

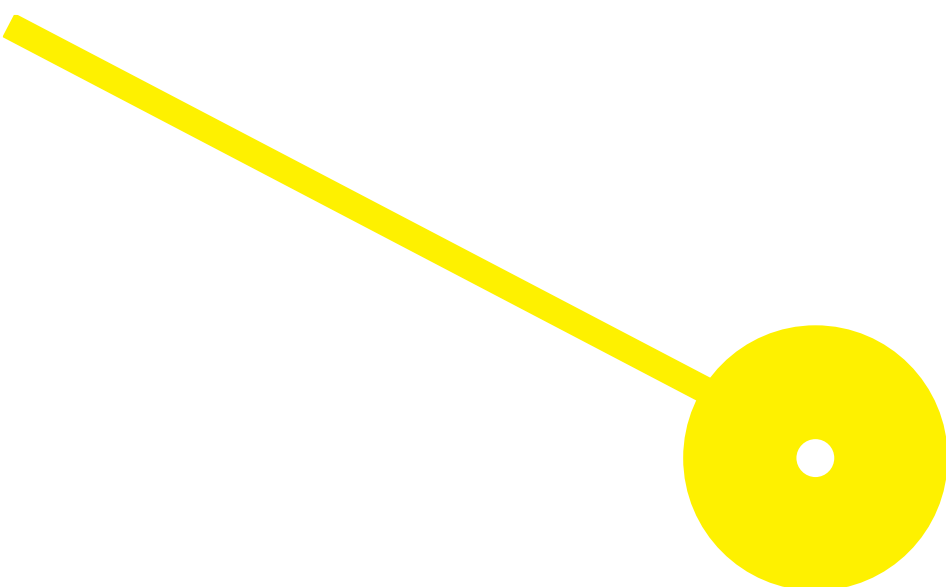
M

MESTRADO
Bioquímica em Saúde

Auditorias Técnicas no Laboratório de Química Clássica da Silliker Portugal

Ana Isabel da Rocha Neto Vieira

09/2019





**ESCOLA
SUPERIOR
DE SAÚDE**



Auditorias Técnicas no Laboratório de Química Clássica da Silliker Portugal

Autor

Ana Isabel da Rocha Neto Vieira

Orientador(es)

Professora Doutora Mónica Vieira, professora adjunta na área das Ciências Químicas e das Biomoléculas da Escola Superior de Saúde do Politécnico do Porto.
Engenheiro André Oliveira, responsável do Departamento da Qualidade da Silliker Portugal.

Relatório de Estágio apresentado para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Bioquímica em Saúde – Ramo Biotecnologia pela Escola Superior de Saúde do Instituto Politécnico do Porto.

Agradecimentos

Foram muitas as pessoas que, de forma direta ou indireta, contribuíram para que este projeto fosse possível. Assim, gostaria de expressar o meu muito obrigada:

À Professora Mónica Vieira, por ter aceitado ser minha orientadora;

À Silliker Portugal, por ter aceitado o meu estágio curricular e por me ter permitido adquirir novos conhecimentos;

Ao Engenheiro André Oliveira e à Liliana Silva, por todo o apoio ao longo do estágio, pela disponibilidade constante para me transmitirem novos conhecimentos, pela vossa simpatia e por me fazerem sentir sempre parte da equipa;

Às analistas do laboratório de Química Clássica pelo acolhimento, por todo o conhecimento que me transmitiram e pela constante simpatia;

Aos restantes colaboradores da Silliker Portugal, por toda a simpatia e bom ambiente que se vive na empresa;

Aos meus pais pelo apoio incondicional ao longo do meu percurso académico, por estarem sempre presentes, por me ajudarem a crescer feliz e me darem todas as ferramentas necessárias para construir o meu “caminho”;

À minha querida família e amigos, pelo incentivo e carinho;

Ao Marco, por estar sempre perto apesar dos quilómetros que nos separam.

Para o meu querido avô Constantino.

Resumo

Os objetivos estabelecidos para este estágio foram: i) a aquisição de conhecimentos relativamente à norma ISO/IEC 17025:2005, pela qual os laboratórios da empresa são acreditados pelo IPAC, e; ii) obtenção de competências para a realização de auditorias técnicas aos métodos de análise química acreditados e não acreditados do laboratório de Química Clássica.

Devido à crescente competitividade no setor, utilização de critérios rigorosos de controlo da qualidade, bem como aplicação de sistemas de gestão e constante globalização, tornou-se imperativo que a Silliker organizasse os seus laboratórios e restantes departamentos segundo um conjunto de princípios e requisitos que constituem a norma ISO/IEC 17025:2005. Desta forma, a empresa transmite aos seus clientes mais confiança e rigor na prestação dos seus serviços, permitindo também harmonizar normas/procedimentos e facilitando a cooperação entre laboratórios e outras empresas.

Um dos parâmetros dos requisitos de gestão da norma ISO/IEC 17025:2005 é a realização de auditorias técnicas anuais, de forma a verificar se o desempenho dos ensaios satisfazem os requisitos exigidos pela presente norma, permitindo também rastrear os ensaios a nível do controlo da qualidade (como realização de DPCS (*Daily Process Control Samples* – Amostras Diárias de Controlo de Processos); realização de amostras em duplicados por cada 5 a 10% do total de amostras; verificação e calibração de equipamentos; participação em ECI's (Ensaio de Comparação Interlaboratorial); entre outros. Através das auditorias técnicas é possível a constatação de não conformidades, implementação de ações corretivas e identificação de oportunidades de melhoria.

Palavras-chave: Norma ISO/IEC 17025:2005, Acreditação, Auditorias Técnicas, Qualidade.

Abstract

The objectives established for this internship were: i) the acquisition of knowledge regarding the standard ISO/IEC 17025:2005 by which the company's laboratories are accredited by IPAC, and; ii) to obtain the skills to perform technical audits to accredited and non-accredited chemical analysis methods of the laboratories of Wet Chemistry and Instrumental Chemistry.

Due to the increasing competitiveness in the sector and the use of strict quality control criteria, as well as the application of management systems and constant globalization, it has become imperative that Silliker Portugal, S.A. organizes its laboratories and other departments according to a set of principles and requirements that constitute the standard ISO/IEC 17025:2005. In this way, the company transmits to their clients more confidence and rigor in the provision of its services and harmonize standards/procedures and cooperation between laboratories and other companies.

One of the parameters of the management requirements of standard ISO/IEC 17025:2005 is to carry out annual technical audits in order to verify that the test achievements meet the requirements of this standard, also allowing for tracking the tests at the control levels (such as DPCS (Daily Process Control Samples), performing duplicate samples for every 5 to 10% of total samples, checking and calibration equipment, participating in PT's (Proficiency Tests), among others. Through technical audits it is possible to find nonconformities, implement corrective actions and identify opportunities for improvement.

Keywords: Standard ISO/IEC 17025:2005, Accreditation, Technical Audits, Quality.

Índice

1.	Empresa & Objetivos do Estágio	1
1.1.	Silliker Portugal.....	1
1.2.	Introdução à Segurança Alimentar.....	3
1.3.	Objetivos do estágio	4
2.	Accreditação	5
2.1.	Requisitos para a acreditação	5
2.1.1.	Calibração de equipamento de medição física.....	6
2.2.2.	Calibração analítica	6
2.2.3.	Controlo da qualidade em análises químicas	7
2.2.4.	Resultados em análises químicas.....	11
2.2.4.1.	Validação dos resultados	11
2.2.4.2.	Apresentação técnica dos resultados.....	11
2.3.	Quem avalia e acredita um laboratório.....	12
2.4.	Vantagens da Accreditação.....	13
2.5.	Dificuldades da acreditação	14
3.	Norma ISO/IEC 17025:2005.....	15
3.1.	Requisitos da gestão	17
3.1.1.	Organização.....	17
3.1.2.	Sistema de gestão	18
3.1.3.	Controlo de documentos.....	19
3.1.4.	Análise de consultas, propostas e contratos	19
3.1.5.	Subcontratação de ensaios e/ou calibrações	20
3.1.6.	Aquisição de produtos e serviços	20
3.1.7.	Serviço ao cliente	21
3.1.8.	Reclamações.....	21
3.1.9.	Controlo de trabalho de ensaios e/ou de calibração não conforme.....	21
3.1.10.	Melhoria.....	22
3.1.11.	Ações corretivas	22
3.1.12.	Ações preventivas.....	23

3.1.13. Controlo de registos.....	23
3.1.14. Auditorias internas.....	23
3.1.15. Revisão pela gestão.....	24
3.2. Requisitos técnicos.....	25
3.2.1. Generalidades.....	25
3.2.2. Pessoal.....	26
3.2.3. Instalações e condições ambientais.....	26
3.2.4. Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos.....	26
3.2.5. Equipamento.....	28
3.2.6. Rastreabilidade das medições.....	29
3.2.7. Amostragem.....	30
3.2.8. Manuseamento de itens a ensaiar.....	31
3.2.9. Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração.....	31
3.2.10. Apresentação de resultados.....	32
4. Auditorias.....	36
4.1. Definição de auditoria.....	36
4.2. Auditorias na Silliker Portugal.....	38
4.2.1. Auditorias do grupo Silliker.....	38
4.2.2. Auditorias técnicas.....	38
4.3. Gestão de não conformidades na Silliker.....	40
4.3.1. Tipos de não conformidades.....	42
4.3.2. Escala de gravidade das não conformidades.....	42
4.3.3. Registo das não conformidades.....	42
4.4. Tratamento das não conformidades.....	44
4.4.1. Identificação e análise de causas.....	44
4.4.2. Correção.....	45
4.4.3. Ação corretiva.....	45
4.4.4. Acompanhamento das ações corretivas.....	45
4.4.5. Avaliação da eficácia das ações corretivas.....	46
4.5. Potenciais não conformidades.....	46
4.5.1. Identificação e análise das potenciais causas.....	46

4.5.2. Ações preventivas.....	46
4.5.3. Acompanhamento das ações preventivas	47
4.5.4. Trabalho não conforme.....	47
4.6. Relatório mensal de controlo de não conformidades.....	47
5. Auditorias técnicas aos métodos de Química Clássica.....	49
5.1. PAFQ.122.2 - Atividade da água. Ponto de orvalho	51
5.2. PAFQ.129.1 Determinação de pH - Potenciometria	62
5.3. NP 701:1982 - Iogurtes. Determinação da acidez.....	70
5.4. NP 1846:2006 - Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos	77
5.5. NP 2032:2009 - Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.	90
6. Conclusão.....	98
7. Referências Bibliográficas.....	99
8. Anexos.....	103
8.1. Anexo 1 - ISO 2450:2008 - Creme - Determinação do teor de gordura. Método gravimétrico.....	104
8.2. Anexo 2 - ISO 6886:2016 - Gorduras e óleos animais e vegetais - Determinação da estabilidade oxidativa.....	121
8.3. Anexo 3 - ISO 17189:2003 - Determinação de matéria gorda. Gravimetria após extração por solventes.....	135
8.4. Anexo 4 - NP 457:1983 - Leites. Ensaio preliminar de análise. Pesquisa de peroxidase.	152
8.5. Anexo 5 - NP 701:1982 - Iogurtes. Determinação da Acidez.....	164
8.6. Anexo 6 - NP 874:2000 - Alimentos para animais. Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.....	181
8.7. Anexo 7 - NP 785:1985 - Iogurtes. Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do resíduo seco solúvel.	192
8.8. Anexo 8 - NP 1846:2006 - Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos. Método de referência.....	209
8.9. Anexo 9 - NP 2032:2009 - Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.....	233
8.10. Anexo 10 - NP 2930:2009 - Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway.....	248

8.11. Anexo 11 - PAFQ.098 - Determinação da humidade e resíduo seco.....	267
8.12. Anexo 12 - PAFQ.354 - Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. Picnometria.....	282
8.13. Anexo 13 - PAFQ.122 - Determinação da atividade da água. Ponto de orvalho.	296
8.14. Anexo 14 - PAFQ.069B - Determinação de matéria gorda total.....	309
8.15. Anexo 15 - PAFQ.129 - Determinação de pH. Potenciometria.....	327

Siglas e acrónimos

AS – Análise Sensorial

BRC – *British Retail Consortium*

C – Conformidade

DG – Diretor Geral

DPCS – *Daily Process Sample Control*

DQ – Departamento da Qualidade

ECI – Ensaios de Cooperação Interlaboratorial

EGI – Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade Industrial

EMA – Erro Máximo Admissível

EN – *European Standard*

FAO – Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura

FQ – Físico-Química

HACCP – Hazard Analysis nad Critical Control Point

IDF – *International Dairy Federation*

IFS – *International Featured Standards*

ILAC – *International Laboratory Accreditation Cooperation*

IPAC – Instituto Português da Qualidade

IQ – Impresso da Qualidade

ISO – *International Organization for Standardization*

LIMS – *Laboratory Information Management System*

MQ – Manual da Qualidade

MRA – *Mutual Recognition Arrangement*

MRC – Material de Referência Certificado

MRI – Material de Referência Interno

NA – Não Aplicável

NC – Não Conformidade

NP – Norma Portuguesa

OMS – Organização Mundial de Saúde

PAFQ – Procedimento de Análises Físico-Químicas

PCE – Procedimento de Calibração/Verificação do Equipamento

PCQ – Procedimento de Controlo da Qualidade

PEQ – Procedimento de Utilização de Equipamento

PGL – Procedimento Geral do Laboratório

PGQ – Procedimento de Gestão do Laboratório

RS – Responsável de Serviço

RSD – *Relative Standard Deviation*

RQ – Responsável da Qualidade

RT – Responsável Técnico

RTQ – Responsável Técnico de Química

SOP – *Standard Operating Procedure*

SPA – Sala de Preparação de Amostras

SG – Sistema de Gestão

SGQ – Sistema de Gestão da Qualidade

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia

Índice de figuras

Figura I. Organograma da empresa Silliker Portugal.....	3
Figura II. Carta de controlo da temperatura utilizada na Silliker.....	8

Índice de imagens

Imagem I. Silliker Portugal.....	1
Imagem II. Impresso da Qualidade 123 – Registo de não conformidades.....	40

Índice de tabelas

Tabela I. Requisitos da norma ISO/IEC 17025:2005.....	16
Tabela II. Tipos de auditorias.....	36
Tabela III. Termos e definições relativos ao tratamento de não conformidades.....	41
Tabela IV. Ensaios químicos e respectivas técnicas analíticas.....	50

1. Empresa & Objetivos do Estágio

1.1. Silliker Portugal



Imagem 1. Silliker Portugal, S.A.

Este trabalho surge no âmbito do estágio curricular correspondente ao 2º ano de mestrado em Bioquímica em Saúde – opção Biotecnologia com duração de 9 meses na Silliker Portugal, sediada na zona industrial dos Terços, em Vila Nova de Gaia, que está integrada no grupo *Mérieux NutriSciences*.

Fundada em 1992 com o nome de EGI – Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, tornou-se desde logo uma empresa líder de mercado, devido à crescente procura de serviços no âmbito da segurança alimentar. No ano de 1993 obtém a acreditação do seu laboratório pelo IPAC – Instituto Português da Qualidade, com o certificado de acreditação número L0087, acentuando ainda mais o seu compromisso com a qualidade e rigor na prestação dos seus serviços (Manual da Qualidade, 2018).

No ano de 2000 surge a criação do laboratório de Análise Sensorial e após 8 anos, a multinacional norte-americana Silliker adquiriu maioritariamente o capital da empresa e foi criada a Silliker Portugal, integrando um dos maiores grupos globais na prestação de serviços nas áreas da qualidade e segurança alimentar (Mérieux NutriSciences, 2018).

Os Estudos de Vida Útil surgem em 2009, prestando serviços na área de validação de períodos de validade para produtos que serão comercializados. Em 2012, a área ambiental obteve acreditação das colheitas de amostras de água para consumo humano e para mais dois ensaios físico-químicos e ainda ampliou a acreditação a análises veterinárias – pesquisa de *Salmonella* em amostras fecais e ambientais originárias da produção primária (Manual da Qualidade, 2018).

Surge em 2013 o serviço de análises aos materiais de embalagem de alimentos, de forma a fornecer aos seus clientes estudos desde o fabrico até à utilização final e eliminação. Em 2016 a empresa conseguiu a acreditação de 48 ensaios físico-químicos e alargamento do âmbito da acreditação para efluentes líquidos (determinações de condutividade elétrica, pH, CBO₅, CQO e sólidos suspensos totais). Neste mesmo ano, ocorre a expansão do grupo para áreas como a farmacêutica, cosmética, ambiente, bens de consumo e agroquímica, passando a ser utilizada a marca Mérieux NutriSciences, presente em 26 países com mais de 100 laboratórios acreditados e tendo como missão a proteção da

saúde dos consumidores através da prestação dos seus serviços analíticos, de consultadoria, de análises ambientais e água, na área de cosmética e setor farmacêutico (Manual da Qualidade, 2018), (Mérieux NutriSciences, 2018).

E como a vontade de constante inovação e melhoria dos serviços disponibilizados para os seus clientes está patente nesta empresa, ocorre em 2018 a extensão do âmbito da acreditação a três ensaios para o ar ambiente interior, sendo que todos os ensaios acreditados da empresa estão sob o âmbito da acreditação flexível (intermédia ou global). Ainda no decorrer do mesmo ano surge a Delegação do Alentejo e são apresentados dois novos serviços: Relatórios Nutricionais e Gestão de Crises (Manual da Qualidade, 2018).

Os serviços prestados pela Silliker Portugal a nível laboratorial são (Manual da Qualidade, 2018):

- Análises Ambientais (análises a água de consumo, água residual, água de rega e suporte de vida, resíduos e substratos e qualidade do ar);
- Microbiológicas (microrganismos patogénicos, microrganismos indicadores, ensaios qualitativos e quantitativos e *Challenge tests*);
- Físico-Químicas (contaminantes, informação nutricional, alergénicos, aditivos e vitaminas). Fazem também parte dos serviços prestados pela empresa os seguintes departamentos:
- Análise Sensorial, Investigação e Tecnologia (análise descritiva, estudos de consumidor, cliente mistério, formação, estudos de vida útil, validação de processos, validação de produtos, defeitos em alimentos e identificação de partículas estranhas;
- Auditorias (ISO 22000, HACCP, IFS, BRC, risco de alergénios e a fornecedores);
- Formação (planos de formação inter e intraempresas, seminários e *webinars*);
- Inspeções (peritagens, colheita de amostras e *AsiaFoodInspection*);
- Consultadoria (gestão da segurança alimentar, rotulagem, consultadoria técnica, fichas técnicas e legislação);
- Embalagem (avaliação da conformidade, ensaios de migração, cumprimento dos requisitos ambientais e estudo da biodegradabilidade).

A estrutura organizada de distribuição de responsabilidades e tarefas da empresa permite a eficaz coordenação de serviços e é definida de acordo com o seguinte organograma:

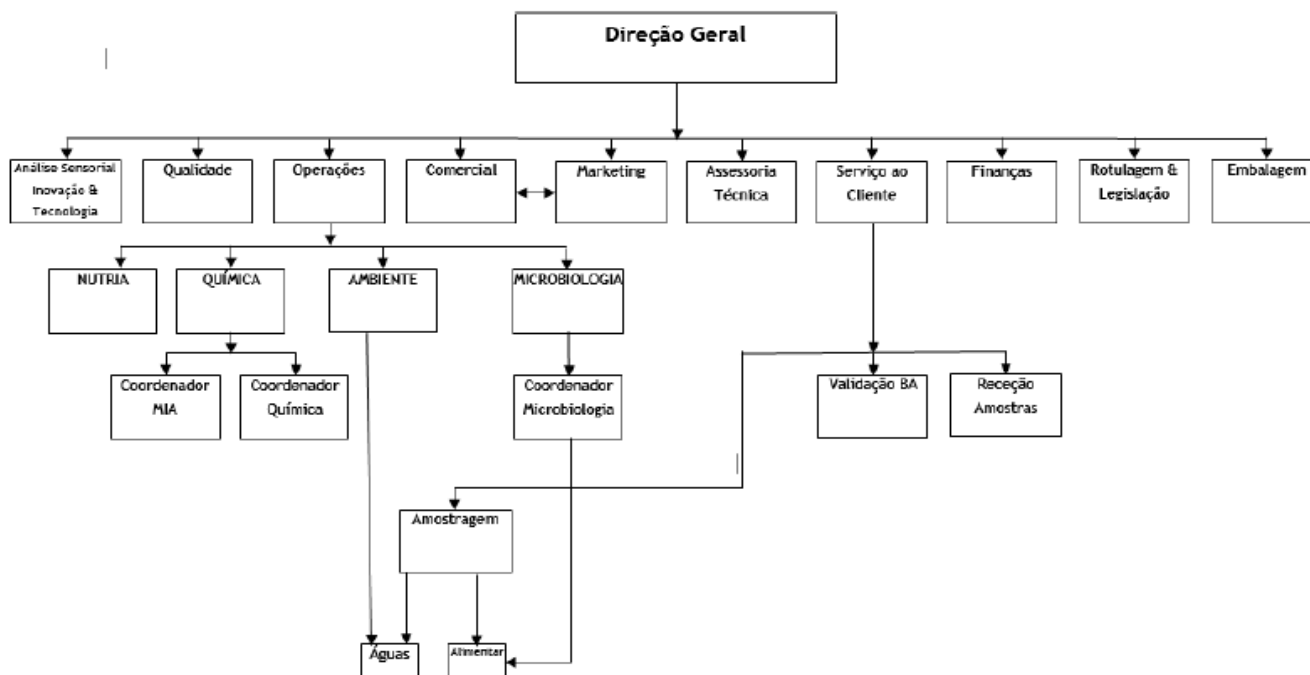


Figura I. Organograma da empresa Silliker Portugal.

1.2. Introdução à Segurança Alimentar

A segurança alimentar tem nos últimos anos, obtido um maior reconhecimento devido às crises que o setor sofreu, mas também pelos novos mecanismos de controlo cada vez mais rigorosos. De acordo com a FAO, a segurança alimentar pode ser definida como “uma situação que existe quando todas as pessoas, em qualquer momento, têm acesso físico, social e económico a alimentos suficientes, seguros e nutricionalmente adequados, que permitam satisfazer as suas necessidades nutricionais e as preferências alimentares para uma vida ativa e saudável”.

A fome, a desnutrição e a falta de segurança alimentar têm uma ação causa/efeito relativamente à pobreza, prejudicando o desenvolvimento sustentável das sociedades, o que afeta negativamente a expansão económica dos países.

Segundo Margaret Chang, antiga diretora geral da OMS, “a segurança, a qualidade e a quantidade da alimentação devem andar a par”. A contaminação dos alimentos por toxinas, resíduos químicos, parasitas, bactérias e outros microrganismos patogénicos estão na origem de milhares de doenças, muitas delas mortais (Agronegócios, 2019).

A perceção do impacto que os alimentos têm na saúde humana, a globalização do mercado e a maior exigência por parte dos consumidores potenciou a criação de sistemas alimentares mais sustentáveis e competitivos, tornando assim o controlo da segurança alimentar imperativo.

Se os padrões do controlo de qualidade estão patentes nas diversas fases de produção, maior é a confiança por parte do consumidor e, conseqüentemente, maiores os lucros para a empresa (Berti & Santos, 2016).

De forma a garantir a produção de um alimento seguro, isto é, isento de contaminação química, física e biológica, foi criado o fórum internacional de normalização de alimentos, *Codex Alimentarius*, estabelecido pela ONU por meio da FAO e da OMS, para a proteção da saúde do consumidor e harmonização das práticas do comércio regional e internacional dos alimentos, estabelecendo normas que regulem a aplicação de pesticidas na agricultura, medicação veterinária, aditivos e conservantes alimentares, rotulagem, classificação, amostragem e análise de riscos (Berti & Santos, 2016).

A Mérieux NutriSciences apresenta-se como empresa líder no controlo da qualidade e segurança alimentar, analisando géneros alimentícios ao longo de todo o ciclo de produção e distribuição e na prestação de serviços de consultadoria, através do aconselhamento relacionado com a proteção do produto, marca e otimização dos sistemas de segurança alimentar dos seus clientes (Mérieux NutriSciences, 2019).

A acreditação dos laboratórios pela ISO/IEC 17025:2005 e os requisitos do grupo Mérieux NutriSciences impõem auditorias técnicas aos métodos acreditados, de forma a garantir o rigor das análises e que os ensaios acreditados são auditados a cada ciclo de acreditação e os restantes auditados pelo menos uma vez a cada cinco anos. As auditorias técnicas têm como objetivo a análise sistemática e pormenorizada da envolvente da ação alvo de auditoria, dos métodos, equipamentos utilizados, registos efetuados e resultados obtidos. Permitem, assim, identificar não conformidades, analisar as suas causas e riscos associados, propor soluções para essas mesmas não conformidades e oportunidades de melhoria, potenciando a otimização dos processos da organização (Guia RELACRE 2, 1995).

1.3. Objetivos do estágio

No âmbito da realização das auditorias técnicas, os objetivos definidos neste estágio curricular foram:

- Estudo da norma ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração;
- Aquisição de competências para a realização de auditorias técnicas no laboratório de Química Clássica;
- Elaboração de relatórios das auditorias técnicas realizadas, com o registo das conformidades e não conformidades constatadas e respetivas evidências.

2. Acreditação

Entende-se por acreditação, segundo o IPAC, “*procedimento através do qual o organismo nacional de acreditação reconhece que uma entidade é competente para efetuar determinadas atividades de avaliação de conformidade (e.g.: ensaios, calibrações, certificações, inspeções). Este reconhecimento é efetuado usando normas internacionalmente aceites, para garantir o reconhecimento mútuo das creditações*”. É, assim, um reconhecimento formal de que um dado laboratório tem as competências técnicas para realizar as suas atividades de avaliação de conformidade, respeitando os requisitos inerentes à norma. A acreditação permite criar confiança e credibilidade nos resultados obtidos nos ensaios e calibrações, nos relatórios de inspeções e nas certificações (ILAC, 2019), de forma a corresponder às necessidades do mercado. É, também, uma eficaz técnica de *marketing* da organização, permitindo promover os seus serviços a potenciais clientes que pretendem a obtenção de resultados imparciais, precisos e credíveis (Barradas & Sampaio, 2013). A acreditação permite assim potenciar os lucros da organização.

A base para a acreditação de métodos de ensaio e/ou calibração de um laboratório é a norma internacional ISO/IEC 17025, utilizada a nível nacional e internacional, de modo a simplificar e promover os acordos relativos à avaliação e aceitação dos sistemas de acreditação de cada país, bem como harmonizar e uniformizar normas e procedimentos. O reconhecimento internacional dos laboratórios acreditados, através do *Mutual Recognition Arrangement (MRA)* por parte da ILAC, permite que os resultados dos seus ensaios e calibrações sejam facilmente aceites no mercado externo, eliminando barreiras técnicas (e.g.: reensaio) e potenciando o comércio global (ILAC, 2010). Muitos países têm apenas uma entidade reconhecida pelo governo que é responsável pela acreditação.

2.1. Requisitos para a acreditação

Como referido no guia do IPAC, para a acreditação de laboratórios de ensaios químicos, é necessário que sejam cumpridos quatro requisitos fundamentais:

- calibração de equipamentos de medição física;
- calibração analítica;
- controlo da qualidade em análises químicas;
- resultados de análises químicas.

