%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ)</u> A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-03-11 (manhã): temperatura de 21,1°C e humidade 46%; - 2020-03-11 (tarde): temperatura de 22,0°C e humidade 49%; G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11X: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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.</p> <p><u>Termohigrómetro 11J (SPA)</u> A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.2 Gestão de equipamentos. 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 Registo de temperatura e humidade: - 2020-03-10 (manhã): temperatura de 18,1°C e humidade 58%; - 2020-03-10 (tarde): temperatura de 21,6°C e humidade 58%;</p>	
--	--	--	--

			<p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2019-05-10, certificado n.º CL-11762TP-19 emitido em 2019-05-10, apto em 2019-05-10. Próxima calibração a 2020-05. G1) Sim, verificado o impresso IQ.146.3 [etiqueta] Confirmação do EMA. G2) A aceitação da calibração externa é feita no próprio certificado. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01. 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. (1) NA. J) Sim.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Registos de controlo de: A1) Reagentes A1.1) IQ.197. A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica? 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) Padrões secos e guardados em exsiccador A4.1) Nome A4.2) Data da realização da secagem A4.3) Data da validade da secagem A4.4) Rúbrica do analista A4.5) A etiqueta está atualizada? A5) 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?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A1) Crisolylt KCl 3M (F261) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-10-31 Validade: 2023-02-28 Analista: Eliana Santos B) Verificado o certificado de lote n.º 18045.</p> <p>A1) Cloreto de potássio (C65) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2019-10-25 Validade: 2023-09-19 Analista: Eliana Santos B) Verificado o certificado de lote n.º 19A144107.</p> <p>A1) Tampão pH 2 (F166) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2020-01-21 Validade: 2021-10 Analista: Mafalda B) Verificado o certificado de lote n.º P9L731219L.</p> <p>A1) Tampão pH 4 (F4) A1.1) Lote n.º Q8F086258F. Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2020-03-03 Validade: 2020-06 Analista: Eliana Santos B) Verificado o certificado de lote n.º Q8F086258F.</p> <p>A1) Tampão pH 7 (F5) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista. Abertura: 2020-02-03 Validade: 2021-06 Analista: Isabel Pontes B) Verificado o certificado de lote n.º P9F570019G.</p> <p>A1) Solução de KCl 0,1 mol/L A solução foi preparada no dia da realização do ensaio.</p>	<p>1275/Q/Jul2020</p>

<p>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?</p>		X	<p>A) Não foi evidenciado o VM. B) NA</p>	1276/Q/Jul2020
<p>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.</p>	X		<p>A) Amostra n.º 2020/010433 B) Impresso IQ.305.1 Determinação de pH - FQ C) Boletim analítico n.º 9713EGI/20</p>	
<p>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")?</p>	X	X (B)	<p>A) NA B) Verificado o impresso IQ.305.1 (2020-02-12), constatou-se que não existe rastreabilidade à balança utilizada. C) Sim, Canned meat (PR1203-NOV18). D) Sim foram realizadas 8 amostras, das quais uma foi efetuada em duplicado.</p>	1277/Q/Jul2020
<p>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?</p>	X		<p>A) Sim, verificado o impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA o registo foi efetuado no dia 2020-02-12. B) NA C) NA.</p>	

<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, 5,84.</p>	
<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) NA A1) NA B) Sim, o resultado apresenta-se arredondado às centésimas.</p>	
<p>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 vitæ (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?</p>	<p>X</p>		<p>A1) Sim, verificado o impresso IQ.24.2 Plano de formação inicial. A2) Sim, verificado o impresso IQ.25.2 Descrição de funções. A3) Sim, atualizada em 2019-10-24 A4) Sim. A5) Sim, última atualização em 2019-02-19. A6) - PGL.06 Gestão de reagentes e de soluções, em 2019-01-17; - PEQ.12 Potenciómetro, em 2019-01-24; - Reciclagem de conhecimentos e PEQ.12.6 Potenciómetro, 2019-04-12; - PCQ.04 Controlo da qualidade - Sequência de análises nos métodos instrumentais, em 2019-05-06; - Segurança no laboratório: boas práticas e Dress Code, em 2019-05-21; - Novas revisões do impresso IQ.45 e do procedimento PEQ.49, em 2019-07-18; - Atualização dos PAFQ, em 2019-09-30. A7) Sim, renovado em 2019-11-04. A8) Sim, verificado o impresso IQ.88.0 Tomada de conhecimento de documentos - Novos colaboradores. A9) Sim, verificado o impresso IQ.26.0 Lista de competências. B) Sim verificado o impresso IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências - competência atribuída em 2019-02-15.</p>	

<p>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?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificado o IQ.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação no eci: - 2019-09: LGC_Cured meat - amostra n.º 2019/093799 - Resultado aceitável; B) NA</p>	
<p>C - Conforme; NC - Não conforme; NA - Não aplicável</p>				