2.1.1. Calibração de equipamento de medição física

A calibração é a operação que estabelece, sob condições especificadas, primeiramente uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidas pelos padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas e, numa segunda fase, utiliza esta informação para estabelecer uma relação de forma a obter um resultado de medição a partir de uma indicação (IPQ, 2012).

A calibração pode ser executada externamente ou internamente, sendo que quando é realizada externamente, o laboratório deve fazer a seleção através de um programa de avaliação e qualificação de fornecedores acreditados e ter em conta as exigências de qualidade (incertezas) definidas para os resultados das calibrações (OGC002, 2011).

O pedido de calibração deve descrever as operações a realizar, como parâmetros a controlar e pontos de trabalho (OGC002, 2011).

A periodicidade das calibrações deve ser definida pelo laboratório requisitante do serviço de calibração, tendo em conta as características do equipamento, frequência e tipo de utilização e com base também nas calibrações anteriores, de forma a garantir que o equipamento cumpre com o EMA no intervalo entre calibrações (OGC002, 2011).

2.2.2. Calibração analítica

O tipo de calibração analítica deve adequar-se ao tipo de ensaios e amostras ensaiadas. No caso de métodos instrumentais, podem utilizar-se os seguintes métodos (OGC002, 2011):

- reta/curva de calibração;
- adição de padrão;
- enquadramento;
- padrão interno;
- padrão externo;
- fator de resposta.

O laboratório deverá definir os critérios de escolha e aplicação de cada método e, quando escolhido o método, estabelecer critérios para aceitação das calibrações obtidas (OGC001, 2010).

Os resultados apenas devem ser reportados se situados dentro do intervalo de interpolação da reta/curva de calibração, sendo admitidas extrapolações até 10% do intervalo de calibração, exceto se ultrapassarem o limite de quantificação (LQ) (OGC002, 2011).

O limite de quantificação corresponde à menor concentração medida a partir da qual é possível quantificar com exatidão e precisão o analito. Por sua vez, o limite de detecção (LD) corresponde ao teor mínimo a partir do qual é possível detetar o analito com certeza estatística razoável (geralmente com um intervalo de confiança (IC) de 95%) (OGC002, 2011) (RELACRE 3, 1996).

O intervalo entre o LD e o LQ é uma zona semi-quantitativa, pelo que não devem ser reportados valores numéricos nesse intervalo (OGC002, 2011).

À calibração analítica deve aliar-se o controlo da qualidade, através do uso de padrões analíticos ou amostras diárias de controlo de processo (DPCS), independentes dos padrões usados na calibração (OGC002, 2011). Os DPCS são materiais com características bem definidas de homogeneidade e estabilidade, usados para verificação de controlo e construções de cartas de controlo (PCQ.02.1).

A periodicidade da calibração analítica vem definida na norma/procedimento de ensaio (realizada em conjunto com as outras amostras), sendo que nos casos de sistemas analíticos estáveis, quando corretamente aplicados e controlados, a periodicidade da calibração deve estar documentada e justificada (OGC002, 2011).

Os reagentes, solventes e soluções utilizadas devem ter uma pureza e estabilidade adequada para garantir a qualidade dos resultados. Os períodos e condições de armazenamento e de manuseamento devem ser cumpridos e registada a data de abertura/primeira utilização (OGC002, 2011).

Os frascos contendo reagentes, padrões ou soluções preparadas no laboratório devem estar identificados quanto ao conteúdo (nome e concentração), data de preparação e de validade. O laboratório deve implementar procedimentos para garantir a rastreabilidade dos padrões químicos (OGC002, 2011).

2.2.3. Controlo da qualidade em análises químicas

Todos os ensaios químicos estão sujeitos a erros (e.g., erros de medição, erros devido a falhas do equipamento, erro associado ao analista, entre outros) sendo necessário limitá-lo (Garantia da qualidade – GQ) e controlar a sua ocorrência (Controlo da Qualidade – CQ), garantindo a melhoria da eficácia do Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ). Desta forma, é imperativo avaliar periodicamente a exatidão e precisão dos resultados, através do CQ interno e externo (OGC002, 2011).

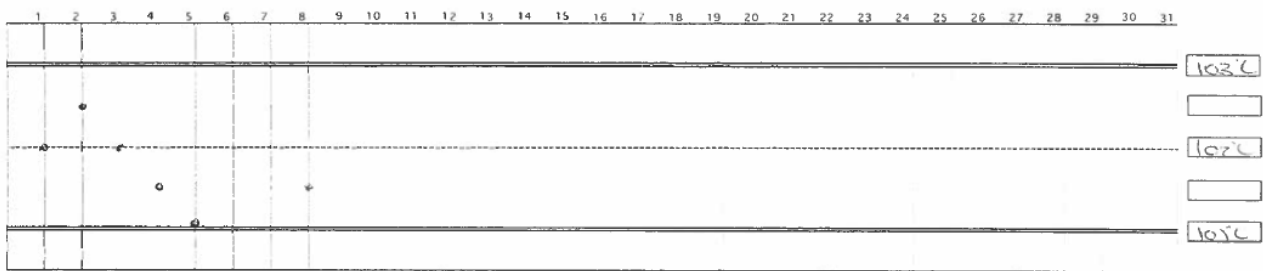
O CQ interno recorre às seguintes ferramentas (OGC002, 2011):

- materiais de referência, usados como DPCs;
- técnicas complementares de CQ de resultados;
- tratamento estatístico de dados, como cartas de controlo, como exemplificado na figura II.

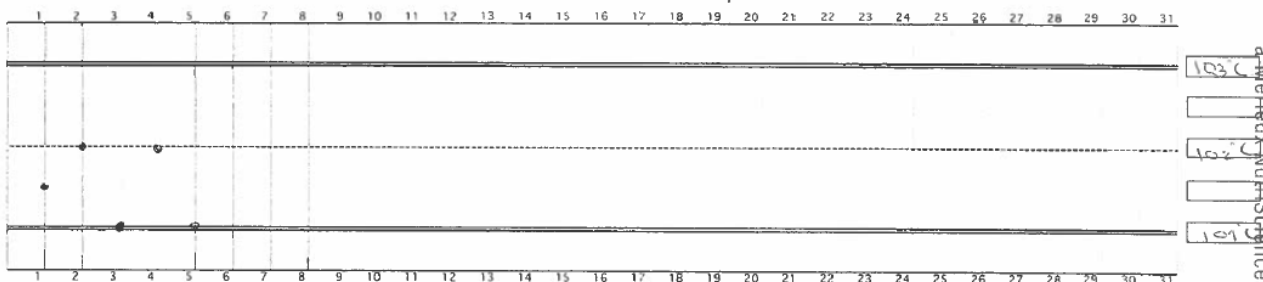
Os MR são materiais com uma (ou mais) propriedade(s) suficientemente bem estabelecida(s) para ser usado na avaliação de um método de medida ou atribuição de valores a materiais (Guia Relacre 3, 1996). É um material com características bem conhecidas, desenvolvido externamente. A sua utilização deve aumentar quando não é utilizado no ensaio um MRC ou ECI's, ou ainda, quando não são utilizados outros meios de controlo da precisão/exatidão a médio/longo prazo (OGC002, 2011).

CARTA DE CONTROLO (B)

Equipamento: ESTUVA Procedimento: PCE-000 Responsável: MOVIM
 N.º: 147 Temperatura alvo/parâmetro a controlar: 102±1°C Mês/Ano: AGOSTO 2019
 Localização: LAB 05 Frequência: DESPRE QUE UTILIZADO
 Período: Manhã Hora: INÍCIO DE UTILIZAÇÃO



Período: Tarde Hora: FIM DE UTILIZAÇÃO



Observações/notas:



IQ1125

Figura II. Carta de controlo da temperatura utilizada na Silliker.

As técnicas complementares de CQ incluem (OGC002, 2011):

- análise de brancos, em paralelo com as amostras;
- realização de amostras em duplicado;
- repetição de análises anteriormente realizadas (no caso de amostras não-perecíveis);
- ensaios de recuperação e fortificação de amostras;
- uso de métodos de adição de padrão;
- comparação de resultados obtidos por diferentes técnicas analíticas;
- correlação de resultados de características diferentes da mesma amostra.

A análise de brancos é importante para métodos propensos a contaminação e é fundamental na gama baixa de concentrações. Relacionado à análise de brancos está a verificação periódica do LQ, cuja frequência deve aumentar com a proximidade da gama baixa, instabilidade do sinal/ruído de fundo e contaminação (OGC002, 2011).

Os duplicados consistem na repetição de ensaios sobre duas ou mais tomas da amostra submetidas separadamente a todo o processo analítico. No caso de amostras desconhecidas, devem ser realizados duplicados com frequência entre 5% a 10% do número de amostras total, ou seja, num ensaio com duas amostras, por exemplo, o ensaio de uma das amostras deve ser realizado em duplicado. No caso de amostras conhecidas devem ser realizados replicados com regularidade, mas com frequência inferior (OGC002, 2011).

Os ensaios de fortificação (de amostras) consistem na adição do parâmetro de interesse (ou um provável interferente), consoante o objetivo seja de controlar perdas, contaminações ou despistar interferentes.

Os ensaios de recuperação permitem determinar se um método analítico é específico e seletivo quando a taxa de recuperação é próxima de 100% (RELACRE 3, 2000). Devem ser realizados junto ao LQ e permitem o controlo de perdas e contaminações (OGC002, 2011).

A adição de padrão consiste na adição de uma quantidade conhecida de elementos de referência nos padrões e na amostra e é útil quando se pretende determinar a presença de interferências de matriz (OGC002, 2011).

Para apresentar os resultados das ações de CQ de forma fácil, clara e eficaz é recomendado o uso de cartas de controlo estatístico. Nestes documentos registam-se os resultados obtidos na análise de MRI, de brancos, de padrões de calibração, repetição de amostras, desvios entre duplicados, recuperação de adições e/ou informações referentes a parâmetros instrumentais ou de calibração (OGC002, 2011).

O CQ externo inclui (OGC002, 2011):

- utilização de materiais de referência certificados (MRC) ou padrões equivalentes;
- a participação em ensaios interlaboratoriais, nomeadamente de aptidão.

Os MRC são materiais em que o valor de uma ou mais propriedades foi certificado por um processo tecnicamente válido, sendo acompanhado ou rastreável a um documento emitido por uma entidade certificadora (RELACRE 3, 2000).

Permitem estabelecer a rastreabilidade das medições químicas e controlar a exatidão do ensaio, devendo ser utilizados na fase inicial de validação ou implementação de métodos e também na realização rotineira do ensaio (OGC002, 2011).

Os ensaios de comparação interlaboratorial são programas externos ao laboratório que comparam o desempenho analítico de um grupo de laboratórios, sendo que esta validação externa é uma evidência objetiva para o laboratório e para os seus clientes de que o trabalho realizado é, no mínimo, comparável aos resultados analíticos produzidos por outros laboratórios (PCQ.04.7, 2019). Estes ensaios permitem obter informação acerca do BIAS do laboratório, isto é, a estimativa do seu erro sistemático.

Existem ensaios de comparação interlaboratorial variados dependendo do objetivo final (certificação de materiais de referência, normalização de métodos, avaliação de desempenho dos laboratórios, entre outros) (OGC002, 2011).

O laboratório deve analisar os resultados do seu desempenho obtidos através da utilização dos MRC e dos ECI's de forma a:

- avaliar os desvios segundo um critério adequado;
- diagnosticar e identificar as causas dos desvios inaceitáveis;
- definir e implementar ações corretivas, com posterior confirmação da sua eficácia.

Dependendo do tipo e gravidade das constatações, pode ser necessário interromper as análises em curso, verificar as interferências em análises anteriores, reanalisar amostras e/ou alertar clientes e entidades reguladoras (OGC002, 2011).

Nos casos em que não existe MRC ou ECI's, o laboratório deve utilizar mecanismos alternativos para avaliar a sua exatidão ou evidenciar a comparabilidade com outros laboratórios através de:

- uso de padrões reconhecidos pelo setor técnico, internacionais ou nacionais;
- comparação com métodos de referência;
- intensificar as ações de CQ interno.

2.2.4. Resultados em análises químicas

2.2.4.1. Validação dos resultados

Um resultado válido é definido pelo guia RELACRE 3 como tendo *“de satisfazer os requisitos da qualidade que lhe são exigidos.”* Assim sendo, os resultados apresentados nos relatórios de ensaio devem ser sujeitos a uma validação técnica por um ou mais elementos qualificados, sendo que esta validação é independente da validação administrativa dos relatórios, embora possa ser a mesma pessoa que a realize (OGC002, 2011).

Para cada método é necessário designar um responsável e um substituto para efetuar a validação técnica dos respectivos resultados. Devem estar aptos para (OGC002, 2011):

- executar e supervisionar os ensaios em causa;
- conhecer os pontos fracos e críticos do método, as condições de aplicabilidade e restrição, bem como interferências;
- avaliar os resultados do CQ;
- apresentar corretamente os resultados obtidos.

2.2.4.2. Apresentação técnica dos resultados

Os resultados devem ser apresentados nos relatórios de ensaio de forma clara e correta, fornecendo toda a informação necessária ao cliente, bem como cálculos para determinação do resultado (PGQ.17.4).

O laboratório deve definir os critérios para a seleção do número de algarismos significativos usados, as unidades e a capacidade de quantificação do laboratório, de acordo com:

- a legislação e com as normas de ensaio;
- quando o resultado é apresentado sem a incerteza associada, garantir que apenas o último algarismo é afetado de dúvida;
- quando o resultado é apresentado com a incerteza associada, devem conter o mesmo número de algarismos incertos (máximo de dois);
- as instruções do cliente, desde que tecnicamente corretas.

2.3. Quem avalia e acredita um laboratório

A acreditação de um laboratório de ensaio e/ou calibração, segundo a norma ISO/IEC 17025:2005 é, tal como a certificação de um SGQ, voluntária e com o objetivo de obtenção do reconhecimento da qualidade do seu sistema de gestão, mas também as suas competências técnicas na avaliação de conformidade de equipamentos, serviços, produtos e pessoas.

O processo de avaliação e acreditação encontra-se descrito no Regulamento Geral de Acreditação (DRC001) e é realizado por uma equipa de especialistas técnicos que avalia todos os fatores laboratoriais implicados na produção de resultados de ensaio e/ou calibração (IPAC, 2018). São esses fatores (ILAC, 2010):

- competência técnica do pessoal;
- validação e adequação dos métodos de ensaio;
- ambiente do ensaio;
- amostragem, manuseamento e transporte de amostras para ensaio;
- rastreabilidade das medições e calibrações a normas nacionais;
- garantia da qualidade dos ensaios e/ou calibrações.

Posteriormente, para a manutenção da acreditação, o laboratório é reavaliado periodicamente pelo IPAC, de forma a verificar a continuidade da conformidade das suas atividades com os requisitos da norma pelo qual é acreditado. A participação em ECI's também é exigida, sendo também uma ferramenta de avaliação da competência técnica (ILAC, 2010).

2.4. Vantagens da Acreditação

A acreditação permite gerar confiança e credibilidade nos resultados dos ensaios e/ou calibrações obtidos pelo laboratório, uma vez que é garantida a competência técnica na realização dos mesmos. A acreditação vai funcionar como (IPAC, 2019), (ILAC, 2010):

- Regulador técnico da competitividade entre os organismos avaliadores da conformidade, de forma a assegurar que a otimização dos custos não prejudica a qualidade das atividades de ensaio e/ou calibração;
- Ferramenta de globalização, pois a metodologia de acreditação é semelhante em todos os países signatários do MRA, promovendo a internacionalização da economia e consequente livre circulação de produtos e serviços do âmbito da acreditação;
- Fator de competitividade, pois a acreditação permite a existência de infraestruturas tecnológicas de credibilidade reconhecida internacionalmente através do MRA, que facilitam a exportação bem como o acesso a marcas competitivas internacionais e proporcionam a angariação de investimento de alto valor acrescentado;
- Fator de racionalização, sendo a acreditação utilizada como critério na descentralização de atividades estatais para a esfera privada;
- Referencial de competência, uma vez que permite ao laboratório determinar se a execução das suas atividades decorre de acordo com os requisitos da norma;
- Ferramenta de *marketing*, pois a acreditação funciona como indicador confiável de competência técnica e como meio de apresentação de propostas de contrato a empresas que pretendem serviços realizados em laboratórios verificados de forma independente.

2.5. Dificuldades da acreditação

Para a acreditação dos métodos de ensaio e/ou calibração, o laboratório tem de implementar um SGQ, o que implica recursos humanos qualificados, equipamentos necessários para realização dos ensaios de ensaio ou calibrações, verificação e/ou calibração de material e equipamentos, plano de formação contínua e realização de auditorias internas e externas. Todos estes fatores mencionados anteriormente implicam custos financeiros à organização, sendo esta a principal barreira à acreditação (Almeida & Pires, 2006).

3. Norma ISO/IEC 17025:2005

A norma abordada neste trabalho é a segunda edição da norma ISO/IEC 17025 que foi publicada em 2005 e que substituiu a norma ISO/IEC 17025:2000, devido ao aparecimento da norma ISO 9001:2000 – Sistemas de gestão de qualidade, que fornece requisitos para o SGQ das organizações.

A norma ISO/IEC 17025:2005 identifica os requisitos gerais de competência que um laboratório de ensaios e/ou calibrações deve obedecer para ser acreditado: inclui métodos normalizados, métodos não normalizados e métodos desenvolvidos pelo laboratório (ISO/IEC 17025:2005).

A implementação da norma ISO/IEC 17025:2005 é aplicável a todos os laboratórios de ensaio e/ou calibração, independentemente da extensão do âmbito dos ensaios e/ou calibrações abrangidas pela acreditação, bem como do número de colaboradores.

A norma ISO/IEC 17025:2005 divide-se em duas partes: no capítulo 4 os requisitos de gestão e no capítulo 5 os requisitos técnicos. Os requisitos de gestão são análogos aos requisitos principais da norma ISO 9001 e referem-se aos requisitos gerais a implementar pelo laboratório para a qualidade ao nível da gestão. Os requisitos técnicos dizem respeito à competência do pessoal que trabalha com os equipamentos específicos, realiza ensaios e/ou calibrações, condições ambientais, implementação e/ou validação de métodos e validação e apresentação de resultados.

REQUISITOS DA GESTÃO	REQUISITOS TÉCNICOS
4.1. Organização	5.1. Generalidades
4.2. Sistema de gestão	5.2. Pessoal
4.3. Controlo de documentos	5.3. Instalações e condições ambientais
4.4. Análise de consultas, propostas e contratos	5.4. Métodos de ensaio e/ou 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. Garantia da 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. Revisão pela gestão	

Tabela I. Requisitos da norma ISO/IEC 17025:2005.

3.1. Requisitos da gestão

3.1.1. Organização

O laboratório tem a responsabilidade de realizar os seus ensaios e/ou calibrações de forma a cumprir os requisitos inerentes à norma ISO/IEC 17025:2005 e atendendo às necessidades dos clientes, das entidades reguladoras e das entidades responsáveis pela acreditação. Todas as atividades realizadas no interior do laboratório, em locais externos ao laboratório e em instalações temporárias podem estar incluídas no sistema de gestão. Assim, o laboratório deve dispor de (ISO/IEC 17025:2005):

- Pessoal técnico e de gestão que tenham os meios necessários para a realização das suas atividades, incluindo a implementação, melhoria e manutenção do sistema de gestão, de forma a identificar trabalho não conforme nos ensaios e/ou calibrações e ações que previnam ou minimizem as consequências dessas não conformidades e consciente da importância das suas atividades e da forma como contribuem para atingir os objetivos do sistema de gestão;
- Órgãos de gestão e pessoal livre de pressões e influências internas ou externas, de origem comercial, financeira ou outra, que possam afetar negativamente a qualidade do seu trabalho;
- Políticas e procedimentos que promovam e protejam a informação confidencial e os direitos de propriedade dos clientes;
- Políticas e procedimentos que previnam o envolvimento em atividades que diminuam a confiança na competência, imparcialidade, capacidade de avaliação e operacional do laboratório;
- Definição da organização e da sua estrutura e relações entre a gestão da qualidade, operações técnicas e serviços de apoio;
- Especificação da responsabilidade, autoridade e relações entre o pessoal que gere, executa e verifica as atividades de ensaio e/ou calibração e que podem afetar a qualidade na realização dos mesmos;
- Supervisão do pessoal que realiza ensaios e/ou calibrações por pessoas com experiência nos métodos e procedimentos.
- Um gestor de qualidade que deve ter acesso direto ao mais alto nível da gestão onde são tomadas as decisões sobre a política e recursos do laboratório e nomeação dos seus substitutos.

3.1.2. Sistema de gestão

O laboratório deve implementar e manter um sistema de gestão adequado ao propósito das suas atividades e que consta do manual da qualidade. As suas políticas, sistemas, programas, procedimentos e instruções devem estar documentadas e acessíveis a todos os colaboradores da organização, de forma a garantir a qualidade na realização dos seus ensaios e/ou calibrações. Os objetivos devem ser definidos e revistos aquando da revisão pela gestão.

A gestão de topo deve autorizar a publicação da declaração da política de qualidade, que deve conter os seguintes pontos:

- compromisso da gestão do laboratório em relação às boas práticas profissionais e qualidade dos ensaios e/ou calibrações;
- declaração da gestão acerca do nível do serviço laboratorial;
- propósito do sistema de gestão em relação à qualidade;
- conter um requisito que defina que todos os colaboradores que realizem ensaios e/ou calibrações tomam conhecimento da documentação da qualidade e apliquem as políticas e procedimentos na sua atividade;
- compromisso dos colaboradores do laboratório em cumprir os requisitos da norma ISO/IEC 17025:2005 e melhorar continuamente o sistema de gestão.

A gestão de topo deve comprometer-se com o desenvolvimento e implementação do sistema de gestão, bem como a melhoria constante da sua eficácia. A gestão de topo deve garantir a integridade do sistema de gestão após alterações ao mesmo.

A organização deve ser sensibilizada pela gestão de topo para a importância de satisfazer os requisitos dos clientes e também os requisitos dos regulamentos e estatutos.

O manual da qualidade deve apresentar a organização da documentação utilizada no sistema de gestão e referir os procedimentos de suporte, como por exemplo, os procedimentos técnicos.

3.1.3. Controlo de documentos

O controlo de documentos é um procedimento para a gestão documental interna e externa respeitante ao sistema de gestão. Permite que a documentação (procedimentos, normas, instruções técnicas, entre outros) aprovada seja distribuída, controlada e atualizada, devendo estar escritos numa linguagem acessível para quem os utiliza. Os documentos do sistema de gestão devem estar identificados com data de emissão e/ou número da revisão, numeração das páginas, número total de páginas e autoridade emissora. Assim, o procedimento deve garantir:

- a disponibilidade dos documentos atualizados nos locais onde se realizam as operações de funcionamento do laboratório;
- a análise e revisão periódica dos documentos, de forma a salvaguardar a sua adequação;
- que a documentação obsoleta é retirada dos pontos de distribuição e utilização, sendo devidamente identificada como tal e conservada por questões legais.

As alterações efetuadas nos documentos devem ser revistas e aprovadas por quem inicialmente realizou a revisão, que deve ter acesso à informação de suporte para efetuar a revisão e aprovação. As emendas manuscritas devem ser datadas e rubricadas e manterem-se apenas até à reedição do documento. É necessária a identificação da modificação ou criação de texto no documento, aquando da sua reedição.

Deve ser estabelecido um procedimento para definir o modo de alteração e controlo de documentação em suporte digital.

3.1.4. Análise de consultas, propostas e contratos

Os procedimentos que conduzam a contratos para a realização de ensaios e/ou calibrações devem garantir:

- que os requisitos, como por exemplo os métodos a utilizar, estejam devidamente definidos, documentados e entendidos;
- que o laboratório tem os recursos necessários para satisfação dos requisitos;
- a seleção do método de ensaio e/ou de calibração adequado e satisfazer os requisitos dos clientes.

As divergências entre a consulta ou proposta e o contrato devem ser resolvidas antes do início do trabalho e o laboratório deve manter os registos das análises e de modificações e discussões pertinentes com os clientes acerca dos requisitos e resultados do trabalho. O trabalho subcontratado também deve estar incluído no registo de análises.

3.1.5. Subcontratação de ensaios e/ou calibrações

A subcontratação de trabalhos (devido, por exemplo, a excesso de trabalho, incapacidade temporária, necessidade de maior grau de especialização) deve ser entregue a um subcontratado competente (acreditado), que atua em conformidade com a norma aplicável ao trabalho em causa. A subcontratação de ensaios e/ou calibrações acreditados por um período superior a seis meses é considerada subcontratação permanente.

O procedimento relativo à subcontratação de ensaios e/ou calibrações deve definir:

- a necessidade de informar o cliente por escrito da subcontratação e obter, quando necessário, a sua autorização por escrito;
- a responsabilidade do laboratório pelo trabalho subcontratado perante o cliente, exceto se o cliente definir qual a empresa subcontratada;
- a conservação dos registos de todos os subcontratos, incluindo os registos que evidenciam a conformidade com a norma ISO/IEC 17025:2005.

3.1.6. Aquisição de produtos e serviços

O laboratório deve definir um procedimento para aquisição de produtos e serviços que influenciam a qualidade dos ensaios e/ou calibrações. Devem também ser definidos procedimentos para a compra, receção e armazenamento de reagentes e produtos consumíveis de laboratório essenciais à realização de ensaios e/ou calibrações.

O laboratório deve assegurar que os produtos e consumíveis que influenciam a qualidade dos ensaios e/ou calibrações são verificados, de forma a atestar a sua conformidade com os requisitos da norma ou métodos utilizados nos ensaios e/ou calibrações. Os registos das verificações de conformidade devem ser conservados.

Os documentos de compra de itens que interferem na qualidade dos ensaios e/ou calibrações devem descrever os serviços e produtos encomendados e o seu conteúdo técnico deve ser analisado antes da sua emissão.

O laboratório deve avaliar os fornecedores de produtos, consumíveis e serviços que influenciam a qualidade dos ensaios e/ou calibrações e manter registos dessas avaliações, bem como elaborar uma lista de aprovação de fornecedores.

3.1.7. Serviço ao cliente

O laboratório deve cooperar com o cliente e/ou com os seus representantes no esclarecimento do pedido do cliente e no acompanhamento do trabalho executado, desde que a confidencialidade do laboratório em relação a outros clientes seja garantida. O laboratório deve procurar o retorno da informação por parte dos clientes, de forma a melhorar o sistema de gestão, as atividades de ensaio e/ou calibração e o serviço ao cliente.

3.1.8. Reclamações

O laboratório deve definir um procedimento para resolver reclamações por parte de clientes e de terceiros. Os registos de todas as reclamações, investigações e ações corretivas devem ser conservados.

3.1.9. Controlo de trabalho de ensaios e/ou de calibração não conforme

O laboratório deve definir um procedimento para implementar quando o seu trabalho de ensaio e/ou calibração ou os respetivos resultados não se apresentem em conformidade com os próprios procedimentos e/ou requisitos acordados com o cliente. Esse procedimento deve assegurar:

- a atribuição da responsabilidade e autoridade para a gestão do trabalho não conforme e definição de ações quando ocorre deteção de não conformidades;
- a avaliação do trabalho não conforme;
- o empreendimento imediato de correção do trabalho não conforme;
- a notificação do cliente e a reavaliação do trabalho;
- definição da responsabilidade pela autorização do reinício do trabalho.

Quando a avaliação indicar a possibilidade de ocorrência de trabalho não conforme ou existam dúvidas na conformidade dos procedimentos do laboratório, devem ser seguidos os procedimentos para implementação de ações corretivas.

3.1.10. Melhoria

A eficácia do sistema de gestão do laboratório deve ser continuamente melhorada, através do recurso à política da qualidade, dos resultados obtidos em auditoria, análise de dados, ações corretivas, ações preventivas e da revisão pela gestão.

3.10.11. Ações corretivas

O laboratório deve estabelecer um procedimento e designar os responsáveis para a implementação de ações corretivas quando é identificado trabalho não conforme ou desvios relativamente aos procedimentos e políticas definidos no sistema de gestão e nas operações técnicas.

As exigências da norma ISO/IEC 17025:2005 para a implementação de ações corretivas definem:

- que seja realizada uma análise de causas através da investigação para determinar a(s) causa(s) que originaram o trabalho não conforme;
- a identificação de ações corretivas e a sua implementação de forma a eliminar o problema e impedir a sua repetição;
- o acompanhamento dos resultados das ações corretivas pelo laboratório, de forma a verificar a eficácia das mesmas;
- auditorias complementares às áreas de atividade onde foram detetadas não conformidades ou desvios que suscitem dúvidas acerca da conformidade do laboratório com os seus procedimentos e políticas ou com a norma ISO/IEC 17025:2005.

3.1.12. Ações preventivas

Devem ser identificadas as melhorias necessárias e os principais focos de potenciais não conformidades, relativamente à parte técnica e ao sistema de gestão. Sempre que forem identificadas oportunidades de melhoria ou constatada a necessidade de ações corretivas, devem ser desenvolvidos, implementados e acompanhados planos de ação que permitam a redução de trabalho não conforme e aproveitar as oportunidades de melhoria.

3.1.13. Controlo de registos

O laboratório deve definir um procedimento para o controlo de registos técnicos e da qualidade (identificação, recolha, indexação, acesso, arquivo, armazenamento, manutenção e eliminação). Os registos da qualidade devem incluir os relatórios de auditorias internas, registos das ações corretivas e preventivas e das revisões pela gestão.

Os registos devem ser legíveis, armazenados e conservados em local seguro, com garantia de confidencialidade e deve ser definido o seu tempo de conservação.

O laboratório deve ter um procedimento para proteção e execução de cópias de segurança de registos armazenados em suporte digital e interdição a cópias não autorizadas ou alterações dos registos.

Os registos técnicos como relatórios de auditorias e revisões pela gestão, registos de ações corretivas e preventivas e registos dos recursos humanos devem ser controlados. Se forem detetados erros, os registos devem ser traçados e nunca apagados, devendo o valor correto ser escrito ao lado, devidamente datado e rubricado pela pessoa que efetuou a correção.

3.1.14. Auditorias internas

O laboratório deve definir um procedimento e estabelecer um programa de auditorias internas periódicas às suas atividades para verificação da conformidade com os requisitos da norma ISO/IEC 17025:2005 e os requisitos de gestão.

O programa de auditoria interna deve incluir todos os componentes do sistema de gestão, incluindo os ensaios e/ou calibrações e é da responsabilidade do gestor da qualidade. É recomendado que o ciclo de auditoria interna seja completado em 12 meses, sendo que o laboratório deve apresentar justificação válida sempre que este prazo for ultrapassado.

As auditorias internas podem ser efetuadas por pessoal pertencente ao laboratório ou por pessoal externo, desde que garantam as seguintes condições:

- a equipa auditora possua competências para o âmbito da auditoria e qualificações para a norma ISO/IEC 17025:2005 e para os métodos de ensaios e/ou calibrações, sendo o laboratório responsável por evidenciar essas competências;
- a equipa auditora seja independente da atividade a auditar;
- a eficácia das auditorias internas.

Quando as constatações da auditoria interna suscitem dúvidas acerca da eficácia das operações ou rigor no resultado dos ensaios e/ou calibrações, é da responsabilidade do laboratório implementar uma ação corretiva e notificar por escrito os clientes caso a investigação confirme que os resultados enviados para cliente foram afetados.

3.1.15. Revisão pela gestão

A gestão de topo do laboratório deve organizar periodicamente (de 12 em 12 meses) uma revisão do sistema de gestão e das atividades de ensaio e/ou calibração, com base num programa e procedimento definidos, de forma a garantir a adequação e eficácia do SGQ, bem como introduzir alterações e melhorias. Os resultados da revisão pela gestão e das ações consequentes devem ser registados e a gestão deve garantir que estas ações são realizadas no prazo adequado.

A revisão pela gestão deve incluir:

- a adequação das políticas e procedimentos;
- os relatórios do pessoal da direção e supervisão;
- os relatórios de auditorias internas recentes;
- as ações corretivas e preventivas;
- a avaliação efetuada por organizações externas;
- os resultados obtidos em circuitos interlaboratoriais e ensaios de aptidão;

- as alterações no volume e tipo de trabalho;
- a informação de retorno dos clientes;
- as reclamações;
- as recomendações de melhoria;
- atividade de controlo da qualidade, recursos e formação do pessoal.

O sistema de gestão deve evidenciar a melhoria contínua recorrendo à política da qualidade, aos objetivos definidos pela qualidade, aos resultados obtidos em auditoria, às ações corretivas e preventivas, à análise de dados e à revisão pela gestão, permitindo que os serviços e resultados prestados aos clientes sejam fiáveis e rigorosos.

3.2. Requisitos técnicos

3.2.1. Generalidades

A exatidão dos ensaios e/ou calibrações de um laboratório são influenciados por:

- fatores humanos;
- instalações e condições ambientais;
- métodos de ensaio e/ou calibração e validação de métodos;
- equipamentos;
- rastreabilidade das medições;
- amostragem;
- manuseamento de itens a ensaiar.

3.2.2. Pessoal

As qualificações e competências do pessoal que trabalha com equipamentos específicos, realizam ensaios e/ou calibrações, avaliam resultados e assinam relatórios de ensaio e certificados de calibração é da responsabilidade do laboratório. O laboratório deve ter um procedimento para identificar as necessidades de formação do pessoal e a eficácia das formações deve ser avaliada.

O pessoal que se encontre em formação deve ser supervisionado por uma pessoa experiente, que garanta que o trabalho realizado está de acordo com o sistema de gestão do laboratório.

O laboratório deve manter atualizada a descrição de funções do pessoal de gestão, técnico e de apoio envolvido nos ensaios e/ou calibrações.

A gestão deve autorizar o pessoal específico a realizar determinados tipos de amostragem, ensaios e/ou calibrações, a emitir relatórios de ensaios ou certificados de calibração, a emitir opiniões e interpretações e a utilizar certos equipamentos.

Os registos das autorizações, competências, qualificação, formação e experiência do pessoal técnico deve ser mantida pelo laboratório. Esta informação deve estar acessível e indicar a data de atribuição da autorização e/ou competência.

3.2.3. Instalações e condições ambientais

Os requisitos relacionados com as instalações e condições ambientais que interfiram na qualidade dos resultados dos ensaios e/ou calibrações devem estar documentados.

O laboratório deve garantir que as condições ambientais não invalidam os resultados dos ensaios e/ou calibrações. O laboratório deve ter especial cuidado quando os ensaios e/ou calibrações são efetuados fora das suas instalações permanentes.

3.2.4. Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos

Devem ser utilizados métodos e procedimentos adequados para a realização de ensaios e/ou calibrações no âmbito da sua atividade: amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento e preparações dos itens a ensaiar e/ou calibrar e, quando apropriado, estimar a incerteza de medição e técnicas estatísticas para análise de dados obtidos nos ensaios e/ou calibrações.

O laboratório deve ter instruções dos equipamentos a utilizar nos ensaios e/ou calibrações, bem como instruções para o manuseamento e preparação dos itens a ensaiar e/ou calibrar. As instruções, manuais de utilização e normas devem estar atualizados e serem de fácil acesso ao pessoal. Os desvios aos métodos de

ensaio e/ou calibração apenas são permitidos se forem documentados, tecnicamente justificados e autorizados pelo cliente.

Nos casos em que o cliente não especificar o método a utilizar, o laboratório deve utilizar preferencialmente métodos publicados em normas internacionais, regionais ou nacionais em vigor ou publicados por organismos de reputação reconhecida e que satisfaçam as necessidades dos clientes. Podem também ser utilizados métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório, desde que tenham sido validados e se adequem à utilização pretendida pelo cliente, que deve ser informado do método escolhido.

A validação de um método é a demonstração que o método interno de ensaio, nas condições em que é realizado, tem as características necessárias para a obtenção de resultados com a qualidade exigida (Guia Relacre 13, 2000). Os resultados obtidos no processo de validação, bem como o procedimento utilizado e a adequação do método à utilização pretendida devem ser registados pelo laboratório. Devem ser alvo de validação:

- métodos não normalizados;
- métodos desenvolvidos pelo laboratório;
- métodos normalizados utilizados fora do âmbito da acreditação;
- extensões ou modificações de métodos normalizados.

O desenvolvimento de métodos pelo laboratório deve ser uma atividade planeada e realizada por pessoal qualificado e dotado dos recursos necessários.

A utilização de métodos não normalizados deve se acordada com o cliente e devem incluir especificações dos seus requisitos e finalidade do ensaio e/ou calibração. A gama e a exatidão dos valores obtidos através de métodos validados (incerteza dos resultados, limite de deteção, seletividade do método, linearidade, limites de repetibilidade e/ou reprodutibilidade, robustez, influências externas e a sensibilidade cruzada a interferências da matriz da amostra) tal como avaliado para a utilização pretendida, devem ser relevantes de acordo com as necessidades do cliente.

Um laboratório de ensaio e/ou calibração deve aplicar um procedimento para determinar a incerteza de medição dos seus ensaios e todos os tipos de calibração. Para a estimativa de incerteza de medição devem ser consideradas todas as componentes da incerteza com importância em cada situação, utilizando métodos de análise adequados. As componentes que podem contribuir para a incerteza final de medição são:

- padrões de referência e materiais de referência utilizados;
- métodos e equipamentos utilizados;

- condições ambientais aquando da medição;
- características técnicas do item a ensaiar e/ou calibrar.

O laboratório deve ter um sistema de controlo de dados e verificar sistematicamente os cálculos, transcrições efetuadas e resultados emitidos. No caso do uso de computadores ou equipamentos automatizados, estes devem ser alvo de manutenção e o *software* utilizado deve estar documentado e validado como apto para utilização. Devem ser estabelecidos e implementados sistemas de proteção de dados de ensaio e/ou calibração que garantam a integridade dos mesmos.

3.2.5. Equipamento

O laboratório deve dispor de todo o material de amostragem, medição e ensaio necessários à correta execução do ensaio e/ou calibração, de forma a garantir resultados credíveis e rigorosos. No caso de utilização de equipamentos externos ao laboratório, este tem de garantir que cumprem com os requisitos e características da norma ISO/IEC 17025:2005.

Os equipamentos utilizados em ensaios e/ou calibrações que interfiram na exatidão e/ou validade do resultado devem ser calibrados ou verificados antes da sua entrada ao serviço, de forma a demonstrar que cumprem os requisitos normativos e laboratoriais. Após a calibração ou verificação, os equipamentos devem ser etiquetados e essa etiqueta deve indicar a data da última verificação ou calibração, bem como a data da próxima. O laboratório deve definir um procedimento para verificações intermédias, de forma a garantir a confiança no estado de calibração do equipamento.

Devem ser estabelecidos programas de calibração para as principais grandezas ou valores dos instrumentos, sempre que estes fatores tenham impacto significativo no resultado.

Cada equipamento e respetivo *software* utilizado pelo laboratório deve estar identificado, sendo apenas utilizado por pessoal qualificado. Devem ser mantidos registos para cada item do equipamento e respetivo *software* relevante para os ensaios e/ou calibrações, que incluam:

- identificação do item do equipamento e do seu *software*;
- nome do fabricante, identificação do modelo e número de série;
- as verificações do cumprimento das especificações;

- localização habitual (quando apropriado);
- instruções do fabricante ou a indicação da sua localização;
- as datas, os resultados e as cópias dos relatórios e certificados das calibrações, ajustes, critérios de aceitação e data prevista da próxima calibração;
- plano de manutenção (se aplicável) e manutenções efetuadas até à data atual;
- danos, avarias, modificações ou reparações no equipamento.

De forma a garantir a correta utilização e segurança, transporte, armazenamento e manutenção do equipamento de medição, o laboratório deve ter documentado os procedimentos necessários. Nos casos em que o equipamento sofra sobrecarga, manuseamento indevido, origine resultados suspeitos ou apresente-se fora dos limites especificados, deve ser identificado como fora de serviço e até à sua reparação deve ser iniciado o "Controlo de trabalho de ensaio e/ou calibração não conforme". Quando reparado, o equipamento é sujeito a nova calibração ou verificação, de forma a demonstrar que está a funcionar corretamente.

Um equipamento é considerado fora de controlo permanente do laboratório quando for cedido temporariamente para uso por pessoas externas ao laboratório (por exemplo: investigação, formação ou partilha com outro departamento da entidade) ou em casos em que é utilizado um equipamento externo ao qual o laboratório recorre temporariamente (por exemplo, em caso de avarias ou acidentes).

3.2.6. Rastreabilidade das medições

Todos os equipamentos utilizados para ensaios e/ou calibrações, incluindo equipamentos para medições complementares (medição das condições ambientais, por exemplo) que tenham uma influência significativa sobre a exatidão ou a validade do resultado obtido no ensaio, calibração ou amostragem, devem ser calibrados antes da entrada ao serviço. O laboratório deve estabelecer um programa e procedimentos de calibração dos seus equipamentos e estes devem incluir um sistema para seleção, utilização, calibração, verificação, controlo e manutenção dos padrões, materiais de referência utilizados como padrões e equipamentos de medição e ensaio usados na realização de calibrações e ensaios.

Os padrões de referência devem ser calibrados por um organismo que garanta a rastreabilidade da calibração e devem ser calibrados antes e depois de cada ajuste efetuado. Por sua vez, os materiais de referência devem, sempre que possível, ser rastreáveis às unidades SI ou a materiais de referência certificados e, no caso de

serem materiais de referência internos, devem ser verificados com uma periodicidade técnica e economicamente viável.

A calibração dos equipamentos pode ser efetuada por uma entidade externa (calibração externa) ou realizadas pelo próprio laboratório (calibração interna), desde que os requisitos na norma ISO/IEC 17025:2005 sejam cumpridos.

Devem ser realizadas verificações intermédias de forma a garantir a confiança no estado de calibração dos padrões de referência, padrões primários, padrões de transferência e padrões de trabalho, de acordo com programas e procedimentos definidos.

O manuseamento, transporte, armazenamento e utilização dos padrões de referência deve ser descrito em procedimento, de forma a garantir condições de segurança.

- Nos laboratórios de calibrações, o programa de calibração dos equipamentos deve ser definido de modo a que as calibrações e medições sejam rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades. Estes laboratórios estabelecem a rastreabilidade dos seus próprios padrões e instrumentos de medição através de um circuito ininterrupto de calibrações ou comparações que os relacionam a padrões primários. Os certificados de calibração emitidos por estes laboratórios devem apresentar os resultados das medições, incluindo a incerteza da medição e/ou uma declaração da conformidade com a especificação metrológica identificada.

3.2.7. Amostragem

A amostragem é o procedimento através do qual é recolhida parte da substância ou produto para realização do ensaio e/ou calibração.

O laboratório deve ter um plano e procedimento de amostragem para realizar amostragens de materiais ou produtos para posterior ensaio e/ou calibração, que devem estar disponíveis no local de realização da atividade. O plano de amostragem deve ser baseado em métodos estatísticos e os procedimentos devem especificar os fatores a controlar, de forma a garantir a validade dos ensaios e/ou calibrações.

Sempre que o cliente tenha solicitações que impliquem desvios, adiamentos ou exceções ao procedimento de amostragem documentado, estes devem ser registados juntamente com os dados de amostragem apropriados, incluídos em documentos que contenham resultados de ensaios e/ou calibrações e comunicado a todo o pessoal envolvido.

3.2.8. Manuseamento de itens a ensaiar

O laboratório deve dispor de procedimentos para o transporte, receção, manuseamento, protecção, armazenamento, conservação e/ou eliminação de itens a ensaiar e/ou calibrar e que incluam todas as disposições necessárias para protecção da integridade desses itens e salvaguardar os interesses do laboratório e do cliente.

É recomendado que o laboratório disponha de um sistema de identificação de itens a ensaiar e/ou calibrar, de forma a garantir que itens não são confundidos fisicamente nem em documentos e/ou registos. A identificação pode ser através de etiquetas, código do equipamento, marcação ou referência do cliente (IPAC, 2010), sendo que esta deve ser conservada enquanto o item permanecer no laboratório.

Quando o item a ensaiar e/ou calibrar é rececionado, devem ser registadas as anomalias ou desvios relativamente às condições normais ou específicas, descritas no método de ensaio e/ou calibração.

O laboratório, antes de iniciar o trabalho, deve pedir mais instruções ao cliente e registar as conclusões nos seguintes casos:

- o item não corresponde à descrição fornecida pelo cliente;
- não for adequado para realização do ensaio e/ou calibração;
- quando o ensaio e/ou calibração solicitados não estejam descritos com o detalhe suficiente.

O laboratório deve ainda ter procedimentos e instalações adequadas que impeçam a deterioração ou perda do item a ensaiar e/ou calibrar no decorrer do seu armazenamento, manuseamento e preparação. As instruções de manuseamento que acompanham os itens a ensaiar e/ou calibrar devem ser seguidas e sempre que estes tenham de ser armazenados sob condições ambientais específicas, estas devem ser monitorizadas e registadas.

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

O laboratório deve ter procedimentos de controlo da qualidade de forma a monitorizar a validade dos ensaios e calibrações efetuadas. Os dados obtidos dessa monitorização devem ser registados, de forma a detetar tendências e, quando possível, aplicar a análise estatística dos resultados obtidos. A monitorização deve ser planeada e revista, incluindo:

- uso regular de materiais de referência certificados e/ou de controlo da qualidade interno com recurso a materiais de referência secundários;

- participação em programas de comparação interlaboratorial ou ensaios de aptidão;
- ensaios e/ou calibrações em replicado, utilizando os mesmos métodos ou diferentes métodos;
- novo ensaio ou calibração de itens retidos;
- correlação dos resultados de características diferentes de um mesmo item.

Os dados de controlo devem ser analisados e, nos casos em que não satisfaçam os critérios definidos, devem ser tomadas medidas planeadas de forma a corrigir o problema e evitar a apresentação de resultados incorretos.

3.2.10. Apresentação de resultados

Os resultados de cada ensaio e/ou calibração ou séries de ensaios e/ou calibrações realizados pelo laboratório devem ser apresentados de forma exata, clara, inequívoca e objetiva, conforme as instruções específicas dos métodos de ensaio e/ou calibração. Os resultados apresentam-se na forma de relatório de ensaio e/ou certificado de calibração e devem incluir todas as informações solicitadas pelo cliente e necessárias para interpretação dos resultados, bem como as informações exigidas pelo método utilizado.

No caso de ensaios e/ou calibrações realizados para clientes internos ou quando é realizado um acordo escrito com o cliente, os resultados podem ser apresentados de forma simplificada.

Os relatórios de ensaio e certificados de calibração devem conter, no mínimo, a seguinte informação:

- um título;
- nome e morada do laboratório, bem como local onde os ensaios e/ou calibrações forem realizados (quando são realizados fora do laboratório);
- a identificação do relatório de ensaio e/ou do certificado de calibração (tal como o número de série), identificação do número de página e identificação do final do relatório de ensaio e/ou do certificado de calibração;
- nome e morada do cliente;
- identificação do método utilizado;

- a descrição, estado e identificação inequívoca do item a ensaiar e/ou calibrar;
- a data de receção do(s) item(ns) para ensaio e/ou calibração, sempre que seja útil para validade e/ou utilização dos resultados e a(s) data(s) de ensaio e/ou calibração;
- referência ao plano e aos procedimentos de amostragem utilizados pelo laboratório ou por outros organismos, sempre que sejam relevantes para a validade e/ou utilização dos resultados;
- os resultados dos ensaios e/ou calibrações, incluído, sempre que adequado, as unidades de medição;
- o(s) nome(s), função(ões) e assinatura(s) ou identificação equivalente da(s) pessoa(s) que autoriza(m) o relatório de ensaio ou certificado de calibração;
- se relevante, uma declaração em como os resultados apenas de referem ao(s) item(ns) ensaiado(s) ou calibrado(s).

E ainda, sempre que essencial para a interpretação de resultados, os relatórios de ensaio (requisito 5.10.3) devem incluir:

- desvios, adições ou exclusões ao método de ensaio e informações sobre as condições específicas de ensaio, tais como condições ambientais;
- uma declaração de conformidade ou não conformidade com requisitos e/ou especificações;
- declaração sobre a incerteza de medição estimada em casos de validação ou utilização de resultado de ensaio, quando for um requisito de cliente ou quando a incerteza afetar o cumprimento do limite de uma especificação;
- opiniões e interpretações, sempre que necessário;
- informação complementar que possa ser exigida por métodos específicos, clientes ou grupos de clientes.

Os relatórios de amostragem, para além das informações já referidas, devem incluir, quando necessário para interpretação de resultados:

- data de amostragem;
- identificação inequívoca do material ou produto amostrado (nome do fabricante, modelo ou tipo de designação ou número de série, conforme apropriado);
- local de amostragem, incluindo diagramas, esboços ou fotografias;
- referência ao plano e procedimentos de amostragem utilizados;
- pormenores relativos às condições ambientais durante a amostragem que possam afetar a interpretação dos resultados do ensaio;
- qualquer norma ou outra especificação relativa ao método ou procedimento de amostragem e desvios, adições ou exclusões à especificação em questão.

Os certificados de calibração, para além da informação já referida nos relatórios de ensaio, sempre que a informação seja essencial para interpretação dos resultados, devem incluir:

- as condições (ambientais, por exemplo) em que as calibrações foram realizadas e que possam afetar os resultados da medição;
- a incerteza da medição e/ou declaração de conformidade com a especificação metrológica identificada, ou com cláusulas dessa especificação;
- a evidência da rastreabilidade das medições.

O certificado de calibração deve referir-se às grandezas e resultados de ensaio funcionais. Caso seja emitida uma declaração de conformidade com uma especificação, esta deve identificar as cláusulas da especificação que foram, ou não, cumpridas e ter em consideração a incerteza da medição.

Quando for emitida uma declaração de conformidade com uma especificação que omita os resultados da medição e as incertezas a ela associadas, o laboratório deve registar esses resultados e conservá-los para eventual referência.

Sempre que um instrumento a calibrar tenha sido alvo de ajustes ou reparação, devem ser apresentados, se disponíveis, os resultados da calibração antes e depois do ajuste ou reparação.

O certificado ou etiqueta de calibração não devem incluir nenhuma recomendação relativa ao intervalo de calibração, exceto se tal tiver sido acordado com o cliente. Este requisito pode, no entanto, ser anulado por regulamentos legais.

Quando forem incluídas opiniões ou interpretações, o laboratório deve documentar as bases em que estas se fundamentam. Nos relatórios de ensaio, as opiniões e interpretações devem ser assinaladas como tais.

Os resultados incluídos em relatórios de ensaios de subcontratação devem ser claramente identificados. O subcontrato deve apresentar os resultados por escrito ou em suporte eletrónico.

Nos casos de subcontratação de uma calibração, o laboratório que realizou o trabalho deve emitir um certificado de calibração para o laboratório contratante.

A transmissão dos resultados de ensaios e/ou calibrações por telefone, telex, fax ou outro meio eletrónico ou eletromagnético deve cumprir com os requisitos na norma.

O formato dos relatórios de ensaio e/ou certificados de calibração deve ser concebido de forma a incluir cada tipo de ensaio e/ou calibração realizado e minimizar a possibilidade de má compreensão ou uso incorreto.

As emendas a um relatório de ensaio ou a um certificado de calibração após a emissão, devem ser feitas sob a forma de um novo documento ou de uma nova transferência de dados, que inclua a seguinte declaração: "Suplemento ao Relatório de Ensaio [ou Certificado de Calibração], número de série... [ou qualquer outra identificação]", ou um texto de forma equivalente. As emendas devem respeitar todos os requisitos da norma.

Sempre que for necessário emitir um novo relatório de ensaio e/ou certificado de calibração completo, este deve ser identificado de modo inequívoco e conter uma referência ao documento original que substituiu.

4. Auditorias

4.1. Definição de auditoria

As auditorias são um processo sistemático, independente e documentado para obtenção de evidências e avaliação, de forma a determinar se foram cumpridos os critérios de auditoria (EN ISO/IEC 17025, 2005).

A realização de auditorias permite identificar não conformidades e, conseqüentemente, implementar ações corretivas e ainda identificar oportunidades de melhoria para a organização.

As auditorias dividem-se em três tipos, como indicado na tabela II: de primeira parte ou internas, de segunda parte ou no fornecedor e de terceira parte ou externas.

Tipo de auditoria	Definição
Interna ou de primeira parte	Realizada pela organização, com recurso a um auditor interno (oriundo da organização ou contratado), ao próprio sistema, procedimentos e processos.
No fornecedor ou de segunda parte	Realizada pela organização ou por outras entidades em seu nome a um fornecedor, com o objetivo de avaliar a conformidade do sistema, requisitos legais e/ou contratuais.
Externa ou de terceira parte	Realizada por um auditor independente de forma a obter o reconhecimento formal de que a organização dispõe de um sistema de gestão implementado que cumpre uma norma de referência, resultando na emissão de um certificado de acreditação.

Tabela II. Tipos de auditorias.

O auditor deve ser experiente e independente (o mais possível) do laboratório a auditar e treinado de forma a compreender de forma clara os requisitos e linhas de orientação da norma EN ISO/IEC 17025. Deve ainda estar familiarizado com os métodos normativos e procedimentais dos ensaios a auditar (PGQ.13.3, 2015).

A auditoria é constituída por cinco fases:

- Início
 - ✓ É estabelecido o primeiro contacto com a auditoria a realizar.

- Preparação das atividades
 - ✓ análise preliminar de documentação;
 - ✓ Constatações, definição e elaboração do plano de auditoria;
 - ✓ divisão de tarefas pela equipa de auditores (caso seja mais que um elemento);
 - ✓ preparação da documentação necessária para realização da auditoria.

- Execução da auditoria
 - ✓ reunião de abertura;
 - ✓ realização da auditoria;
 - ✓ reunião de conclusão.

- Conclusão da auditoria
 - ✓ implementação de ações corretivas (quando necessário).

No final da auditoria, o auditor ou equipa auditora é responsável pela elaboração de um relatório onde ficam registadas todas as informações recolhidas no decorrer da auditoria, onde deve constar (PGQ.13.3, 2015):

- data de realização da auditoria e da elaboração do relatório;
- identificação da equipa auditora;
- identificação e registo dos analistas auditados;

- registo das constatações da auditoria;
- lista de documentos auditados;
- registos de ensaios e equipamentos auditados.

Todas as não conformidades e oportunidades de melhoria observadas na auditoria devem ser registadas e analisadas de modo a implementar ações corretivas e ações preventivas.

A análise de causas, definição de ações corretivas e prazo de implementação devem ser definidas pelo responsável da área auditada. Podem ser, ainda, realizadas auditorias de seguimento para verificar a eficácia das ações corretivas (PGQ.13.3, 2015).

4.2. Auditorias na Silliker Portugal

4.2.1. Auditorias do grupo Silliker

As auditorias do Grupo Silliker são auditorias internas e realizam-se uma vez por ano. Estas auditorias são realizadas com base nas listas de verificação existentes e são anunciadas com, pelo menos, duas semanas de antecedência relativamente à data prevista de realização (PGQ.13.3, 2015).

Os auditores são qualificados através de formação com auditores experientes com a realização de, pelo menos, duas auditorias completas a laboratórios do Grupo Silliker. Devem compreender os requisitos da norma EN ISO/IEC 17025 e a forma de interação do sistema de qualidade com a norma, conhecer e compreender de forma geral os métodos e procedimentos operativos (SOP's), instruções de operação e elementos críticos relacionados com os métodos a auditar (PGQ.13.3, 2015). É, também, fundamental que os auditores tenham conhecimentos práticos dos métodos a auditar, bem como dos seus pontos críticos.

4.2.2. Auditorias técnicas

As auditorias técnicas são auditorias internas e devem ser preferencialmente realizadas por um analista (técnico de laboratório) aos ensaios. O objetivo é garantir que todos os métodos do âmbito da acreditação são auditados a cada ciclo de acreditação (cada ciclo tem duração de quatro anos) (PGQ.13.3, 2015).

As auditorias técnicas são divididas em duas partes:

- auditoria presencial: acompanhamento pelo auditor de todo o processo de análise, ou seja, desde a preparação da amostra até à realização do ensaio analítico.
- auditoria vertical: análise de um resultado já emitido no boletim analítico. Verificação da rastreabilidade dos resultados obtidos no decorrer do método. A auditoria vertical tem como objetivo demonstrar a eficácia do SG e do sistema de rastreabilidade dos dados produzidos pelo analista.

Após finalização da auditoria, é realizado o relatório de auditoria, segundo um modelo previamente definido, contendo os tópicos a avaliar durante a auditoria: data da auditoria, método a auditar, analista, equipa auditora, constatações (equipamentos utilizados, registos da realização dos ensaios e documentos auditados). A realização das auditorias, elaboração dos relatórios, registo de não conformidades, análise de causas e implementação de ações corretivas foram acompanhadas por um elemento do Departamento da Qualidade, de forma a atribuir validade às mesmas.

As não conformidades constatadas são registadas num impresso próprio, como mostra o exemplo da imagem II, sendo identificadas com um número, mês e departamento onde se constatou a não-conformidade. São, ainda, divididas em tipos e subtipos, sendo que no presente trabalho, as não conformidades detetadas foram do tipo "Auditorias" e subtipo "Constatação de auditorias técnicas (métodos)".

Existem diferente graus de gravidade para as não conformidades:

- Gravidade menor: é possível resolução imediata e tem pouco ou nenhum impacto para a empresa e não afeta o cliente.
- Gravidade média: requer a confirmação do ensaio e/ou colheita de nova amostra, não tendo nenhum impacto para o cliente.
- Gravidade maior: um boletim analítico contendo um resultado errado é enviado para o cliente e este é de imediato notificado.

Origem Department	N.º	Mês Month	Categoria Category		Gravidade Magnitude	Assunto Subject	Não conformidade Non conformity/Customer complaint	
			Tipo Type	Sub tipo Subtype			Descrição Description	Data e Responsável Date and Signature
QUÍMICA	1135	MAR	I	2	Menor	Constatações das auditorias técnicas (métodos): PAFQ.122.2 Determinação da atividade da água 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?	Detetou-se que os seguintes reagentes estão fora da validade: Solução padrão aw=0,250±0,003 (F289), lote 1648269 - Data de validade: 2017-12. Solução padrão aw=0,500±0,003 (F290), lote 1648118 Data de validade: 2017-10.	2019-03-26, LF

Imagem II. Impresso da Qualidade IQ.123 – Registo e tratamento de não conformidades.

4.3. Gestão de não conformidades na Silliker

O SGQ da Silliker é dotado de um procedimento de gestão de não conformidades de forma a (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016):

- Estabelecer regras para implementação de ações corretivas necessárias para impedir que a não conformidade constatada se repita;
- Estabelecer regras para implementação de ações preventivas necessárias para impedir que uma potencial não conformidade ocorra;
- Definir o tratamento aplicado ao trabalho não-conforme detetado;
- Estabelecer regras para resolução de reclamações apresentadas por clientes ou terceiros;
- Definir linhas de orientação de como receber, avaliar, rastrear, documentar, resolver e monitorizar as reclamações dos clientes;
- Sensibilizar todos os colaboradores para a importância do tratamento das não conformidades e reclamações.

Termo	Definição
Ação corretiva	Ação para eliminar a causa de uma não conformidade detetada ou outra situação indesejável (ISO 9000).
Ação preventiva	Ação para eliminar a causa de uma potencial não conformidade ou de outra potencial situação indesejável (ISO 9000).
Conformidade	Satisfação de um requisito (ISO 9000).
Correção	Ação imediata para eliminar uma não conformidade detetada, de forma a corrigir o erro detetado (ISO 9000).
Eficácia	Medida em que as atividades planeadas de correção das não conformidades foram realizadas e obtidos os resultados esperados (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).
Não conformidade	Não satisfação de um requisito especificado (ISO 9000).
Tratamento de trabalho não conforme	Ação que pretende eliminar a causa da não conformidade e corrigir o trabalho não conforme (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).
Verificação	Fornecimento de evidências objectivas de que um dado item satisfaz requisitos especificados (VIM) (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

Tabela III. Termos e definições relativos ao tratamento de não conformidades.

4.3.1. Tipos de não conformidades

Para a subdivisão, consoante o grau de gravidade, das não conformidades em tipos e subtipos, o SGQ da Silliker utiliza o impresso IQ.123 Anomalias, desvios, trabalho não conforme e reclamações de clientes e que se encontra disponível a todos os colaboradores, como exemplificado na imagem II (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.3.2. Escala de gravidade das não conformidades

A gravidade das não conformidades tem um impacto direto nas atividades da Silliker, refletindo-se na produtividade, qualidade, imagem da empresa, entre outros (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

A não conformidade pode ter um impacto mínimo, no caso de não conformidades imediatamente resolvidas (apenas com a correção), ou ter uma dimensão maior (no caso de originarem reclamações de clientes, por exemplo).

A gravidade de uma reclamação poderá ser compreendida e interpretada como a medida do impacto que a mesma tenha no cliente. Este impacto pode ser mínimo (a insatisfação do cliente quando uma chamada telefónica não é atendida) ou, por outro lado, pode ser muito grande (um resultado positivo para patogénicos que não é comunicado atempadamente ao cliente) (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.3.3. Registo das não conformidades

Todas as não conformidades devem ser registadas/documentadas no impresso IQ.123 quando identificadas e rececionadas pelos colaboradores da Silliker, em suporte digital ou físico, contendo a seguinte informação (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016):

- Origem: identificação do departamento ou atividade que originou a não conformidade;
- Número: em conjunto com o mês, ano e a origem, de forma a garantir a sua identificação inequívoca. Exemplo: Não conformidade nº 1002/QUAL/Out2015 – não conformidade número 1002, da Qualidade e do mês de Outubro de 2015.
- Mês: mês em que a não conformidade foi constatada;

- Categoria: identificação do tipo e subtipo de não conformidade (de acordo com os separadores existentes no Impresso IQ.123);
- Gravidade: identificação da gravidade da não conformidade (de acordo com os separadores existentes no impresso IQ.123);
- Assunto: curta identificação do tipo de não conformidade;
- Descrição: conteúdo detalhado e o mais descritivo possível da não conformidade, contendo o nome do colaborador que a registou, quais os boletins analíticos, amostras, ensaios e analistas que originaram a não conformidade ou que possam ter sido afetadas por ela;
- Data e responsável: identificação do dia e do colaborador responsável pelo registo da não conformidade;
- Análise de causas: investigação da(s) causa(s) que originou(aram) não conformidade;
- Data e responsável: data e nome do colaborador responsável pelo registo da análise de causas, bem como de todos os que participaram no processo;
- Correção: ação imediata com o objetivo de resolver a não conformidade, corrigindo o erro detetado;
- Data e responsável: identificação do dia e do colaborador responsável pelo registo da correção, bem como de todos os que participaram no processo;
- Implementação: prazo para implementar a correção, devendo ser o mais curto possível;
- Ação corretiva: descrição da ação corretiva (ou ação preventiva) definida e implementada, devendo ser escolhida com o objetivo de eliminar a causa da não conformidade detetada ou de outra situação indesejável (no caso da ação corretiva) e eliminar a causa de uma potencial não conformidade ou de outra situação indesejável (no caso da ação preventiva);
- Data e responsável: identificação do dia e do colaborador responsável pelo registo da ação corretiva, bem como de todos os que participaram no processo;
- Implementação: prazo para implementação/conclusão da ação corretiva;

- Verificação da eficácia:

Métodos e registos – identificação e/ou descrição da metodologia utilizada para a verificação da eficácia da ação corretiva ou ação preventiva definida e implementada, assim como dos registos usados para evidenciar esta avaliação, o prazo e o responsável;

Prazo – data para a avaliação dos registos gerados e tomada de decisão acerca da eficácia da ação corretiva ou da ação preventiva definida e implementada;

Responsável – identificação do colaborador responsável pela verificação da eficácia;

- Eficácia:

OK/KO – conclusão sobre a eficácia da ação corretiva ou ação preventiva definida e implementada;

Data e responsável – identificação do dia e do colaborador responsável pela conclusão da eficácia da ação corretiva ou ação preventiva definida e implementada;

Observações – espaço para registo de notas/outras informações que não se enquadrem nas áreas de registo identificadas anteriormente.

4.4. Tratamento das não conformidades

4.4.1. Identificação e análise de causas

A análise de causas é essencial para a correta gestão e resolução das não conformidades, resolvendo-as de forma permanente, de forma a que não se repitam (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

No caso de implicação nos resultados emitidos pelo laboratório procede-se à identificação das amostras afetadas e, se necessário, o trabalho laboratorial é suspenso, bem como a emissão de boletins analíticos. Deve ser avaliada a implicação da não conformidade em trabalhos anteriores e/ou posteriores (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.4.2. Correção

Todas as não conformidades devem ser, sempre que possível, corrigidas de forma simples e direta para uma rápida resolução, sendo que, em alguns casos, a correção pode eliminar a causa da não conformidade (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

Nas situações em que a correção por si só não é eficaz na eliminação da causa da não conformidade, existindo possibilidade de reincidência, deve ser definida e preparada uma ação corretiva. Esta é registada no impresso IQ.123 pelo responsável da área onde se originou o problema (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

Se existirem amostras afetadas, os clientes são notificados por escrito e, em casos em que a correção envolve a confirmação de ensaios, são emitidos novos boletins analíticos, que anulam e substituem os anteriores.

4.4.3. Ação corretiva

É realizada a descrição e implementação da(s) ação(ões) corretiva(s) que ofereça(m) mais possibilidades de eliminar a ocorrência de não conformidades do mesmo tipo da não conformidade detetada (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

Todas as não conformidades devem ser analisadas individualmente e caso sejam detetadas não conformidades semelhantes (ou já registadas no impresso IQ.123) devem voltar a ser analisadas as causas das mesmas, pois são a evidência de que a identificação não foi correta (não eliminaram a possibilidade de reincidência no mesmo tipo de não conformidade) (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

O responsável da área onde se originou o problema identifica, regista e acompanha a implementação da ação corretiva mais adequada no impresso IQ.123 (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.4.4. Acompanhamento das ações corretivas

Os responsáveis técnicos, os responsáveis da qualidade, diretor geral e todos os colaboradores designados fazem o acompanhamento das ações corretivas definidas/implementadas nas suas áreas de atividade (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.4.5. Avaliação da eficácia das ações corretivas

Após a implementação da(s) ação(ões) corretiva(s), é efetuada a verificação da sua eficácia. Para cada não conformidade é definida a data prevista de verificação, podendo ser efetuada, se assim se justificar, uma auditoria às áreas de atividade em questão (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

A não conformidade é fechada quando é verificada a eficácia das ações implementadas. Se a ação corretiva definida não for eficaz e caso se considere o assunto importante, é aberta uma nova nota de não conformidade e define-se uma nova ação corretiva, procedendo-se à reavaliação (se aplicável) das causas da não conformidade (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.5. Potenciais não conformidades

4.5.1. Identificação e análise das potenciais causas

Cumprir com o procedimento definido no parágrafo 4.4.1. Identificação e análise de causas.

4.5.2. Ações preventivas

São um processo pró-ativo de identificação das oportunidades de melhoria. A Silliker dispõe de procedimentos definidos para a identificação e diminuição de potenciais não conformidades através da monitorização sistemática de:

- Equipamentos;
- Técnicas laboratoriais;
- Métodos de análise;
- Reagentes e materiais;
- Sistema da Qualidade.

A atualização destes procedimentos visa evitar a ocorrência de não conformidades, bem como, através da análise de registos, detetar desvios que indiquem a ocorrência/possibilidade de ocorrência de não conformidades (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

O colaborador que identifica uma causa de potencial não conformidade deve registá-la no impresso IQ.123 (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016).

4.5.3. Acompanhamento das ações preventivas

Cumprir com o procedimento definido no parágrafo 4.4.4. Acompanhamento das ações corretivas.

4.5.4. Trabalho não conforme

Sempre que um colaborador detetar trabalho não conforme deverá registar no impresso IQ.123 e a metodologia de gestão aplicável é semelhante à descrita nos parágrafos 4.4.1. Identificação e análise de causas, 4.4.2. Correção, 4.4.3. Ação corretiva, 4.4.4. Acompanhamento das ações corretivas e 4.4.5. Avaliação da eficácia das ações corretivas.

4.6. Relatório mensal de controlo de não conformidades

Mensalmente, o pessoal técnico da Qualidade prepara dois relatórios que sumarizam as não conformidades e reclamações registadas no mês anterior e que são enviados para o responsável da Qualidade. Os relatórios devem incluir (Gestão das não conformidades – PGQ.05, 2016):

- Tipo de não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação;
- Gravidade da não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação;
- Área que detetou/registou a não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação;
- Data de registo da não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação e o colaborador que a rececionou;

- Código da não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação;
- Descrição da não conformidade/potencial não conformidade ou reclamação;
- Análise de causas;
- Correção efetuada;
- Ação corretiva;
- Identificação da empresa cliente que fez a reclamação (só no caso do relatório de reclamações);
- Identificação do colaborador da empresa cliente que fez a reclamação (só no caso do relatório de reclamações);
- Indicação se a não conformidade/potencial não conformidade foi resolvida (no caso das reclamações deve ser registada a data em que a reclamação foi resolvida e comunicado ao cliente o tratamento efetuado);
- Avaliação da eficácia da ação corretiva e/ou preventiva implementada;
- Número de não conformidades/potenciais não conformidades ou reclamações por tipo;
- Gráficos com o número de reclamações por área da empresa;
- Gráfico com percentagem de reclamações resolvidas por área da empresa.

5. Auditorias técnicas aos métodos de Química Clássica

No estágio curricular no Departamento de Qualidade da Silliker Portugal foram realizadas auditorias técnicas no laboratório de Química Clássica aos seguintes métodos:

- ISO 2450:2008 – Determinação de matéria gorda. Röse Gottlieb.
- ISO 6886:2016 – Determinação da estabilidade oxidativa. Rancimat;
- ISO 17189:2003/IDF 194:2003 – Determinação de matéria gorda. Gravimetria após extração por solventes;
- NP 457:1983 – Pesquisa de peroxidase;
- NP 701:1982 – Determinação da acidez. Volumetria;
- NP 785:1985 – Determinação do resíduo seco solúvel. Refratometria;
- NP 874:2000 – Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular;
- NP 1846:2006 – Determinação do teor de nitritos. Espectrofotometria de absorção molecular;
- NP 2032:2009 – Determinação do teor de cinza total. Gravimetria;
- NP 2930:2009 – Determinação do ABVT. Método por célula de Conway. Volumetria;
- PAFQ.069B.3 – Determinação da matéria gorda total. Soxhlet;
- PAFQ.098.1 – Determinação da humidade e resíduo seco. Secagem por estufa de vácuo e gravimetria;
- PAFQ.122.2 – Determinação da atividade da água. Ponto de orvalho;
- PAFQ.129.1 – Determinação do pH. Potenciometria;
- PAFQ.354.0 – Determinação de densidade relativa a 20°C. Picnometria;

- PAFQ.354.0 – Determinação de massa volúmica a 20°C. Picnometria;
- PAFQ.354B.1 – Determinação de densidade relativa a 20°C. Densimetria eletrónica;
- PAFQ.354B.1 – Determinação de massa volúmica a 20°C. Densimetria eletrónica;

Os relatórios das auditorias técnicas encontram-se no anexo 8 deste trabalho.

Para uma abordagem mais detalhada, foram selecionadas as seguintes auditorias técnicas, correspondendo a diferentes técnicas analíticas auditadas:

Método e Ensaio	Técnica analítica
PAFQ.122.2 – Atividade da água.	Ponto de orvalho.
PAFQ.129.1 Determinação de pH.	Potenciometria.
NP 701:1982 – Determinação da acidez.	Volumetria.
NP 1846:2006 – Determinação do teor de nitritos.	Espetrofotometria de absorção molecular.
NP 2032:2009 – Determinação do teor de cinza total.	Gravimetria.

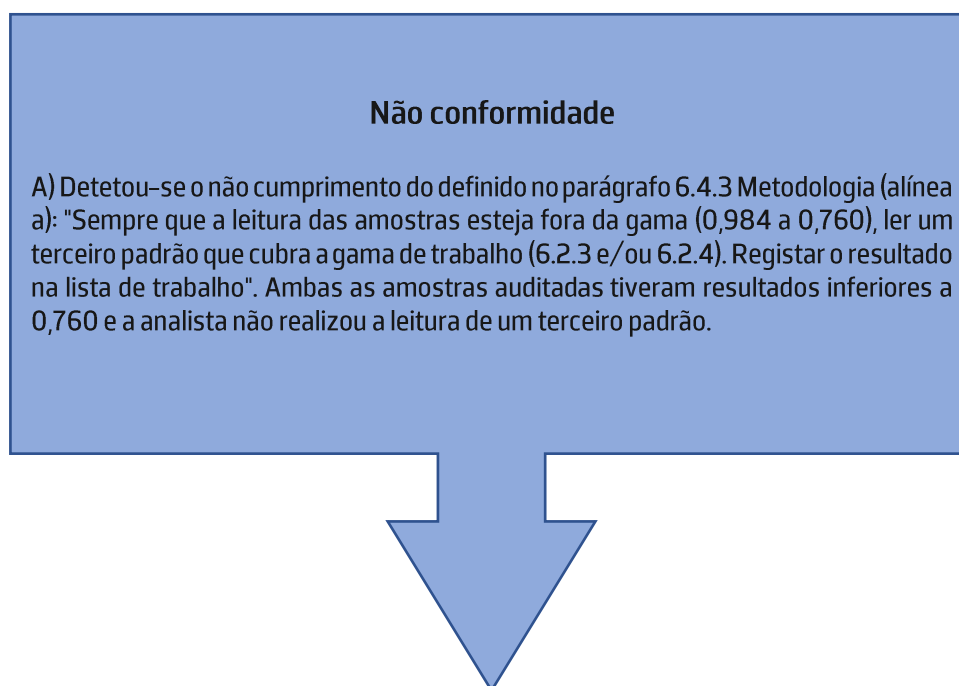
Tabela IV. Ensaios químicos e respetivas técnicas analíticas.

5.1. PAFQ.122.2 – Atividade da água. Ponto de orvalho

Resumo do procedimento:

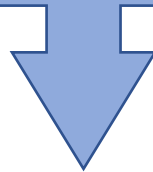
A deteção da humidade relativa da câmara de medição é realizada através do princípio do espelho arrefecido. A temperatura do espelho é exatamente controlada através de um arrefecedor termoelétrico (Peltier). A deteção do ponto exato onde a condensação primeiro aparece no espelho é detetada por célula fotoelétrica. Um feixe de luz é direcionado para o espelho e refletido pela célula do foto-detetor. Este deteta a alteração de refletância quando a condensação ocorre no espelho. O termopar acoplado ao espelho faz o registo da temperatura a que ocorre a condensação.

Não conformidade n.º 1	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista?



Análise de causas

A analista apenas realiza a leitura dos padrões de aw de 0,984 e 0,760, no início e no fim da série de trabalho, não considerando os restantes padrões de aw de 0,250 e 0,500 como definido no procedimento.



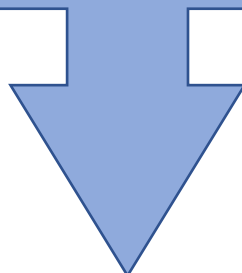
Correção

Não aplicável.



Ação corretiva

De forma a garantir que toda a gama de trabalho é verificada com os quatro padrões de aw existentes (0,250; 0,500; 0,760; 0,984), o laboratório vai rever o procedimento, de forma imediata, alterando a metodologia da verificação. A nova revisão deverá definir a leitura dos padrões de 0,250 e 0,984 no início da série de trabalho e os de 0,500 e 0,760 no final da série de trabalho.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

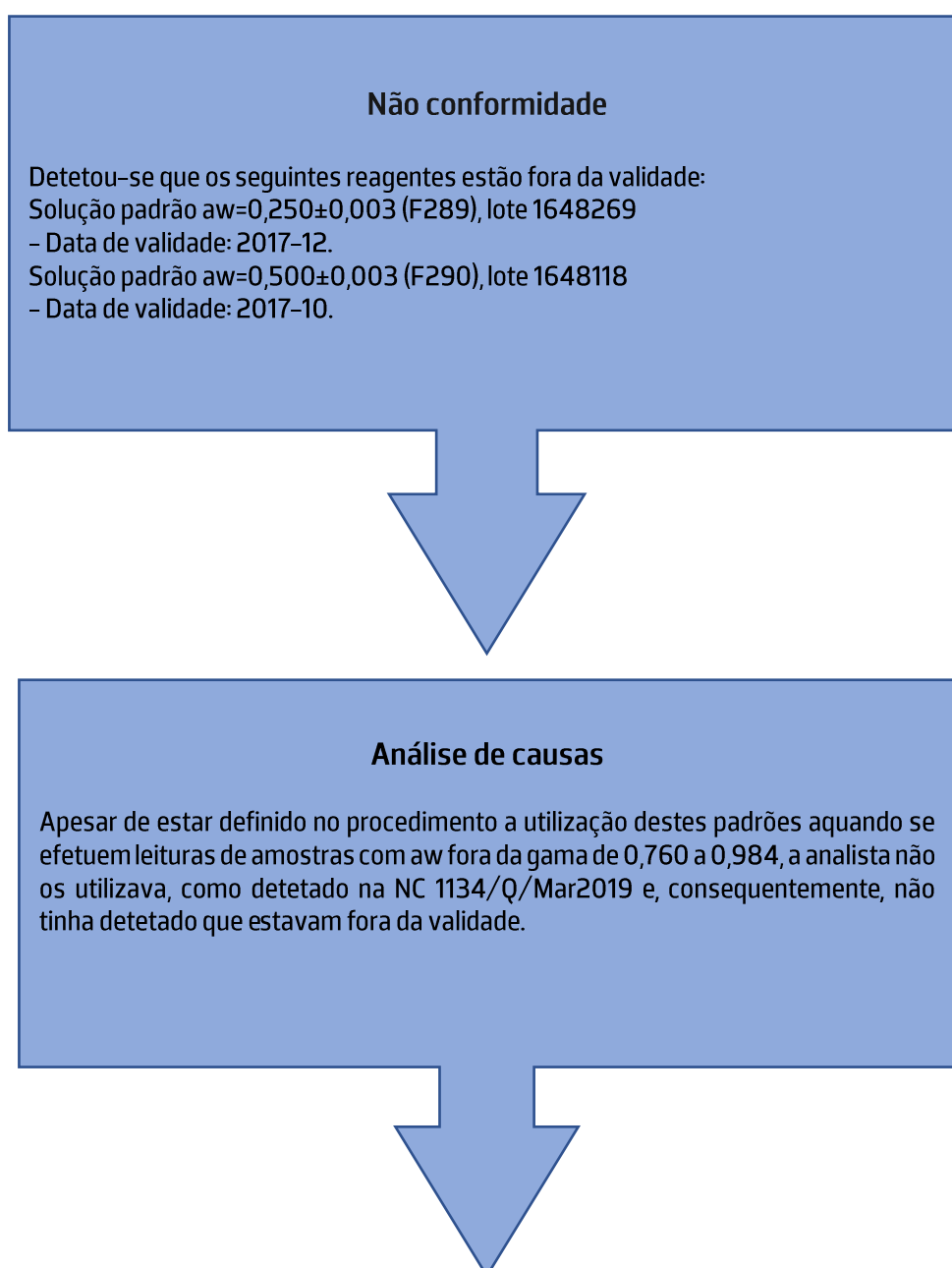
Revisão do PAFQ.122, de acordo com o definido na ação corretiva, no prazo de 1 mês.



Verificação da eficácia (eficácia)

OK, emitida uma nova revisão do PAFQ.122.

Não conformidade n.º 2	
Gravidade	Menor
Assunto	<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>



Correção

A analista realizou a determinação da atividade da água nestes dois padrões no dia 2019-03-26 e detetou-se que ambos os resultados cumpriam com o critério de aceitação definido. Como ambas as embalagens estão praticamente cheias e pelo elevado preço destes reagentes, o laboratório decidiu dar continuidade à sua utilização até que os resultados não sejam aceitáveis. A correção foi imediata.

Ação corretiva

Não aplicável.

Verificação da Eficácia (Métodos e Registos)

Não foi efetuada a verificação de eficácia.

Verificação da eficácia (Eficácia)

Não aplicável.

Não conformidade n.º 3	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho ou impresso: 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")?

Não conformidade

Na série de trabalho do dia 2019-02-25, na qual foi realizada a amostra 2019/014706, constatou-se que a analista não realizou nenhuma amostra em duplicado.

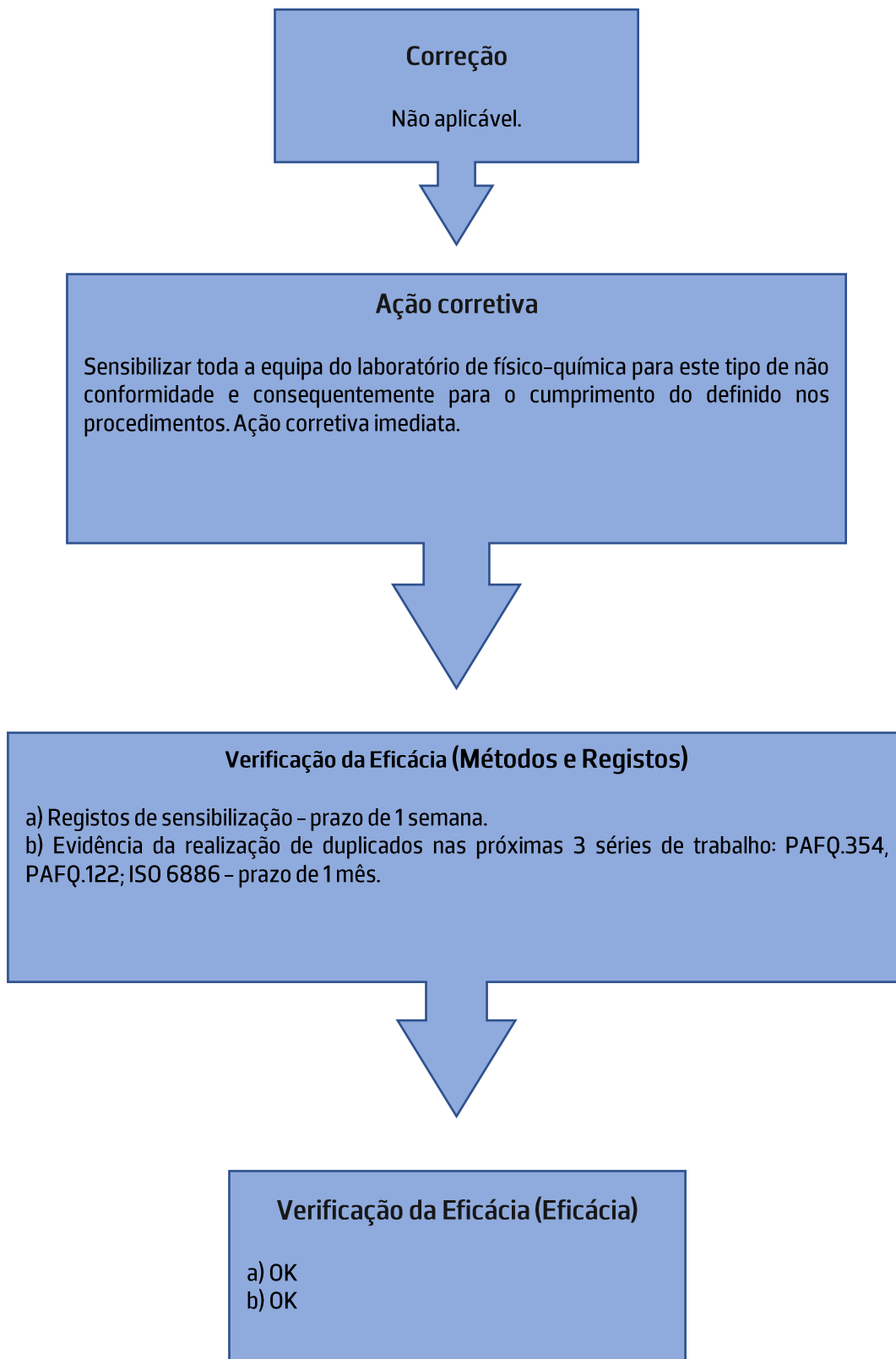
Análise de causas

Foram verificadas as listas de trabalho para este ensaio desde 2019-01, e constatou-se que em nenhuma série de trabalho foram realizadas amostras em duplicado. A analista indicou que como fazia duas leituras sobre a mesma amostra, considerava-as como um duplicado.

De forma a verificar o cumprimento do definido no PCQ.04 nos restantes métodos que realiza, foi verificada a última série de trabalho de cada método acreditado:

- NP 2930 - ABVT: 2019-03-18 : 13 amostras, 2 duplicados - OK
- PAFQ.355 - Cloretos: 2019-03-25: 19 amostras, 3 duplicados - OK
- PAFQ.354 - Densidade relativa/Massa volúmica: 2019-03-27: 15 amostras, 0 duplicados - KO
- ISO 6886 - Rancimat: 2019-03-26: 2 amostras, 0 duplicados - KO
- ISO 13730 - Fósforo: 2019-03-27: 25 amostras, 2 duplicados - OK

A analista referiu que por ter muitas amostras para os métodos PAFQ.354 e ISO 6886, não cumpre com o definido no PCQ.04.



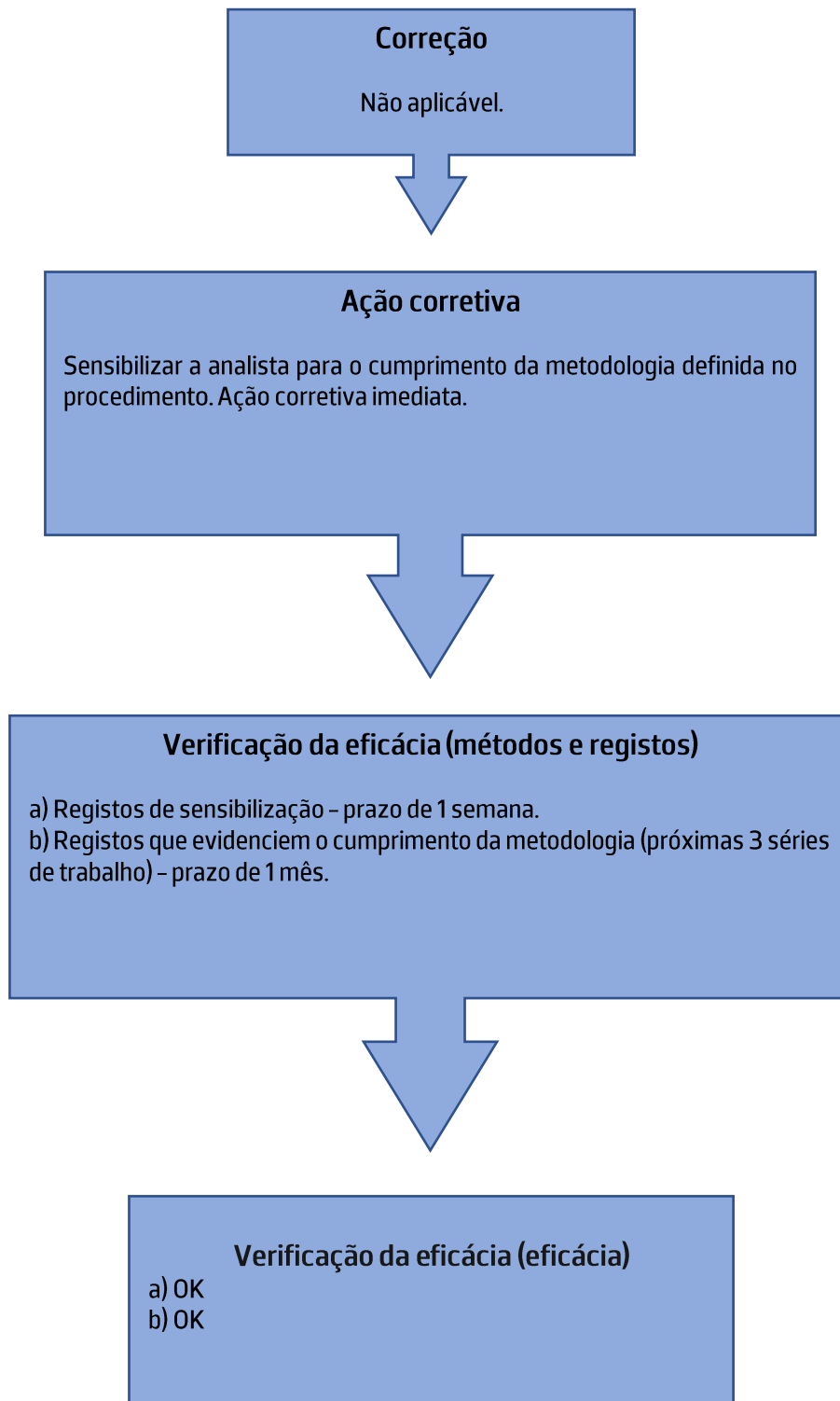
Não conformidade n.º 4	
Gravidade	Menor
Assunto	<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Transcrição dos resultados:</p> <p>A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>

Não conformidade

A) A analista realizou duas leituras para a mesma amostra, tendo transcrito para o LIMS o resultado da 2ª leitura, ou seja, a analista cumpriu com o definido na revisão 1 do PAFQ.122 de 2011-07-14 (6.6.3.1 Todas as leituras são feitas em duplicado. Registrar os dois valores obtidos na lista de trabalho e introduzir no LIMS o segundo valor obtido, desde que este não difira mais de 0,005 da primeira leitura) e não com o definido na revisão em vigor que define que apenas é realizada uma leitura pois o equipamento já tem pré selecionado o modo de leitura "customizar" (a amostra é lida múltiplas vezes, até que um determinado nível de estabilidade seja atingido).

Análise de causas

Por realizar este ensaio há muitos anos (desde 2013-11-27) e por estar habituada a realizar sempre duas leituras para a mesma amostra, a analista não interiorizou a mudança desta metodologia em 2016-01-29.



Não conformidade n.º 5	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Cálculos B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?

Não conformidade
O procedimento não contempla o parágrafo "expressão dos resultados".



Análise de causas
Por lapso o parágrafo "expressão dos resultados" não foi incluído neste procedimento.

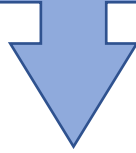


Correção
Atualizar o procedimento PAFQ.122. de modo a incluir o parágrafo em falta. Correção imediata.



Ação corretiva

O laboratório deve garantir que, aquando da emissão de um procedimento, este contém todos os parágrafos definidos modelo. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

Revisão do PAFQ.122 de acordo com o definido na correção - prazo de 1 mês.



Verificação da eficácia (eficácia)

Sem registo de evidência de eficácia - em Implementação.

5.2. PAFQ.129.1 Determinação de pH – Potenciometria

Resumo do procedimento:

Determinação da atividade de iões de hidrogénio utilizando o potenciómetro com um eléctrodo de referência e um eléctrodo padrão de hidrogénio ou um eléctrodo combinado de vidro.

Não conformidade n.º 1	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?

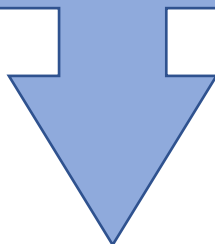
Não conformidade

B) Sim.

O procedimento necessita de ser atualizado, de forma a ser mais detalhado na metodologia, nomeadamente no parágrafo 6.4.3.2 Amostras sólidas/secas.

- "Deixar repousar trinta minutos, agitando frequentemente" – a analista coloca o balão num agitador magnético durante 30 minutos.

- "Após este período deixar repousar mais dez minutos, sem agitar, e decantar o sobrenadante para um copo de plástico" – no caso da amostra auditada, não foi possível decantar o sobrenadante, pois a amostra dissolveu na totalidade.



Análise de causas

Até à data ainda não tinha sido possível atualizar o procedimento, de forma a detalhar a metodologia já definida.



Correção

Atualizar o procedimento PAFQ.129. Correção imediata.



Ação corretiva

O laboratório deve, sempre que necessário, atualizar os procedimentos detalhando a prática corrente do laboratório. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

Nova revisão do PAFQ.129 – prazo de 1 mês.



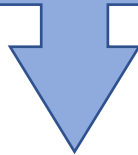
Verificação da eficácia (eficácia)

OK, emitida uma nova revisão do PAFQ.129.

Não conformidade n.º 2	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): 1) Registos relativos à manutenção.

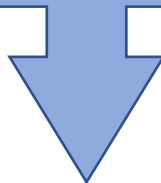
Não conformidade

Não foram evidenciados registos de manutenção do equipamento n.º 33 banho de ultra-sons, desde 2017-08 no impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento.



Análise de causas

Foram verificados os impressos IQ.35 relativos à manutenção dos equipamentos 16D (banho) e 30C (evaporador rotativo), pelos quais esta analista é reponsável, e para estes equipamentos não foram igualmente evidenciados registos desde 2017-08. A analista indicou que, por lapso, não registava as manutenções no impresso IQ.35, mas que no entanto as realizava.



Correção

Não aplicável.



Ação corretiva

Sensibilizar a analista e a restante equipa de métodos instrumentais de análise para o cumprimento da realização dos registos indicados nos procedimentos. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

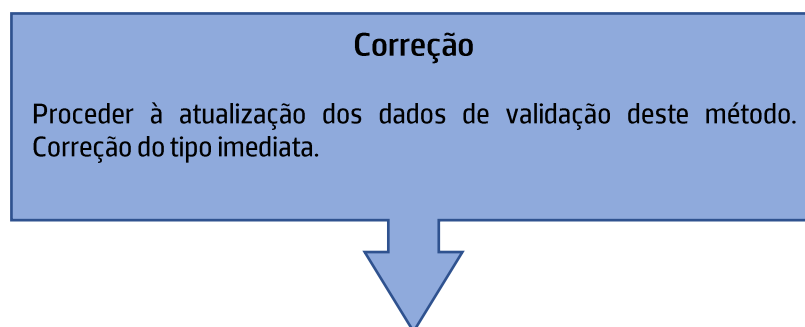
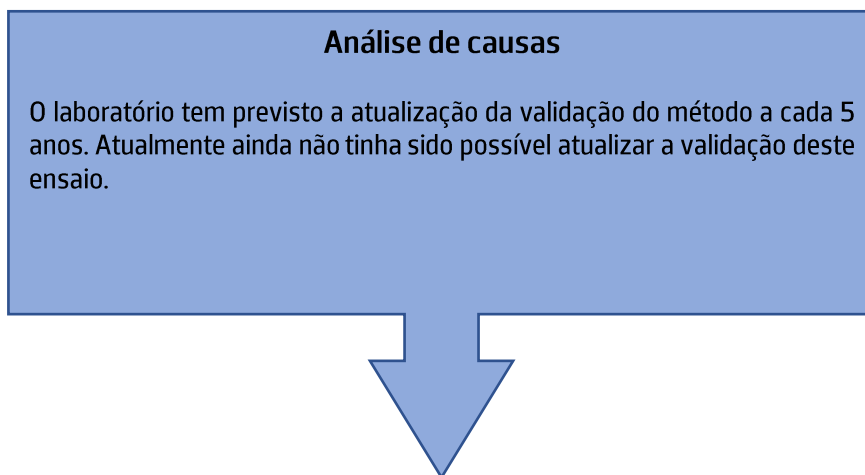
- a) Registos da sensibilização - 1 semana.
- b) Registos da realização da manutenção dos equipamentos pelos quais é responsável - 3 meses.



Verificação da eficácia (eficácia)

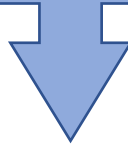
- a) OK
- b) OK

Não conformidade n.º 3	
Gravidade	Menor
Assunto	Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?



Ação corretiva

Cumprir com o definido no plano de atualização da validação dos métodos. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

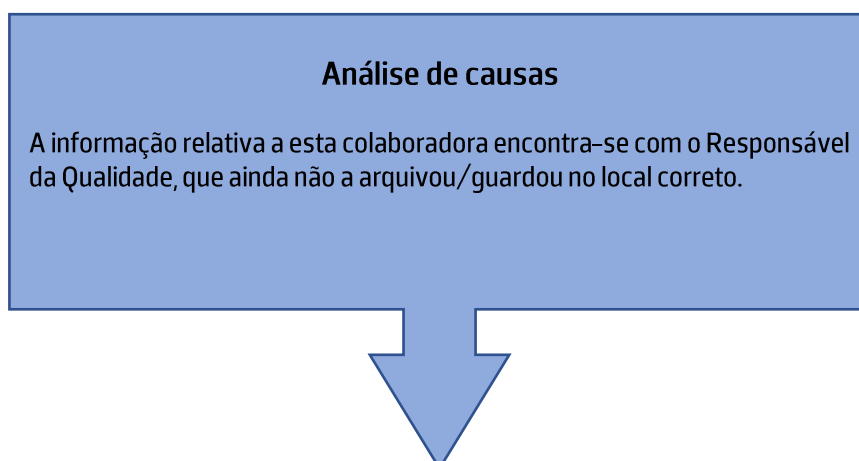
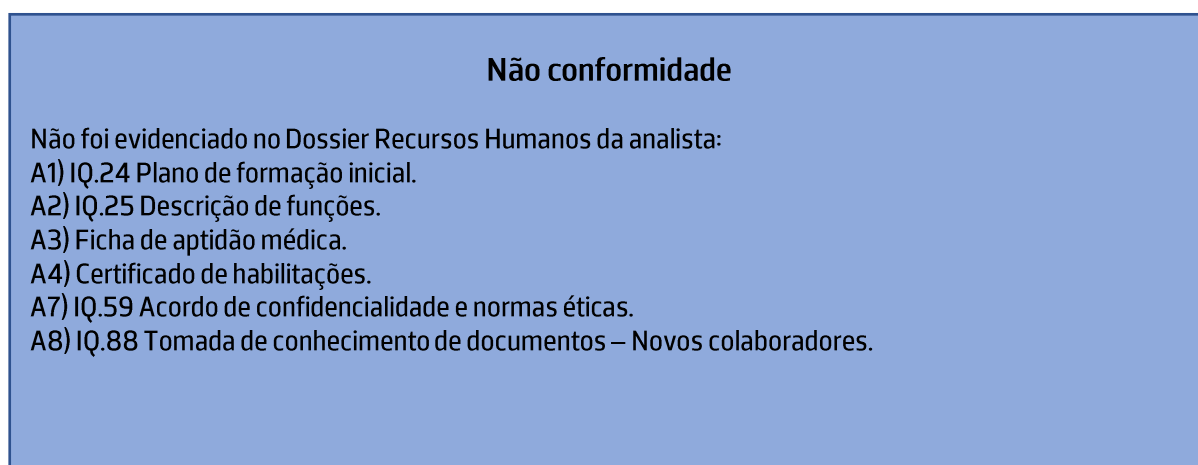
(Re)validação do método atualizada. Apresentação do procedimento da validação do método (VM) – prazo de 3 meses.



Verificação da eficácia (eficácia)

Em avaliação.

Não conformidade n.º 4	
Gravidade	Menor
Assunto	Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada?



Correção

Proceder à atualização do dossier desta colaboradora, com a informação/documentação solicitada no PGQ.01 – prazo de 1 mês.



Ação corretiva

Cumprir com o definido no procedimento PGQ.01 – prazo de 1 mês.
Verificar os dossiers dos novos colaboradores – prazo de 1 mês.



Verificação da eficácia (Métodos e registos)

Cumprimento do definido na ação corretiva.



Verificação da Eficácia (eficácia)

Em avaliação.

5.3. NP 701:1982 – Iogurtes. Determinação da acidez

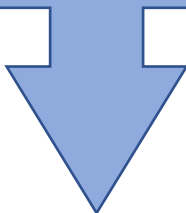
Resumo do procedimento:

Neutralização dos ácidos livres contidos no iogurte, por solução alcalina titulada.

Não conformidade n.º 1	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?

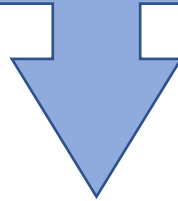
Não conformidade

A) Apesar de ter sido auditado presencialmente a determinação da acidez num iogurte aromatizado corado, a analista foi questionada relativamente à determinação da acidez num iogurte natural ou aromatizado não corado. Desta forma foi constatado que o procedimento complementar à norma, PAFQ.005, não se encontra atualizado perante a prática do laboratório. O procedimento PAFQ.005 define que a determinação da acidez segundo a NP 701 é sempre realizada por potenciometria, no entanto a sua determinação em iogurtes naturais ou aromatizados não corados é realizada por titulação direta.
B) Sim, o PAFQ.005.



Análise de causas

Apesar de a norma descrever duas metodologias de titulação, uma para iogurtes corados (titulação potenciométrica) e outra para iogurtes não corados (titulação direta), a última RTQ Elsa Martins tinha definido no PAFQ.005 Determinação da acidez - Leites e iogurtes, de forma a uniformizar o método, que as titulações segundo a NP 701 eram sempre realizadas potenciometricamente. No entanto esta prática foi alterada no laboratório, ou seja, a analista segue o que está definido na NP 701 mas o procedimento PAFQ.005 não foi atualizado com esta nova prática.



Correção

Atualizar o procedimento PAFQ.005. Correção do tipo imediata.



Ação corretiva

O laboratório deve garantir que os procedimentos internos refletem a sua prática, mantendo-se devidamente atualizados. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (Métodos e registos)

Nova revisão do procedimento PAFQ.005 - prazo de 1 mês.



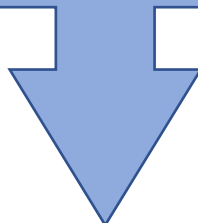
Verificação da eficácia (eficácia)

OK

Não conformidade n.º 2	
Gravidade	Menor
Assunto	<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros (inclui equipamentos SPA):</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>H) Registos relativos à verificação.</p>

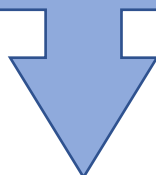
Não conformidade

Eléctrodo 159BB
 B) Não foi evidenciada no cabo do eléctrodo a etiqueta a identificar a data da primeira utilização e a rúbrica da analista, como definido no PEQ.12.
 H) Não foram evidenciados os registos para a verificação da temperatura (IQ.260 e IQ.259).



Análise de causas

Este eléctrodo entrou ao serviço em 2018-11-12 para a analista. Na presente data esta analista já não trabalha na empresa, pelo que não é possível perceber junto da mesma a causa do não cumprimento do definido no PEQ.12.



Correção

a) Ver oportunidade de melhoria 1055/QUAL/Fev2019.

b) Foi efetuado o levantamento dos registos relativos à verificação de todos os eléttodos com sensor de temperatura integrado. Foi constatado:

- 159T: entrada ao serviço em 2016-02-04 - Última verificação realizada em 2018-02.

- 159AV: entrada ao serviço em 2018-07-02 - Não existem registos de verificação.

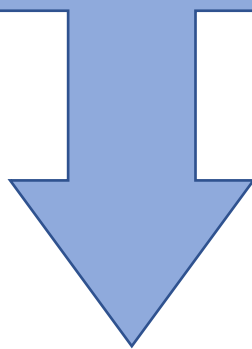
- 159AY: entrada ao serviço em 2018-10-11 - Não existem registos de verificação.

- 159BC: entrada ao serviço em 2019-02-13 - Verificação realizada em 2019-02.

- 159BD: entrada ao serviço em 2019-02-25 - Não existem registos de verificação.

Os eléttodos 159AV (AMB), 159AY (FQ), 159BB (FQ), 159BD (MICRO) vão ser verificados.

Correção imediata.



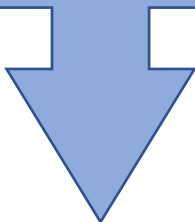
Ação corretiva

Atualizar o PEQ.12 com a metodologia da verificação anual da temperatura, para os eléttodos que têm sonda de temperatura incorporada e para as sondas de temperatura dos eléttodos de sólidos. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (Métodos e registos)

- a) Registos da verificação dos elétrodos referidos na correção – prazo de 1 mês.
- b) Atualização do PEQ.12 – prazo de 1 mês.
- c) Formação a todos os analistas do laboratório, após emissão da nova revisão – prazo de 1 mês.



Verificação da eficácia (eficácia)

- a) OK
- b) OK
- c) OK

Não conformidade n.º 3	
Gravidade	Menor
Assunto	Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?

Não conformidade
Não foi evidenciado o relatório de validação para este método.



Análise de causas
O laboratório tem previsto a atualização da validação do método a cada 5 anos. Atualmente ainda não tinha sido possível atualizar a validação deste ensaio.



Correção
Proceder à atualização dos dados de validação deste método. Correção imediata.



Ação corretiva

Cumprir com o definido no plano de atualização da validação dos métodos. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (Métodos e registos)

(Re)validação do método atualizada. Apresentação do procedimento da validação do método (VM) - prazo de 3 meses.



Verificação da eficácia (eficácia)

Em avaliação.

5.4. NP 1846:2006 – Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos

Resumo do procedimento:

Extração por meio de água quente, defecação (precipitação de proteínas) e filtração. Obtenção de uma coloração vermelha por adição de cloreto de sulfanamida e de cloreto de N-(1-Naftil)etilenodiamina e medição fotométrica a um comprimento de onda de 538 nm.

Não conformidade n.º 1	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): A) Qual o DPCS utilizado?

Não conformidade
Não foi evidenciada a realização de um DPCS para este ensaio.

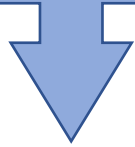


Análise de causas
Até à data ainda não foi possível encontrar uma amostra para controlo diário do processo que tenha teores de nitrito de sódio superiores a 8mg/kg (LQ) e seja estável ao longo do tempo.



Correção

Sugere-se a realização de um ensaio de recuperação em cada série de trabalho, como alternativa ao DPCS. Correção do tipo imediata.



Ação corretiva

Efetuar um levantamento de todos os métodos acreditados que não têm DPCS associado, de forma a ser possível considerar a possibilidade de uma alternativa para o controlo diário do processo. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

- a) Registos da realização de um ensaio de recuperação – prazo de 1 mês.
- b) Listagem dos métodos acreditados que não têm DPCS associado – prazo de 1 mês.



Verificação da Eficácia (eficácia)

- a) OK
- b) OK

Não conformidade n.º 2	
Gravidade	Menor
Assunto	<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>

Não conformidade

Tretraborato de sódio decahidratado (C18)

A1.1) Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.

A1.2) Foi evidenciada a data de validade na embalagem, no entanto detetou-se que esta era 2018/12. Não foi evidenciada a data de abertura e rúbrica da analista na embalagem.



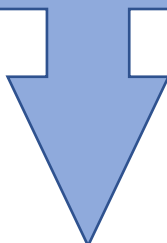
Análise de causas

Os analistas que utilizam este reagente foram questionadas relativamente a esta não conformidade e ambas não conseguiram definir a sua causa, indicando que não tinham detetado que o reagente não se encontrava com data de abertura, assinado e fora da validade.

Este reagente é utilizado nos métodos:

- NP 2140 Determinação de acidez volátil (bebidas alcoólicas).
- NP 1846 Determinação de nitritos (carnes).

Todo o controlo da qualidade associado a estes métodos está aceitável e não foram evidenciados registos de reclamações de Clientes para estes ensaios.



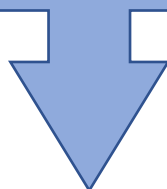
Correção

Este frasco de reagente foi rejeitado e vai ser aberto um novo frasco de reagente aquando da preparação de uma nova solução. Correção imediata.



Ação corretiva

Os analistas do laboratório de química vão ser sensibilizados para a obrigatoriedade do cumprimento do definido no procedimento PGL.06 Gestão de reagentes e soluções, nomeadamente no controlo dos reagentes. Aquando da utilização de um reagente os analistas devem sempre confirmar na própria embalagem se este se encontra devidamente controlado (com data de abertura e respetivo responsável) e dentro da data de validade. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (Métodos e registos)

- a) Registos de sensibilização dos analistas – prazo de 1 semana.
- b) Não ocorrência deste tipo de não conformidade até ao final deste ano fiscal – prazo até setembro 2019.



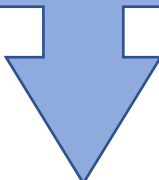
Verificação da eficácia (eficácia)

- a) OK
- b) Em avaliação.

Não conformidade n.º 3	
Gravidade	Menor
Assunto	<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</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>

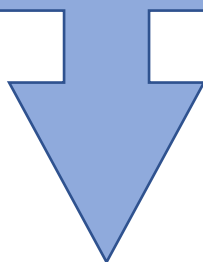
Não conformidade

Soluções de coloração:
Solução I – sulfanilamida + ácido clorídrico
A2.1) Preparação em 2019-03-21.
A2.2) Válida até 2019-05-21.
A analista considera que esta solução é válida durante 2 meses, no entanto não foi evidenciado nenhum documento que defina esta validade.



Análise de causas

A analista indicou que sempre atribuiu a esta solução 2 meses de validade. Esta solução é realizada com 2g de sulfanilamida e 100mL de HCl concentrado para um volume final de 1000 ml, ou seja, esta solução tem uma concentração de HCl superior a 1N. De acordo com o definido no procedimento PGL.06 Gestão de reagentes e soluções, as soluções ácidas com concentração superior ou igual a 1N tem validade de 6 meses. Em suma, apesar de a analista estar a considerar uma data de validade de 2 meses, que não se encontra definida em nenhum documento, considera-se que a solução está perfeitamente válida durante este período.



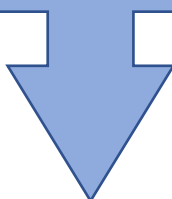
Correção

Indicar no impresso IQ.213 Relatório - Tratamento de informação que se encontra anexo à norma e à respetiva cópia controlada da analista, qual a data de validade dos reagentes utilizados neste método. Correção imediata.



Ação corretiva

Sensibilização dos analistas de química para alertarem o DQ sempre que detetarem que um procedimento e/ou norma não defina as datas de validade das soluções e conseqüentemente estas não se enquadrem nos prazos de validade definidos no procedimento PGL.06. Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

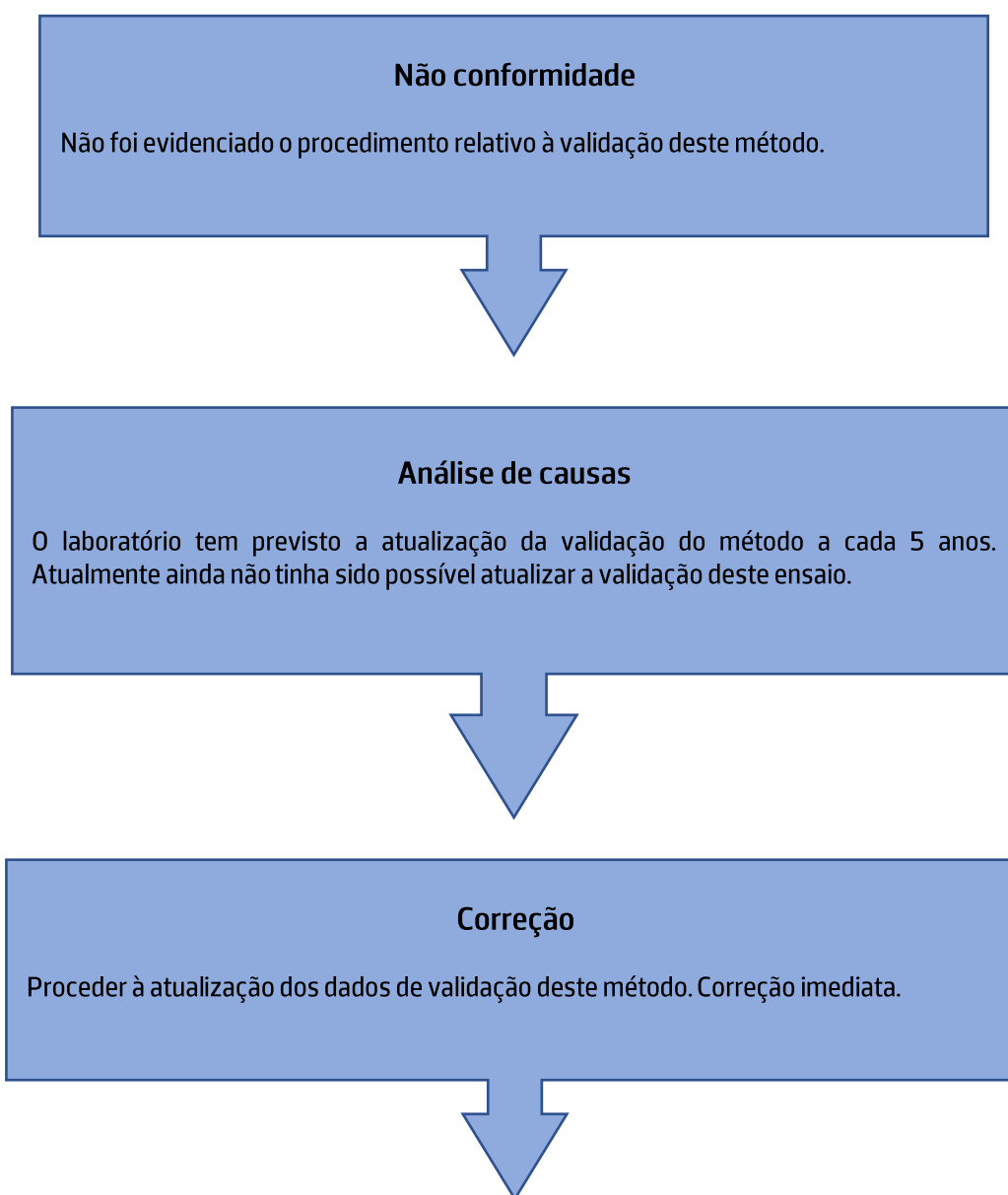
Registos de sensibilização - prazo de 1 semana.



Verificação da Eficácia (eficácia)

OK

Não conformidade n.º 4	
Gravidade	Menor
Assunto	Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?



Ação corretiva

Cumprir com o definido no plano de atualização da validação dos métodos. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

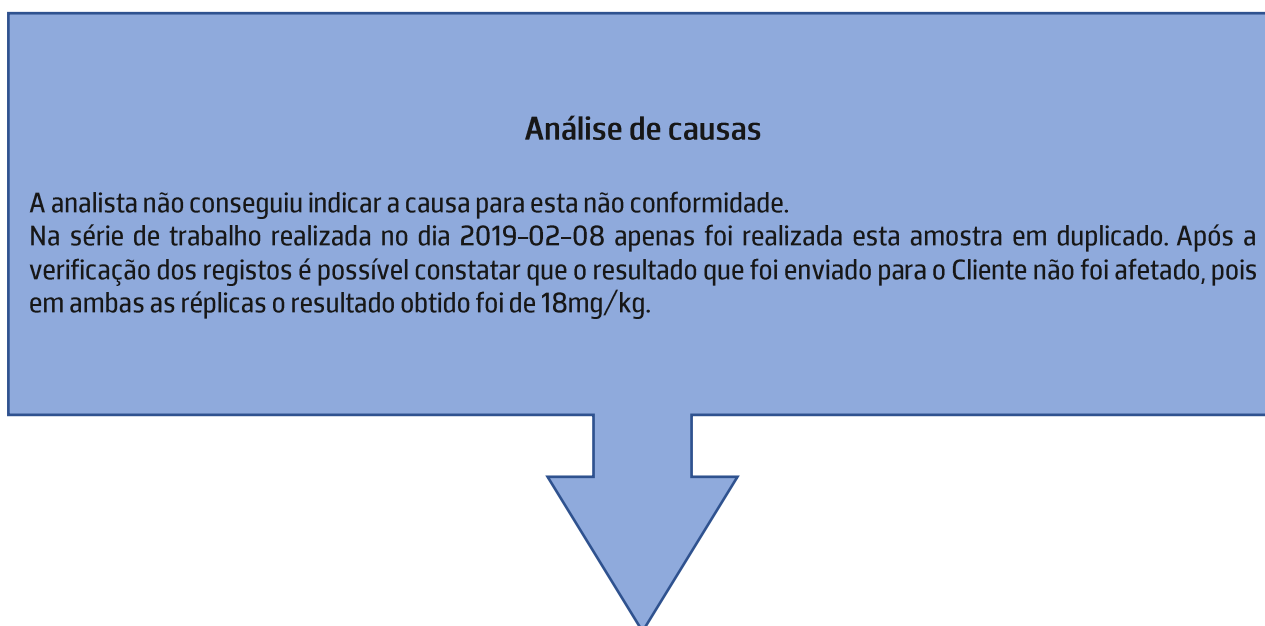
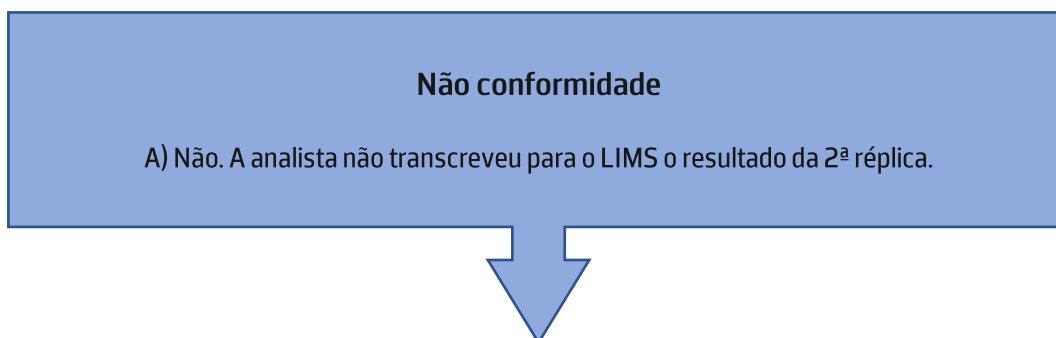
(Re)validação do método atualizada. Apresentação do procedimento da validação do método (VM) – prazo de 3 meses.



Verificação da eficácia (eficácia)

Em avaliação.

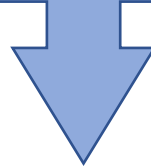
Não conformidade n.º 5	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?



Correção
Não aplicável.



Ação corretiva
O laboratório deve garantir o cumprimento do definido no procedimento PCQ.04
Controlo da Qualidade.
Ação corretiva de ação imediata.

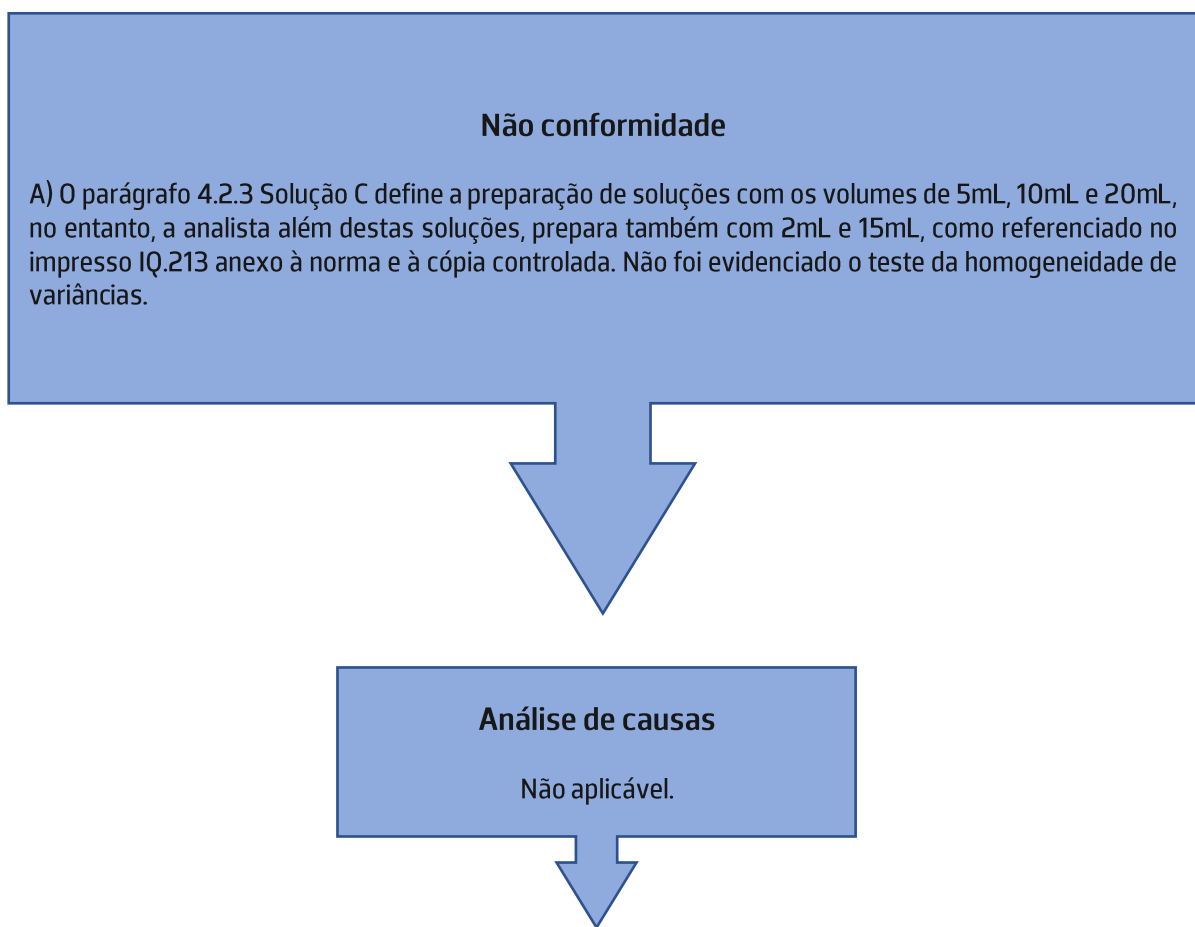


Verificação da eficácia (métodos e registos)
Verificar a transcrição dos resultados das próximas 2 séries de trabalho - prazo de 1
mês.



Verificação da eficácia (eficácia)
OK

Não conformidade n.º 6	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista?

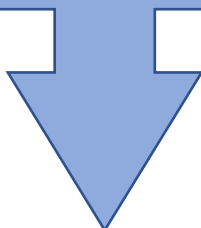


Ação corretiva

O laboratório deve garantir o cumprimento do definido no procedimento PCQ.34 Validação de métodos em análise química:

"Quando os métodos implicam curvas de calibração cuja gama de trabalho não esteja definida em documento normativo ou que tenha sido alterada, a gama de trabalho deve ser validada pelo teste de homogeneidade de variâncias (ver o parágrafo 11.1 Teste de homogeneidade de variâncias, deste procedimento)".

Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

Registos da realização do teste de homogeneidade de variâncias – prazo de 1 mês.



Verificação da eficácia (eficácia)

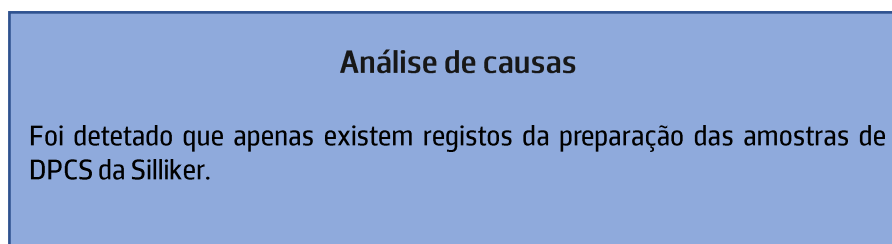
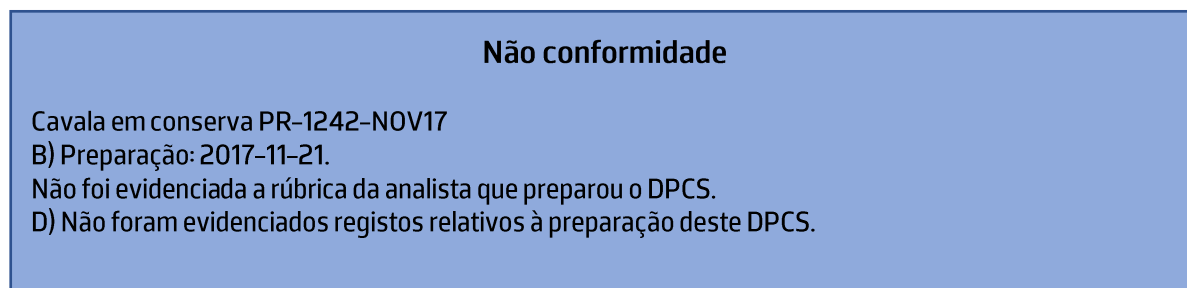
OK

5.5. NP 2032:2009 – Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.

Resumo do procedimento:

Secagem da amostra, seguida de carbonização e incineração a uma temperatura de $(500 \pm 25)^\circ\text{C}$ e determinação da massa do resíduo.

Não conformidade n.º 1	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Daily Process Control Samples (DPCS): B) Data de preparação e analista? D) Os registos estão atualizados?



Correção

Não aplicável.

Ação corretiva

No dia 2019-03-25 foi enviado um email para todos os analistas de química:
"Colegas foi detetado que apenas existem registos da preparação das amostras de DPCS da Silliker. Os restantes ficaram esquecidos (cavala em conserva, canned fish, manteiga...).
Este email serve para definir que a partir da data de hoje, todos os DPCS que requerem preparação prévia têm de ser registados em:
G:\Laboratorio\Quimica\O - Sala Preparação Amostras\Preparação dos DPCS
Lembrem-se que TODOS os copos dos DPCS têm de estar devidamente identificados
Ação corretiva imediata.

Verificação de eficácia (métodos e registos)

Não ocorrência deste tipo de não conformidade até ao final do ano fiscal em vigor - prazo até setembro 2019.

Verificação da eficácia (eficácia)

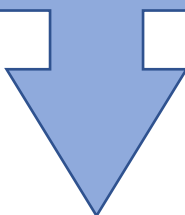
Em avaliação.

Não conformidade n.º 2	
Gravidade	Menor
Assunto	<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas (inclui equipamentos SPA):</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p>

Não conformidade

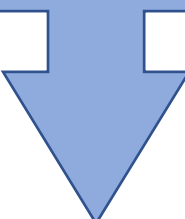
Câmara frigorífica 20B(1)

G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 21 de março – os registos encontram-se atualizados, no entanto é possível constatar que todas as temperaturas registadas estão fora do intervalo de aceitação, abaixo do limite mínimo.



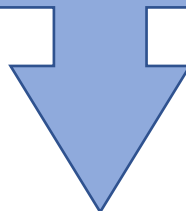
Análise de causas

A câmara de congelação 20B é utilizada, maioritariamente, para o armazenamento das amostras após preparação e antes da sua rejeição (ao fim de 15 dias após o envio dos resultados para os clientes). Como não existe outro equipamento para o armazenamento de amostras congeladas na Sala de Preparação de amostras, utiliza-se este congelador para o armazenamento das amostras sujeitas à determinação de água de vidragem (que devem ser conservadas a uma temperatura igual ou inferior a -18°C).



Correção

Colocar estas amostras num equipamento que atinja esta temperatura (-18°C).
(Ver os congeladores horizontais 182C e 182D da Análise Sensorial).
Colocar sonda e pedir à AS para a verificar. Fazer registo das temperaturas. Correção do tipo imediata.



Ação corretiva

Adquirir um congelador dedicado para estas amostras – prazo de 6 meses.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

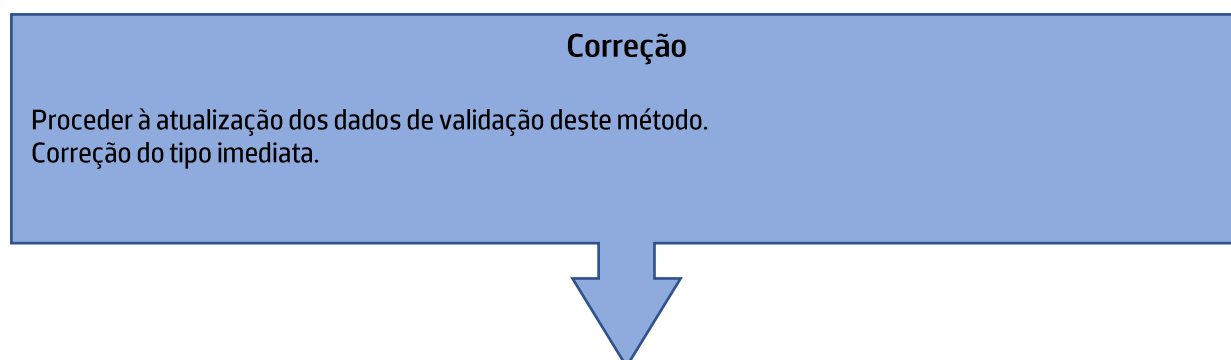
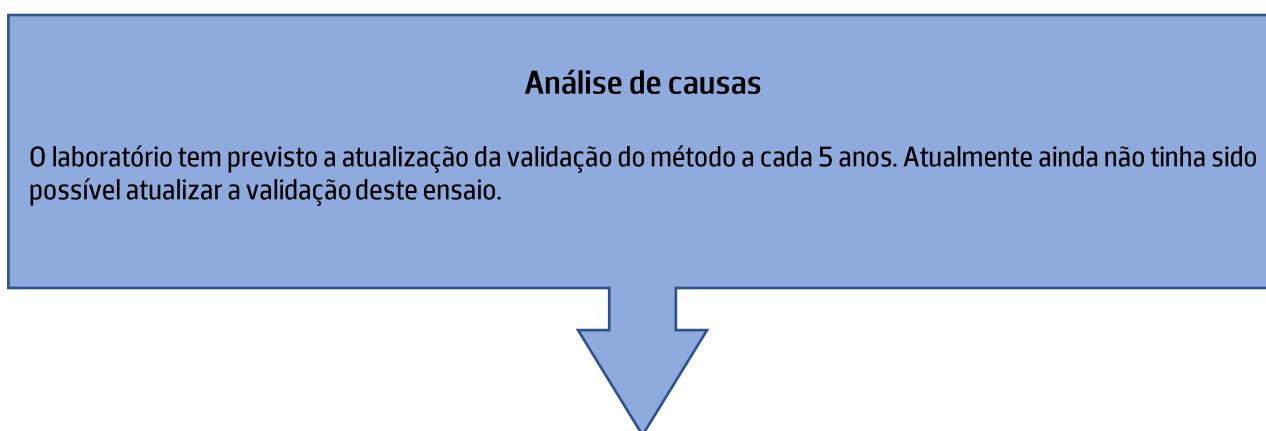
Não definido.



Verificação da Eficácia (Eficácia)

Não definido.

Não conformidade n.º 3	
Gravidade	Menor
Assunto	Validação do método A) Existe procedimento relativo à validação do método (VM)? Está atualizado (≤ 5 anos)?



Ação corretiva

Cumprir com o definido no plano de atualização da validação dos métodos. Ação corretiva do tipo imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

(Re)validação do método atualizada. Apresentação do procedimento da validação do método (VM) – prazo de 3 meses.



Verificação da eficácia (eficácia)

Em avaliação.

Não conformidade n.º 4	
Gravidade	Menor
Assunto	Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA)

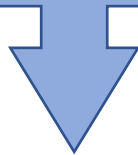
Não conformidade

Constatou-se que a sonda 102D utilizada na verificação da sonda 191BB está calibrada na gama (-18 a 15)°C, no entanto foi utilizada para a verificação realizada na gama (-21±3)°C.



Análise de causas

O RQ não tinha reparado que existiam temperaturas mais baixas do que -18°C, logo não solicitou a calibração de nenhuma sonda de referência para essa gama de temperatura.



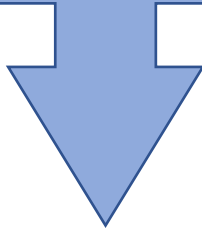
Correção

Calibrar uma sonda de temperatura, de referência, para esta temperatura (-21°C).
Correção imediata.



Ação corretiva

Efetuar o levantamento de todas as temperaturas negativas que são periodicamente verificadas.
Em Maio, durante as calibrações agendadas aos equipamentos, solicitar a calibração de uma sonda de temperatura, de referência (equipamentos 102), para as temperaturas negativas identificadas.
Ação corretiva imediata.



Verificação da eficácia (métodos e registos)

Não definido.



Verificação da Eficácia (eficácia)

Não definido.

6. Conclusão

Para a satisfação do cliente é necessário que a organização disponha de produtos e/ou serviços de qualidade, sendo que tal é garantido pela implementação de um SGQ, que permite uma melhoria contínua do desempenho da organização, aumentando assim a sua competitividade.

A acreditação do laboratório pela norma EN ISO/IEC 17025:2005 assume um papel fundamental na criação de valor para a empresa, na medida em que garante a competência técnica na produção de resultados e, conseqüentemente, um aumento de confiança por parte do cliente. Facilita também a negociação com mercados externos, devido à internacionalização da norma.

A acreditação do laboratório implica auditorias anuais por parte da entidade portuguesa de acreditação, o IPAC, de forma a verificar se os requisitos técnicos e os requisitos de gestão, nomeadamente o SGQ, são cumpridos e as atividades decorrem em conformidade com a norma EN ISO/IEC 17025:2005.

É necessário garantir que os ensaios no âmbito da acreditação são auditados a cada ciclo de acreditação (período de 4 anos), sendo que para isso, são realizadas auditorias técnicas que permitem constatar e corrigir atividades não conformes e detetar oportunidades de melhoria.

As não conformidades detetadas com mais frequência nas auditorias realizadas foram:

- Data de abertura de reagentes e data de preparação de soluções não rastreáveis - requisito técnico 5.6 Rastreabilidade das medições da norma EN ISO/IEC 17025:2005;
- Não cumprimento da manutenção associada aos equipamentos; requisito técnico 5.5 Equipamento - requisito técnico 5.5. Equipamento da norma EN ISO/IEC 17025:2005;
- Erros de transcrição dos resultados dos ensaios analíticos - requisito 5.10 Apresentação dos resultados da norma EN ISO/IEC 17025:2005;
- Documentação relativa aos recursos humanos em falta - requisito técnico 5.2 Pessoal da norma EN ISO/IEC 17025:2005;

As não conformidades foram devidamente tratadas, através das correções e/ou ações corretivas que eliminam as causas das não conformidades constatadas e evitam potencial trabalho não conforme, bem como foram realizadas ações de sensibilização para os analistas, de forma a melhorar o SGQ implementado na Silliker Portugal.

7. Referências Bibliográficas

- Barradas, J., & Sampaio, P. (2013). Certificação e acreditação: duas perspetivas num laboratório de metrologia.
- Berti, RC & Santos DC (2016). Importância do controlo de qualidade na indústria alimentícia: prováveis medidas para evitar contaminação por resíduos de limpeza em bebida UHT. *Atas de São Paulo*, **4**: 23-38.
- DICK, Gavin, GALLIMORE, Kevin, BROWN, Jane C. (2002). "Does ISO 9000 accreditation make a profound difference to the way service quality is perceived and measured?". *Managing Service Quality*, Volume 12, Nº 1, 30-42.
- Guia para acreditação de laboratórios químicos – OGC002 (2011). IPAC.
- Guia para a aplicação da NP EN ISO/IEC 17025 – OGC001 (2010). IPAC.
- Guia RELACRE 2. Auditorias Internas de Laboratórios Químicos. Lisboa: RELACRE: Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal; 1995.
- Guia RELACRE 3. Validação de Resultados em Laboratórios Químicos. Lisboa: RELACRE: Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal; 1996.
- ILAC – Organização Internacional de Organismos de Acreditação. Bem-vindo à ILAC. Acedido a 2019-04-03 em: <https://ilac.org/language-pages/portuguese/>
- ILAC. Vantagens de ser um laboratório acreditado (2010).
- IPAC – Instituto Português da Qualidade (2019). Perguntas frequentes – Quais as diferenças entre acreditação e certificação? Acedido a 2019-04-27 em: <http://www.ipac.pt/faqs/faqs.asp>
- IPAC – Instituto Português da Qualidade (2019). A acreditação. Acedido a 2017-04-27 em: <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>

- ISO 2450 Cream – Determination of fat content – Gravimetric method (Reference Method), 4ª edição, ISO & IDF, 2008.
- ISO 6886 – Animal and vegetable fats and oils – Determination of oxidative stability (Accelerated oxidative test), 3ª edição, ISO & IDF, 2016.
- ISO 17189 – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content, 1ª edição, ISO & IDF, 2003.
- ISO 9000 – Sistemas de Gestão da Qualidade – Fundamentos e Vocabulário, 3ª edição, Instituto Português da Qualidade, 2015.
- Lusa. *OMS lança campanha para promover a segurança alimentar*, no web site do Agronegócios. Acedido a 25 de abril de 2019, em:
<http://www.agronegocios.eu/noticias/oms-lanca-campanha-para-promover-seguranca-alimentar/>.
- Manual da Qualidade (2018). Silliker Portugal.
- Mérieux NutriSciences. A missão da Mérieux NutriSciences. Acedido em 25 de abril de 2019 em:
<https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/silliker-portugal>
- Mérieux NutriSciences. História. Visão, Missão, Valores. Acedido a 25 de abril de 2019, em:
<https://www.merieuxnutrisciences.com/pt/silliker-portugal>
- Monteiro, L. (2002). *Laboratórios de Portugal*. Laboratórios Acreditados, Empresas, Qualidade e Laboratórios. Volume 1, Editideias, Lisboa.
- NP 457 (1983) – *Leites. Ensaios preliminares. Pesquisa de peroxidase*. Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- NP 701 (1982) – *Iogurtes. Determinação da acidez*. Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- NP 874 (2000) – *Alimentos para animais. Determinação do teor de fósforo total. Método espectrofotométrico*. Instituto Português da Qualidade. Lisboa.

- NP 785 (1985) – *Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do resíduo seco solúvel. Processo corrente.* Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- NP 1846 (2006) – *Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos. Método de referência.* Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- NP 2032 (2009) – *Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.* Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- NP 2930 (2009) – *Produtos da pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway.* Instituto Português da Qualidade. Lisboa.
- PAFQ.069 – *Silliker, Procedimentos de Análise Físico-Química. Determinação de matéria gorda total, 2018.*
- PAFQ.098 – *Silliker, Procedimentos de Análise Físico-Química. Determinação da humidade e resíduo seco; 2016.*
- PAFQ.122 – *Silliker, Procedimentos de Análise Físico-Química. Determinação da atividade da água; 2016.*
- PAFQ.129 – *Silliker, Procedimentos de Análise Físico-Química. Determinação do valor do pH; 2015.*
- PAFQ.354 – *Silliker, Procedimentos de Análise Físico-Química. Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. Picnometria; 2018.*
- PCQ.02.1 *Silliker, Procedimento de Controlo da Qualidade – Gestão de padrões analíticos, materiais de referência e materiais de referência certificados (2017).*
- PCQ.04.7- *Silliker, Procedimento de Controlo da Qualidade – Controlo da Qualidade (2019).*
- PGQ.05 – *Silliker, Procedimento de Gestão da Qualidade – Gestão das Não Conformidades (2016).*
- PGQ.13.3 – *Silliker, Procedimento de Gestão da Qualidade – Auditorias técnicas (2015).*
- PGQ.17.4 – *Silliker, Procedimento de Gestão da Qualidade – Resultados analíticos (2016).*

- Procedimento para acreditação de laboratórios. (2018). IPAC.
- Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração. (ISO/IEC 17025:2005/Cor.1:2006). (2007). IPAC.
- SAMPAIO, P., SARAIVA, P., GUIMARÃES RODRIGUES, A. (2009). "ISO 9001 Certification Research: Questions, Answers and Approaches", International Journal of Quality and Reliability Management, Vol. 26 Nº 1, pp. 38–58.
- Santos, J. M. (2008) Sistema Português da Qualidade 25 anos – Passados 25 anos, estará o modelo do SPQ esgotado? 10–17. Editideias, Lisboa.
- VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia. Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. Acedido a 2019-04-01, em:
http://www1.ipq.pt/PT/Metrologia/Documents/VIM_IPQ_INMETRO_2012.pdf

8. Anexos

8.1. Anexo 1 – ISO 2450:2008 – Creme – Determinação do teor de gordura. Método gravimétrico.

Resumo do método: A porção de teste é extraída com uma solução etanólica amoniacal e com éter dietílico e petróleo leve. Os solventes são depois removidos por destilação ou evaporação. A massa das substâncias extraídas é determinada.

				Data da auditoria: 21,22,23 e 24 de janeiro de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: ISO 2450:2008 – Creme – Determinação do teor de gordura. Método gravimétrico.					
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 2450:2008. B) Sim. verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice - Laticínios - Normas várias.	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais?	X			A) Sim. Cópia controlada em 2016-12-02 pela Liliana. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.11.6 - Cópia registada em 2016-12-02 pela Liliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			A) Amostra n.º: 2019/003296	

<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>	X		<p>A) Temperatura ambiente (apesar de a norma definir que as amostras devem estar refrigeradas entre 2°C e 6°C, o laboratório não considera necessária a sua prática em Natas UHT). B) Sim. Não. C) Sim. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 - Preparada pela Cristina, no dia 2019-01-21. E) Sim. O banho 16J. F) Não. Após a preparação da mesma, procedeu-se à realização do ensaio.</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) Sim, apesar de na extração terem sido usadas provetas de vidro de 100 ml com tampa, em vez de balões de extração Mojonier. A analista mostrou destreza na realização do ensaio. B) NA.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X		<p>A) Sim. IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. B) Sim. Impresso validado a 2017-04-21.</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 é uma reta. - O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo. B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?</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) Milk Powder. B) Preparação: 2019-01-14. Validade: 2019-01-21. Analista: Susana Jesus. C) Sim. D) Sim.	
<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>	X			A1) 2019-01-21 SPA: 11J Sala de balanças de FQ :11W Laboratório de FQ: 11AA A1) 2019-01-22 Laboratório de FQ:11AA	
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado?</p>	X			BANHO 16J A) Banho 16J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a $34,0 \pm 1,0^{\circ}\text{C}$ no dia 2018-10-08 certificado de	

<p>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>calibração n.º ES-19719TP-18, emitido por EIA em 2018-10-22, apto em 2018-10-22. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-12-24 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>SONDA 86CX (associada ao banho 16J) A) Sonda 86CX. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim, relativamente à sonda calibrada: impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(34 \pm 1)^\circ\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>ESTUFA 14B A) Estufa 14B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim.</p>	
---	-----------------	--	--	--

			<p>E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.13.1 Estufas. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Calibração: calibração efetuada a (102,0 ± 1,0)°C no dia 2018-03-05, certificado de calibração n.º ES-3881TP-18, emitido por EIA em 2018-03-12. Apta em 2018-03-27. Próxima calibração em 2019-03.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) NA</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) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-01-07 - Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>SONDA 86EL (associada à estufa 14B)</p> <p>A) 86EL</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado no impresso IQ.13.3.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EL: sonda 110H calibrada em 2017-10-23, com certificado de calibração n.º CL-12713TP, emitido pelo EIA a 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. Sonda 110I calibrada em 2018-05-23, certificado de calibração n.º CL-9897TP-18 emitido pelo EIA em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>F1) NA.</p> <p>F2) Sim, relativamente às sondas calibradas: impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (102 ± 1,0)°C em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05.</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.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA</p> <p>H1) NA</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>I) Sim. I1) Não.</p> <p>TERMÓMETRO 19B</p> <p>A) Termómetro 19B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização de temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 19B: sonda 110I calibrada em 2018-05-23, certificado de calibração n.º CL-9897TP-18 emitido pelo EIA em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(52,5 \pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ em 2018-07. Próxima verificação: 2019-07. 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>	
--	--	--	---	--

X

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>A) Proveta graduada de vidro de 100mL com tampa B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>A) Proveta graduada de 25mL B) NA C) NA D) Não. A analista utilizou uma proveta de 25 mL de classe B, sendo que o material volumétrico de vidro utilizado no laboratório deve ser de classe A ou AS de acordo com o definido no procedimento PEQ.07 Material volumétrico de vidro. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>A) Pipeta graduada de 10mL B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA</p>	<p>1043/Q/Jan2019</p>
---	----------	----------	--	-----------------------

				<p>F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
	X	X			1043/Q/Jan2019
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção.</p>		X		<p>Balança 38A A) Balança 38A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3891MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 21 de janeiro 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>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Balança 2H</p> <p>A) Balança 2H.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3869MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação dos dias 21 e 22 de janeiro de 2019 - Registos atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23.</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Massa 183</p> <p>A) Massa 183.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração nº CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.</p> <p>G) NA.</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>Massa 135</p> <p>A) Massa 135.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.</p>	
--	---	--	---	--

			<p>D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado de calibração nº CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 76 A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração nº CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 68 A) Massa 68. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração nº CL-20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado.</p>	
	X			

	X		<p>G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. 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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Termohigrómetro 11J (SPA) A) Termohigrómetro 11J. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Foi verificado o registo da temperatura de 16,8°C e da humidade de 51%, da parte da manhã, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17 emitido em 2017-06-23. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens) A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2019-01-21 (manhã): temperatura de 17,9°C e humidade de 37%.</p>	

			<p>- 2019-01-22 (manhã): temperatura de 19°C e humidade de 38%. Os valores registados estão de acordo com valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342-TP-17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório FQ) A) Termohigrómetro 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. F) Foi verificado no impresso IQ.100.7: - 2019-01-21 (manhã): temperatura de 17,8°C e humidade de 43%. - 2019-01-21 (tarde): temperatura de 21,3°C e humidade de 40%. - 2019-01-22 (manhã): temperatura de 19,2°C e humidade de 42%. - 2019-01-22 (tarde): temperatura de 20,7°C e humidade de 45%. Os valores registados estão de acordo com os valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Conta-minutos 59AH A) Conta minutos 59AH. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. F) NA. G) Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos 59AH: cronómetro 58 calibrado pelo EIA em 2017-06-22, certificado n.º CL-7341TM-17, emitido em 2017-06-22. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado. H) Verificado o IQ.54.1B - verificação realizada a 2018-05-17. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Hotte 44B A) Hotte 44B. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) G2) NA H) Verificado o IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - Os</p>	
--	--	--	---	--

X

	X		registos estão atualizados - Última verificação efetuada a 09-05-2018. H1) NA. H2) Sim, IQ.08.1 validado em 2017-06-21. I) I1) NA J) Sim. J1) Não.	
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?	X		A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: - Hidróxido de amónia (B5): Lote 18D304016 - Etanol absoluto (D9): Lote 18H214014 - Éter dietílico (D8): Lote I193CS - Éter de Petróleo 40-60°C (D2): Lote 18G164016. A1.2) Sim. - Hidróxido de amónia (B5): abertura em 2018-12-07 pela Célia - Éter dietílico (D8): abertura em 2019-01-21 pela Íris - Éter de Petróleo 40-60°C (D2): abertura em 2019-01-18 pela Íris Solução de Etanol 96%: A2) NA - Solução preparada e utilizada no mesmo dia. A2.1) NA. A2.2) NA. A2.3) Íris Oliveira. A2.4) Sim. A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. Mistura de solventes A2) Mistura de solventes (éter dietílico+éter de petróleo) A2.1) NA. Solução preparada e utilizada no mesmo dia. A2.3) Íris Oliveira A2.4) Sim. A3 A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA. B) NA	

<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.073.1 emitido em 2018-05-29. 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: 2018/115705 B) Impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos – 2018-12-26. C) Boletim analítico n.º 126819/EGI/18.</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. De acordo com o verificado no impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda–Lácteos e ovos – 2018-12-26. C) Sim, Milk Powder (PR056-NOV2017). D) Sim, foram realizadas duas amostras para este ensaio, tendo sido uma delas efetuada em duplicado.</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	X	<p>A) Não. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de Resultados que a analista não registou corretamente o resultado do DPCS. – ZETA. Resultado introduzido em 2018-12-28 foi 29,1319% e o resultado registado no impresso IQ.23.2D foi 29,0401%. B) RSD = 1,58%, superior ao definido no SOP008 (1%). Não foi evidenciado o registo desta não conformidade. C) NA.</p>	1044/Q/Jan2019

Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): – Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	X		A) Sim, a analista realizou o ensaio em duplicado e transcreveu para o LIMS, de forma correta.	
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?	X		A) Sim. O cálculo é efetuado através da seguinte fórmula: $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100$ Em que: – Wf: Conteúdo em matéria-gorda. – m0: Massa, expressa em g, da amostra; – m1: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura e da matéria extraída em 9.4.15; – m2: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura preparado; – m3: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura usado no branco e qualquer matéria extraída em 9.4.15 – m4: Massa, expressa em g, do meio de recolha de gordura usado no branco. A1) Sim Replicado 1 $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100 = [(41,7331 - 41,2551) - 0] / 1,423 \times 100 = 33,5910$ Replicado 2 $Wf (g/100g) = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100 = [(41,5207 - 41,0434) - 0] / 1,422 \times 100 = 33,5654$ B) Sim, o resultado é expresso em g/100g com arredondamento às centésimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum 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).	X		A1) Sim. A2) Sim. A3) Sim. A4) Sim. A5) Sim. Atualizado em maio de 2018. A6) Sim, verificados os 3 últimos certificados de formação: 2018-11-15; 2018-12-13; 2018-12-20. A7) Sim, verificado no impresso IQ.59.2. A8) Sim. A9) Sim. B) Sim, verificado no IQ.255.2 – Matriz de Qualificação Inicial de Competências. Competência atribuída a 2018-06-04.	

<p>A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores.</p> <p>A9) IQ.26 Lista de competências.</p> <p>B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?</p>	X				
<p>Manutenção de competências:</p> <p>A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	X			<p>A) Apenas foi verificada a participação no ECI LGC_Double cream em 2018-10, amostra n.º 2018/94568 (resultado aceitável), pelo facto da analista ter ficado validada para este ensaio em 2018-06.04. No entanto, até à sua validação, a analista participou em dois ECIs: LGC_Whipping cream em 2018-05 (amostra n.º 2018/038787) e DRRR_raw cream em 2018-03 (amostra n.º 2018/019050).</p> <p>B) NA.</p>	

8.2. Anexo 2 – ISO 6886:2016 – Gorduras e óleos animais e vegetais – Determinação da estabilidade oxidativa.

Resumo do método: Um fluxo de ar purificado passa através da amostra, que atingiu determinada temperatura. Os gases libertados durante o processo de oxidação, juntamente com o ar, são passados para um balão contendo água desmineralizada ou destilada, que contém um elétrodo para medição da condutividade. O elétrodo é conectado a um dispositivo de medição e gravação. O fim do período de indução é indicado quando a condutividade começa a aumentar rapidamente. Este aumento acelerado é causado pela acumulação de ácidos gordos voláteis produzidos durante a oxidação.

				Data da auditoria: 15 de janeiro de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: ISO 6886:2016 – Gorduras e óleos animais e vegetais – Determinação da estabilidade oxidativa.					
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 6886:2016. B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 Índice – Gorduras e óleos comestíveis – Normas ISO.	
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 6886:2016. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais. Cópia controlada, registada em 2017-01-13 pela Liliana. Foi constatada a existência de uma cópia controlada do PAFQ.044.5 Métodos de preparação das amostras para análise: B) Sim, PAFQ.044.5. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos	

	X			originais. Cópia controlada, registada em 2017-07-18 pelo André.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			A) Amostra n.º: 2019/003312	
Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	X			A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 Registo da preparação de amostras – SPA – Química. Preparada pela Bela, no dia 2019-01-14. B) Não. C) A amostra após ter sido entregue na SPA, foi imediatamente entregue à analista que a acondicionou no frigorífico 152F. D) Sim. E) Sim, está de acordo com a ISO 661:2003. F) Sim, no frigorífico 152F.	
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. Foi evidenciada a destreza da analista na realização do ensaio. 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	X		A) Sim. IQ.277.1 Rancimat. B) Sim. – O impresso refere as sondas 86DW e 86DX, no entanto a sonda 86DX foi substituída pela sonda 86EV. – O impresso utiliza na determinação da temperatura de correção os erros das calibrações de 2017, no entanto as sondas já foram calibradas em 2018. C) Não. Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.277.1.	1034/Q/Jan2019

<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			A) A analista encontra-se a testar a estabilidade do DPCS "Olive oil" para este ensaio. Até à data da auditoria ainda só foi realizado um ensaio. 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>	X			A) Laboratório de FQ: termohigrómetro 11AA Sala de balanças de FQ: termohigrómetro 11W	

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Frigorífico 152F A) Frigorífico 152F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), dos dias 14 e 15 de janeiro – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-01-08 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>SONDA 191AP (associada ao frigorífico 152F) A) Sonda 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: sonda 102D calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12714TP-17 emitido em 2017-10-26. Apto em 2017-11-06. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (5±3)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. 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>Estufa 14B A) Estufa 14B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-01-07. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86DX A) Sonda 86DX B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) NA F) Calibrada pela EIA, em 2018-05-07, certificado de calibração n.º CL-8250TP-18 emitido em 2018-05-16. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D validado em 2009-03-30. G) NA G2) NA H) NA H1) NA I) NA I1) NA</p> <p>Sonda 86EV A) Sonda 86EV B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) NA F) Calibrada pela EIA, em 2018-05-07, certificado de calibração n.º CL-9056TP-18 emitido em 2018-05-16. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim</p>	
--	--	--	---	--

X

	X			<p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D validado em 2009-03-30.</p> <p>G) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) NA</p> <p>I1) NA</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado.</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à manutenção.</p> <p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>BALANÇA 38A A) Balança 38A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3891MS-18, emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 15 de janeiro - 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 76 A) Massa 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p>	
--	-----------------	--	--

				<p>Massa 75 A) Massa 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração nº CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12 Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</p> <p>Massa 68 A) Massa 68. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização e calibração: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado de calibração nº 20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a aceitação da calibração externa é realizada no próprio certificado. G) NA. G1) NA. G2) NA. H) NA. H1) NA. I) Sim. I1) Não.</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>Termohigrómetro 11W (Sala de pesagens) A) Termohigrómetro 11W. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Verificados o registo das temperaturas em 2019-01-15, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17, emitido em 2017-06-23. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório FQ) A) Termohigrómetro 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade F) Verificados o registo das temperaturas em 2019-01-15, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17, emitido em 2017-06-23. Apto em</p>	<p>1035/Q/Jan2019</p>
---	-----------------	-----------------	---	-----------------------

			<p>2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12.</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>J1) Não.</p> <p>Rancimat 120B</p> <p>A) Rancimat 120B.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.77.1 Rancimat.</p> <p>F) NA</p> <p>G) Fluxo:</p> <p>A1 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8256CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A2 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8259CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A3 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8261CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A4 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8264CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B1 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8266CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B2 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-9489CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B3 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8270CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p>	1035/Q/Jan2019
--	--	--	---	----------------

			<p>B4 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8272CD-18, emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>Condutividade:</p> <p>A1 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8255CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A2 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8257CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A3 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8260CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>A4 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8263CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B1 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8265CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B2 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8268CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B3 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8269CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>B4 - Calibrado pelo EIA em 2018-05-07, certificado n.º CL-8271CT-18, emitido em 2018-05-21. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração: 2019-05.</p> <p>Temperatura: Calibrado pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º ES-3912TP-18, emitido em 2018-03-29. Apto em 2018-04-03. Próxima calibração: 2019-03.</p> <p>G1) Sim, verificada a etiqueta 146.3 G2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado pela amostra diária de controlo do processo (DPCS). H1) NA. H2) NA. I) NA. I1) NA. J) Não. A metodologia definida no PEQ.77.1 relativa à manutenção do equipamento</p>	1035/Q/Jan2019
--	--	--	---	----------------


	X	X	não está de acordo com a prática do laboratório. A analista realiza outras etapas na lavagem do material, que não estão descritas no procedimento. J1) Sim, o PEQ.77.	1035/Q/Jan2019
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. Certificados de lote em falta?	X	X	A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes dos seguintes reagentes: – Acetona (D10): Lote: 18J054014 A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-01-14) e rúbrica da analista. Solução saturada para limpeza do material: A2) Verificado o IQ.210.2-Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC – o registo não se encontra atualizado. Último registo em 2018-01-12. A2.1) Não evidenciado. A2.2) Não evidenciado. A2.3) Não evidenciado. A2.4) Não. A etiqueta continha a informação da última preparação registada no impresso IQ.210 (14/12/2017). A3) Não. A3.1) NA. A3.2) NA. A3.3) NA. A3.4) NA. A4) NA A4.1) NA. A4.2) NA. A4.3) NA. A4.4) NA. A5) NA B) Sim.	1036/Q/Jan2019
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?	X	X	A) Sim, VM.062.0, emitido em 2017-03-06. B) NA	1036/Q/Jan2019

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: 2018/098087 B) IQ.277.1 Rancimat C) Boletim analítico n.º 103357/EGI/18	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): – Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas? B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)? C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual? D) Foram realizados duplicados de acordo com o definido no procedimento PCQ.04 Controlo da qualidade ("São realizadas em duplicado entre 5 a 10% do total de análises")?	X	X	A) NA B) Não foi evidenciado no IQ.277 a rastreabilidade da analista que realizou o ensaio. C) Não. Não foram evidenciados registos da realização de DPCS. Último DPCS registado em 2018-06-05. D) Sim.	1037/Q/Jan2019
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	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): – Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	X		A) Sim, 15,76 horas.	
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?	X		A) NA A1) Sim.	

B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?	X		B) Sim, os resultados encontram-se apresentados em horas, arredondados às décimas.	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	X		A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2017-01-26 A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14 A8) OK A9) OK B) Sim verificado no IQ.255. Competência atribuída em 2018-05-07.	
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?	X		A) A analista ficou qualificada em 2018-05, no entanto participou no ECI Bipea Extra virgin olive oil, mas este parâmetro não foi avaliado (2018/045278). B) NA	

8.3. Anexo 3 – ISO 17189:2003 – Determinação de matéria gorda. Gravimetria após extração por solventes.

Resumo do método: A matéria gorda é extraída da porção de teste utilizando um solvente específico. A fase solvente/matéria gorda é separada da fase aquosa e transferida quantitativamente para um vaso coletor. O solvente é removido por destilação ou evaporação e a massa das substâncias extraídas é determinada.

				Data da auditoria: 2019-06-11	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: ISO 17189:2003 – Determinação de matéria gorda. Gravimetria após extração por solventes.					
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 17189 (2003). B) Sim. Verificado no site da ISO. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – 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, ISO 17189 (2003). C) Sim, verificado o registo no impresso 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 nº: 2019/50567	
Preparação da amostra – No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação?	X			A) A amostra estava acondicionada no frigorífico 152W até à sua preparação. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de	

<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 das amostras para análise. Não.</p> <p>C) Sim está de acordo com a ISO 17189 (2003). Não.</p> <p>D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Erika, no dia 2019-06-04.</p> <p>E) Sim, banho 16J.</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista para realização do ensaio.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista?</p> <p>B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>A) Sim. A analista mostrou destreza na realização do ensaio.</p> <p>B) O impresso IQ.213.0 Relatório – Tratamento de informação, anexo à norma necessita de ser atualizado, pois constatou-se que a indicação realizada em 2017-02-08 relativamente ao ensaio em branco não está de acordo com a prática do laboratório.</p>	1301/Q/Jul2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Existem impressos associados ao método?</p> <p>B) O impresso necessita de ser atualizado?</p> <p>C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X		<p>A) Sim, impresso IQ. 23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos.</p> <p>B) Não.</p> <p>C) Sim, impresso IQ. 23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos – validado em 2017-04-21.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>– Métodos que envolvem curvas de calibração:</p> <p>A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade?</p> <p>– O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5).</p> <p>– A sua representação gráfica seja uma reta.</p> <p>– O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo.</p>		X		

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) Creme vegetal (PR1251-NOV18). B) NA C) NA. Asset interno. D) NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?			X	A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção.			X	Banho 16J A) 16J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a 34,0°C no dia 2018-10-08, certificado de calibração n.º ES-19719TP-18, emitido por EIA em 2018-10-22. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração em 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) do dia 4 de junho - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA. G2) NA. H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-05-10 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA. I) Sim.	

<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>X</p>		<p>I1) Não.</p> <p>Sonda 86CX (associada ao banho 16J) A) 86CX B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(34\pm 1)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Estufa 14B A) 14B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a $(102\pm 2)^{\circ}\text{C}$ no dia 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4412TP-19, emitido por EIA em 2019-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração em 2020-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 4 de junho de 2019 - os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última</p>	
--	----------	--	---	--

			<p>manutenção registada em 2019-05-10 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86EL (associada à estufa 14B) A) 86EL B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EL: sonda 1101 calibrada pelo EIA em 2018-05-23, certificado de calibração n.º CL-9897TP-18 emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (40±2)°C em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>Frigorífico 152W A) 152W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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), do dia 4 de junho de 2019 – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificada a manutenção no impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamentos – último registo em 2019-05-14 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191CC (associada ao frigorífico 152W) A) 191CC B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim4 E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191CC: sonda 102D calibrada pelo EIA, com certificado de calibração n.º CL-19968TP-18 emitido em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-10. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – 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.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p>	
	X			
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p>			<p>Pipetador automático 82F A) 82F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
	X			

<p>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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X			<p>Balança 2H A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B – Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 4 e 5 de junho de 2019 – Os registos encontram-se 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	

				<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A massa n.º 135 foi enviada para calibrar, não se encontrando no laboratório na data da auditoria.</p> <p>Massa 76 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
--	--	--	--	---	--

			<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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.13.3 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p>	X		<p>Anemómetro 131 A) 131 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA</p>	

<p>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>H) Não foi verificado o cumprimento do definido no procedimento "Verificação do equipamento durante a calibração externa da câmara de fluxo laminar (ver parágrafo 6.2.2.2 Calibração externa)" pois a câmara de fluxo laminar ainda não foi calibrada. H1) NA H2) NA I) NA I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Centrífuga 31B A) 31B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.08.0 Centrífuga. F) NA G) Calibração externa efetuada por fornecedor competente: calibrada pelo EIA em 2019-03-06, certificado de calibração n.º CL-4408RT-19, emitido em 2019-03-15. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) Equipamento limpo - OK. I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Conta-minutos 59H A) 59H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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 59H: 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</p>	
--	-----------------	--	---	--

			<p>G2) A aceitação da calibração externa do cronómetro de referência é feita no próprio certificado.</p> <p>H) Verificado o IQ.54.1B - verificação realizada a 2019-03-20.</p> <p>H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0.</p> <p>H2) NA</p> <p>I) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Hotte 44B</p> <p>A) 44B</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Sim, impresso IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – último registo em 2018-05-09. Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – Validado em 2017-06-21.</p> <p>I) Equipamento limpo – OK</p> <p>I1) NA</p> <p>Termohigrómetro 11AA</p> <p>A) 11AA</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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> <ul style="list-style-type: none"> - 2019-06-04 (manhã): temperatura de 26,2°C e humidade 44%; - 2019-06-04 (tarde): temperatura de 21,4°C e humidade 44%; - 2019-06-05 (manhã): temperatura de 25°C e humidade 40%. <p>Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p>	
--	--	--	---	--

X

			<p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-06-04 (manhã): temperatura de 23,9°C e humidade 48%;</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p>	
--	--	--	---	--

				<p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-06-04 (manhã): temperatura de 26°C e humidade 39%; -2019-06-05 (manhã): temperatura de 24,9°C e humidade 36%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20,0±2,0)°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>Vórtex 4P</p> <p>A) 4P B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.22.0 Vórtex. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA</p>	
--	--	--	--	--	--

X

	X			H2) NA I) Equipamento limpo – OK I1) NA J) Sim. J1) Não.	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Registos de controlo de:</p> <p>A1) Reagentes A1.1) IQ.197. A1.2) Na embalagem está registada a data de abertura, data de validade e a rúbrica?</p> <p>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?</p> <p>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?</p> <p>A4) Padrões secos e guardados em exsicador 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?</p> <p>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			<p>A1) Éter de petróleo a 40° – 60°C (D2) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 19A304018. Verificado o certificado de lote.</p>	
<p>Validação do método</p> <p>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) VM.058.1 emitido em 2018-03-13. 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		A) Amostra n.º 2019/041514. B) Impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos. C) Boletim analítico n.º 46975/EGI/19.	
<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	A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no IQ.23.2D Determinação de matéria gorda – Lácteos e ovos do dia 2019-05-06, no entanto constatou-se que a analista rastreou uma centrífuga que não pode de ser utilizada neste ensaio (96B centrífuga de Gerber). C) Sim, foi usado o DPCS Creme vegetal (PR1251-NOV18). D) Sim a analista efetuou a análise de 2 amostras, tendo realizado o ensaio de uma delas em duplicado.	1302/Q/Jul2019
<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		A) Sim. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 61,5521 (g/100g) (2019-05-06). B) NA. Asset interno. C) Não foram evidenciadas não conformidades.	
<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, 74,60 (g/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?</p>	X		A) O conteúdo de matéria gorda da amostra (W), expresso em fração de massa gorda em %, é dado pela fórmula: $W = [(m1 - m2) - (m3 - m4)] / m0 \times 100\%$ onde, m0 é a massa da porção do teste, em gramas;	

<p>B) O arredondamento e apresentação dos resultados estão de acordo com o definido no procedimento/norma?</p>	<p>X</p>		<p>m1 é a do vaso coletor de gordura e matéria extraída, em gramas; m2 é a massa da preparação do vaso coletor de gordura para o ensaio, em gramas; m3 é a massa do vaso coletor de gordura usado no teste do branco e isento de matéria gorda extraída, em gramas; m4 é a massa do vaso coletor de gordura usado no teste do branco, em gramas.</p> <p>Réplica 1</p> $W = \frac{[(m1 - m2) - (m3 - m4)]}{m0} \times 100\%$ $= \frac{[(79,9541 - 76,8354) - 0,0010]}{4,1807} \times 100\%$ $= 74,5736 \approx 74,57g/100g$ <p>Réplica 2</p> $W = \frac{[(m1 - m2) - (m3 - m4)]}{m0} \times 100\%$ $= \frac{[(81,5606 - 78,4912) - 0,0010]}{4,1113} \times 100\%$ $= 74,6333 \approx 74,63g/100g$ <p>A1) Como as réplicas cumprem com o critério de repetibilidade, o resultado apresentado no boletim analítico corresponde à média da réplica 1 e da réplica 2.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados às 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 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.</p>	<p>X</p>		<p>A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK. Atualizado em 2019-02-01. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK. Renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK</p>	

<p>B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?</p>	<p>X</p>		<p>B) Sim, verificado no IQ.255.2 – Matriz de Qualificação Inicial de Competências. Competência atribuída em 2018-03-09.</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 no ECI Fapas em 2018-03, amostra n.º 2018/016931 – Resultado aceitável; ECI Fapas_Mixed fat spread em 2018-08, amostra n.º 2018/074342 – Resultado aceitável e Bipea_Butter em 2018-10, amostra n.º 2018/086692 – Resultado aceitável. B) NA</p>	

8.4. Anexo 4 – NP 457:1983 – Leites. Ensaio preliminares de análise. Pesquisa de peroxidase.

Resumo do método: Oxidação da p-fenilenodiamina ou do guaiacol sob a ação combinada de água oxigenada e de peroxidase do leite, produzindo, respetivamente, uma intensa coloração azul violeta ou rosa salmão.

				Data da auditoria: 3 de abril de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 457:1983 – Leites. Ensaio preliminares de análise. Pesquisa de peroxidase.					
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-457 (1983). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Lacticínios – Várias normas.	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor?	X			A) Sim. B) Sim, NP-457:1983. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais.	

C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais?	X		Cópia controlada em 2017-01-13 pela Líliana.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X		A) Amostra n.º 2019/031658 Pelo facto de não existirem amostras de Clientes para este ensaio, foi rececionada uma amostra de leite em curso no laboratório (2019/029705_Leite UHT meio gordo), para poder ser realizada a auditoria presencial.	
Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	X		A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Cristina, no dia 2019-04-01. B) Sim, o banho 9E. C) Antes da sua preparação, a amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico 152F.	
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. Foi evidenciada a destreza da analista na realização do ensaio. 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		
<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		
<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>	X			A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA	

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>X</p>	<p>Banho 9E A) 9E. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: calibração efetuada a (40,0±1,0)^oC no dia 2018-05-07, certificado de calibração n.º ES-8226TP-18, emitido por EIA em 2018-05-14, apto em 2018-06-04. Próxima calibração em 2019-05. NOTA: Em junho de 2018 foi detetado que a temperatura de preparação dos leites definida no procedimento PAFQ.044, não estava de acordo com o definido nas normas. Após a deteção desta não conformidade 1225/Q/Jun2018, a temperatura de calibração do banho 9E foi alterada para (39,0±1,0)^oC. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-12-29 - Os registos encontram-se desatualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86EX (associada ao banho 9E) A) 86EX B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EX: 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p>	<p>1149/Q/Abr2019</p>
--	-----------------	-----------------	---	-----------------------

			<p>G) Equipamento verificado a $(40,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05.</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.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Frigorífico 152F</p> <p>A) 152F</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) NA</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) NA</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 3 de abril – os registos encontram-se atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-04-01 – Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>SONDA 191AP (associada ao frigorífico 152F)</p> <p>A) 191AP</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: 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.</p> <p>F1) NA.</p>	1149/Q/Abr2019
--	--	--	---	----------------

	X	X	<p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (5,0±3,0) °C em 2019-02. Próxima verificação: 2020-02.</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.260.1</p> <p>Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	1149/Q/Abr2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>– Volumes (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado.</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à manutenção.</p> <p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Pipeta volumétrica 2mL</p> <p>A) Pipetas volumétricas de 2mL</p> <p>B) NA</p> <p>C) NA</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e verificação: PEQ.07.0</p> <p>Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA.</p> <p>F) NA</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) NA</p> <p>G) NA</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>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Massas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>			<p>X</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>Anemómetro 131 A) 131 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Não foi verificado o cumprimento do definido no procedimento "Verificação do equipamento durante a calibração externa da câmara de fluxo laminar (ver parágrafo 6.2.2.2 Calibração externa)" pois a câmara de fluxo laminar ainda não foi calibrada. H1) NA H2) NA I) NA I1) NA</p> <p>Hotte 44A A) 44A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Sim, impresso IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – último registo em 2018-05-09. Os registos encontram-se atualizados. H1) NA H2) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – Validado em 2017-06-21. I) Equipamento limpo – OK I1) NA</p> <p>Termohigrómetro 11AA (Laboratório FQ) A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
---	-----------------	--	--

	X		<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: - 2019-04-03 (manhã): temperatura de 22,1°C e humidade 38%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-04-01 (manhã): temperatura de 21,2°C e humidade 37%; - 2019-04-01 (tarde): temperatura de 22,1°C e humidade 44%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>	
--	---	--	---	--


	X		<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. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</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		<p>A1) Guaiacol a 2% (m/V) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes (F205). A1.2) Foi evidenciada a data de abertura (2015-06-06) e a rúbrica da analista (Mónica). Nota: Não foi evidenciada a data de validade do reagente na embalagem nem no certificado de lote como definido no procedimento PGL.06.4. A definição de um prazo de validade de 5 anos após a abertura, para reagentes/certificados que não definem validade apenas foi definida em 2018-04-16, na revisão 3 do PGL.06. B) Lote n.º MKBR6211V. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Água oxigenada a 10 volumes A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes (F304). A1.2) Foi evidenciada a data de abertura (2019-03-04), data de validade (2019-06-03) e a rúbrica da analista (Mónica). B) Lote n.º 19003. Nota: Não foi verificado o certificado de lote da água oxigenada pois foi adquirida num hipermercado.</p> <p>A2) Solução de guaiacol, verificado o impresso IQ.210 Controlo da preparação - Soluções_Placas de TLC - os registos encontram-se atualizados. A2.1) Preparação: 2019-04-03 A2.2) Validade: 2019-05-03 A2.3) Mónica Ferreira 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>			X		
<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			A) Amostra n.º: 2018/102938 B) Amostra n.º: 2018/043391 C) Boletim analítico n.º 14435/EGI/18	
<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			A) B) Não é possível auditar a lista de trabalho 2018/043391, pois a lista de trabalho não se encontra no laboratório, mas sim na empresa externa para arquivo. C) NA D) NA	
<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>			<p>X</p> <p>A) Não é possível verificar se a transcrição dos resultados para o LIMS foi correta, visto que já não é possível ter acesso à lista de trabalho onde estava registado o resultado da amostra n.º 2018/102938.</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) O resultado apresentado no boletim analítico encontra-se de acordo com o definido na norma: "A reação diz-se negativa quando o leite conserva a sua cor normal e positiva quando a mistura toma cor azul violeta ou rosa salmão".</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) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK, atualizado em 2019-02-15. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22 e PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Não foi verificado no IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências a data de competência pois a analista adquiriu-a antes de junho de 2012.</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 existem ECI's para o método NP 457 – Leites. Ensaio preliminar de análise – Pesquisa de peroxidase, como verificado na pesquisa efetuada no EPTIS em 2018-04. B) NA</p>	

8.5. Anexo 5 – NP 701:1982 – Iogurtes. Determinação da Acidez.

Resumo do método: Neutralização dos ácidos livres contidos no iogurte, por solução alcalina titulada.

				Data da auditoria: 29 de janeiro de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 701:1982 – Iogurtes. Determinação da Acidez.					
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			Procedimento complementar à NP 701: A) Sim. PAFQ.005.0 Determinação da acidez – leites e iogurtes. 2014-03-13. B) Sim. PAFQ.005.0 Determinação da acidez – leites e iogurtes. 2014-03-13. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas.	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	X			A) Sim. NP-701 (1982). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Lacticínios – Várias normas.	
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			Norma NP-701 A) Sim. B) Sim, NP-701:1982. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais – Iogurtes–Determinação da acidez. 2016-11-23. PAFQ.005.0 A) Sim. B) Sim, PAFQ.005.0. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais – Determinação da acidez. Leites e iogurtes. 2016-11-30.	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X		A) Amostra n.º: 2019/06607	
Preparação da amostra – No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras – SPA – Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	X		A) Refrigeração no frigorífico 152W. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. C) Sim está de acordo com a NP-701(1982). Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Cristina, no dia 2019-01-29. E) Não. F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista para realização do ensaio.	
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) Sim. Foi evidenciada a destreza da analista na realização do ensaio. Apesar de ter sido auditado presencialmente a determinação da acidez num iogurte aromatizado corado, a analista foi questionada relativamente à determinação da acidez num iogurte natural ou aromatizado não corado. Desta forma foi constatado que o procedimento complementar à norma, PAFQ.005, não se encontra atualizado perante a prática do laboratório. O procedimento PAFQ.005 define que a determinação da acidez segundo a NP 701 é sempre realizada por potenciometria, no entanto a sua determinação em iogurtes naturais ou aromatizados não corados é realizada por titulação direta. B) Sim, o PAFQ.005.	1047/Q/Fev2019

<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. IQ.23.0M – Determinação da acidez, exp. NaOH 1N e IQ.124.0B Padronização do hidróxido de sódio. B) Não. C) Sim. IQ.23.0M validado em 2018-02-19; IQ.124.0B 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		<p>A) Milk Powder. B) 2019-01-28 pela Cristina. C) Sim. Válido até 2019-02-04. D) Sim. Verificado no impresso IQ.213.0 – Controlo de 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>	X		<p>A) Laboratório de FQ: termohigrómetro 11AA Sala de pesagens: termohigrómetro 11W SPA: termohigrómetro 11J</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Estufa refrigerada 125 A) 125. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2018-03-05, certificado de calibração n.º ES-3913TP-18, emitido por EIA em 2018-03-12. Apta em 2018-03-27. Próxima calibração em 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-01-07 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86BN (associada à estufa 125) A) 86BN. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p>	
--	----------	--	--	--

				<p>H) NA H1) NA I) NA I1) NA</p> <p>Frigorífico 152W A) 152W. B) Sim. C) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) O equipamento não tem carta de controlo de temperatura, pois a sonda 191CC de verificação associada ainda não foi validada. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Não há registo de manutenção, pois este equipamento apenas começou a ser utilizado em 2019-01. H1) NA I) NA. I1) NA.</p> <p>Sonda 191CC (associada ao frigorífico 152W) A) 191CC. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Esta sonda entrou ao serviço no dia 2019-01-09, a analista realizou a verificação no dia 2019-01-17, no entanto o DQ ainda não procedeu ao tratamento dos resultados - Conforme segundo o definido no procedimento PCE.08: "Nota 3: O tratamento dos resultados pode ser realizado até um prazo máximo de 1 mês após a sua data de entrega ao DQ".</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Bureta de 25mL – H A) Bureta de 25mL. B) Sim. C) Sim D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) Calibração efetuada no dia 2017-03-20, certificado de calibração n.º 39329, emitido por Normalab em 2017-03-20. Apta em 2017-03-21. Próxima calibração em 2020-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipeta volumétrica de 20mL A) Pipeta volumétrica de 20mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Balança 2H A) 2H. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3869MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B – Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 29 de janeiro 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 A) 183. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>Potenciómetro 24A A) 24A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.12.5 Potenciómetro. F) NA. G) Calibrado pelo EIA em 2018-09-27, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-09-27. Apto em 2018-10-08. Próxima calibração a 2019-09. G1) Sim, verificada a etiqueta 146.3. G2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. H) NA H1) NA. H2) NA I) Equipamento limpo – ok. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Eléctrodo 159BB A) 159BB. B) Sim. Não foi evidenciada no cabo do eléctrodo a etiqueta a identificar a data da primeira utilização e a rúbrica da analista, como definido no PEQ.12. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.12.5 Potenciómetro. F) NA G) Calibração interna: calibração efetuada com as soluções tampão de 4,00, 7,00 e 9,22. Verificado o impresso IQ.268.1 Controlo do declive da reta de calibração – Potenciómetro e o impresso IQ.50.9A Controlo dos parâmetros da reta de calibração – Registos atualizados. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.268.1 validado em 2013-10-09 (validação IQ.268.0 – as únicas alterações da revisão 0 para a revisão 1 foram no cabeçalho) e IQ.50.9A validado em 2017-06-13. H) Este equipamento tem duas verificações associadas: – Verificação da temperatura – IQ.260 e IQ.259 – não foram evidenciados os registos para esta verificação.</p>	1048/Q/Fev2019
---	---	---	---	----------------

			<p>- Verificação do pH - IQ.156.6 Verificação do potenciómetro FQ, MIA, AMB - registos atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) Sim, o impresso IQ.156.6 validado em 2017-06-13.</p> <p>I) Equipamento limpo e reidratado - ok.</p> <p>I1) NA.</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim. Verificado o registo no impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>F) Verificados o registo da temperatura e humidade em 2019-01-29, no impresso IQ.100.7 Registo de temperatura e humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17, emitido em 2017-06-23. Apto em 2017-07-03. Próxima calibração a 2018-06.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a $(22,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02.</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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p>	1048/Q/Fev2019
--	--	--	---	----------------

			<p>F) Verificados os registos da temperatura e humidade em 2019-01-29, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade: - 2019-01-29 (manhã): temperatura de 19,7 e humidade de 46%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342-TP-17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p>	
	X	X	<p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. F) Verificados os registos da temperatura e humidade em 2019-01-29, no impresso IQ100.7 Registo de temperatura e humidade: - 2019-01-29 (manhã): temperatura de 19,4°C e humidade de 52%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2017-06-23, certificado n.º CL-7342TP-17 emitido em 2017-06-23. Próxima calibração a 2018-06. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2016-07-28.</p>	1048/Q/Fev2019

	X	X	<p>H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2017-12. Próxima verificação: 2018-12. H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. H2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p>	1048/Q/Fev2019
<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		<p>Reagentes: Hidróxido de sódio A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes o reagente Hidróxido de Sódio (B4). Lote: 18D1841115 A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-01-15) e rúbrica da analista (Isabel Pontes). Hidrogenoftalato de potássio A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes o reagente Hidrogenoftalato de potássio (C16). Lote: 15G010003 A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2017-11-16) e rúbrica da analista (Diana). A4.2) 2018-12-05 A4.3) 2019-03-05 A4.4) Célia A4.5) Sim pH 4,00 (F4) A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes o registo do pH 4,00. Lote: Q7F030107G A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2018-12-04) e rúbrica da analista (Diana). pH 7,00 (F5) A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes o registo do pH 7,00. Lote: Q8D103038E A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2018-12-04) e rúbrica da analista (Diana).</p>	

			<p>pH 9,22 (F272)</p> <p>A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes o registo do pH 9,22. Lote: Q7E006047E</p> <p>A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-01-10) e rúbrica da analista (Mafalda).</p> <p>Solução de Hidróxido de Sódio 0,1N para a titulação:</p> <p>A2) Verificado o IQ.210.2-Controlo de Preparação de Soluções/Placas de TLC - o registo encontra-se atualizado: 2019-01-22.</p> <p>A2.1) 2019-01-22 A2.2) 2019-02-22 A2.3) Isabel Pontes. A2.4) Sim. A etiqueta continha a informação da última preparação registada no impresso IQ.210.2 (2019-01-22).</p> <p>A3) Sim. A3.1) 2019-01-22 A3.2) 2019-01-29 A3.3) Isabel Pontes. A3.4) Sim. A etiqueta continha a informação da última padronização registada no impresso IQ.124.0B.</p> <p>A5) NA</p> <p>B) Sim, foram evidenciados os certificados de lote de todos os reagentes utilizados.</p>	
--	--	--	--	--

X


<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	X	<p>A) Não. B) NA</p>	1049/Q/Fev2019
<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: 2019/00046 B) IQ.23.0M. C) Boletim analítico n.º 428/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>	X		<p>A) NA B) Sim. É garantida a rastreabilidade como se verifica no IQ.23.0M – 2019-01-07. C) Sim, Milk Powder (PR1192_NOV17). D) Sim. Foram realizadas sete amostras para este ensaio, tendo sido uma delas efetuada em duplicado.</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?</p>	X		<p>A) Sim. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 10,4540mL/L, no próprio dia da realização do ensaio (2019-01-07). B) NA. Asset interno. C) Não foram evidenciadas não conformidades.</p>	

C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?	X			
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?	X			A) Sim, 7,43mL/100g.
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?	X			<p>A) Acidez (iogurte) = $[(N \times V) / M] \times 100$</p> <p>Em que: N: título de solução de hidróxido de sódio, em N; V: volume da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação, em mililitros; M: massa da toma, em gramas.</p> <p>Réplica 1</p> <p>Acidez = $[(N \times V) / M] \times 100$ = $[(0,1007 \times 7,40) / 10,0328] \times 100$ = 7,427 \approx 7,43mL/100g</p> <p>Réplica 2</p> <p>Acidez (iogurte) = $[(N \times V) / M] \times 100$ = $[(0,1007 \times 7,40) / 10,0291] \times 100$ = 7,430 \approx 7,43mL/100g</p> <p>Acidez (padrão) = $[(N \times V) / M] \times 100$ = $[(0,1007 \times 2,08) / 2,0036] \times 100$ = 10,45398 \approx 10,4540mL/100g</p> <p>A1) Sim. B) Sim, os resultados encontram-se apresentados em mL/100g, arredondados às décimas.</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).				<p>A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK A6) Boas Práticas Laboratoriais - 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade - 2018-11-22 e PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos - 2018-12-13. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK</p>

<p>A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores.</p> <p>A9) IQ.26 Lista de competências.</p> <p>B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?</p>	<p>X</p>		<p>B) Sim verificado no IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências – Competência atribuída em 2012-09-25.</p>	
<p>Manutenção de competências:</p> <p>A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	<p>X</p>		<p>A) Foi verificada a participação no ECI DRRR_logurte em 2018-11, amostra n.º 2018/099173 – Resultado aceitável.</p> <p>B) NA.</p>	

8.6. Anexo 6 – NP 874:2000 – Alimentos para animais. Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.

Resumo do método: Incineração da amostra e solubilização por ácido (no caso de produtos contendo substâncias orgânicas) ou digestão ácida (no caso de compostos minerais ou produtos líquidos). Reação da solução da amostra com reagente vanadomolibdico e determinação da absorvância da coloração amarela obtida, num espectrofotómetro, em comprimento de onda de 430 nm.

				Data da auditoria: 2019-05-28	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 874:2000 - Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular					
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-874 (2000). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 - Índice - Alimentos para animais - Normas várias (2017-10-09).	
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-874 (2000). C) Sim, verificado o registo no impresso 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: 2019/39949.	

<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) Foi verificado o registo de preparação da amostra no impresso IQ.269.2 Registo da preparação de amostras – SPA – Química. B) Não. C) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. D) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. 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) Sim. A analista mostrou destreza na realização do ensaio. 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. IQ.76.0AV Reta de calibração do fósforo; IQ.309.0 Registo e avaliação dos ensaios em branco – Métodos que envolvem curvas de calibração e IQ.265.0B Controlo dos parâmetros da reta de calibração – Fósforo. B) Não. C) Sim, IQ.76.0AV Reta de calibração do fósforo – validado em 2017-06-13; IQ.309.0 Registo e avaliação dos ensaios em branco – Métodos que envolvem curvas de calibração – validado em 2018-07-02 e IQ.265.0B Controlo dos</p>	

	X		parâmetros da reta de calibração – Fósforo – validado em 2017-06-13.	
<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>A) Sim. Foi verificado que a curva de calibração cumpre os critérios de aceitação definidos no PCQ.04 Controlo da qualidade: – O coeficiente de correlação está aceitável ($r=0,99995$); – A sua representação é uma reta; – O declive da reta, $m=0,02070$ está dentro dos limites da respetiva carta de controlo ($x+3\sigma=0,02115$) e ($x-3\sigma=0,02031$), como verificado no IQ.265.0B Controlo dos parâmetros da reta de calibração – Fósforo.</p> <p>B) Sim, foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no PCQ.04: – Curva de calibração: já avaliado anteriormente na checklist – Branco da amostra: verificada a realização do branco do processo no IQ.309.0 (2019-05-28). – Branco da reta: OK – Padrão de menor concentração: o erro relativo é inferior ou igual ao critério definido no IQ.76.0AV (0,64%): OK – Padrão de maior concentração: o erro relativo é inferior ou igual ao critério definido no IQ.76.0AV (0,37%): OK – DPCS: OK – Amostras: as áreas obtidas estão dentro da zona linear, como verificado no IQ.76.0AV. – Padrão intermédio: não aplicável, pois a analista só realizou a leitura de 2 amostras. – Padrão de menor concentração (0,26%): OK – Padrão de maior concentração (0,37%): OK</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>	X		<p>A) Infant Cereal (PR032-NOV18). B) 2019-05-20 pela Erika. C) Sim. Válido até 2019-05-27. D) Sim. Verificado no impresso IQ.213.0 - Controlo de 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>	X		<p>A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção</p>	X		<p>Mufra 34D A) 34D B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a (550±10)°C no dia 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4406TP-19, emitido por EIA em 2019-03-11. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração em 2020-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), dos dias 27 de maio de 2019 - os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - última manutenção registada em 2019-05-27 - os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 123B (associada à mufra 34D) A) 123B B) Sim.</p>	

<p>são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: 122 calibrada pelo EIA em 2018-01-19, certificado de calibração n.º CL-997TP-18 emitido em 2018-01-19. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-01. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (550±10)°C em 2018-11. Próxima verificação: 2019-11. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. Detetou-se que a etiqueta tem um erro no número do certificado de calibração, onde se lê "CL-998TP-18" deve ler-se "CL-997TP-18". O DQ vai corrigir as etiquetas. 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>Placa de aquecimento 51A A) 51A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção - PEQ.01.1 Agitadores, placas e mantas de aquecimento. F) NA F1) NA F2) NA 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): – Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Pipetas graduadas de 5mL, 10mL e 100mL; Pipetas volumétricas de 5mL, 15mL e 20mL A) Pipetas graduadas de 5 mL, 10 mL e 100 mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipetador automático 64P A) 64P B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</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>A1) Carbonato de cálcio (C33)</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 retest e a rúbrica da analista.</p> <p>B) Lote n.º 18D274114. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Ácido nítrico (H8)</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>B) Lote n.º 18L144016. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Ácido clorídrico a 37% (H7)</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>B) Lote n.º 19A234024. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Molibdato de amónio 4H (C77)</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>B) Lote n.º BCBS7923V. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Monovanadato de amónio (C15)</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>B) Lote n.º 17D064107. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Dihidrogenofosfato de potássio (C98)</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>B) Lote n.º AM0973373. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Kit para verificação da absorvância (F245)</p> <p>A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos Reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista.</p>	
---	---	--	---	--

			<p>B) Lote n.º HC98244958. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A2) Solução de ácido nítrico 1mol/L A2.1) Preparação: 2019-04-04 A2.2.) Validade: 2019-10-04 A2.3) Célia. A2.4) Sim.</p> <p>A2) Solução de ácido clorídrico 6M A2.1) Preparação: 2019-05-20 A2.2.) Validade: 2019-11-20 A2.3) Célia. A2.4) Sim.</p> <p>A2) Solução de hidróxido de amónio 14M A2.1) Preparação: 2018-12-21 A2.2.) Validade: 2019-06-21 A2.3) Célia. A2.4) Sim.</p> <p>A2) Solução de heptamolibdato de amónio (solução de coloração) A2.1) Preparação: 2019-05-02 A2.2.) Validade:2019-06-02 A2.3) Célia A2.4) Sim.</p> <p>A2) Solução de molibdato de amónio A2.1) Preparação: 2019-05-02 A2.2.) Validade:2019-06-02 A2.3) Célia A2.4) Sim.</p> <p>A4.1) Dihidrogenofosfato de potássio (C98) A4.2) 2019-04-10 A4.3) 2019-07-10 A4.4) Célia A4.5) 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>	X	X	<p>A) Não B) NA</p>	1292/Q/Jun2019
<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: 2019/031036. B) Impresso IQ.76.0AV. C) Boletim analítico n.º 40037/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>	X		<p>A) NA B) Sim. De acordo com o verificado no impresso IQ.76.0AV Reta de calibração do fósforo (2019-04-15). C) Infant cereal (PR032-NOV18). D) Sim, foram realizadas cinco amostras para este ensaio, tendo sido uma delas efetuada em duplicado.</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. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 172,435mg/100g. Este registo foi realizado no dia 2019-04-15. B) Rsd temporário = 1,53%, sendo inferior ao definido no SOP (rsd = 5%). 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, o resultado (7,00g/100g) foi devidamente transcrito.</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) Teor de fósforo total na amostra (cp), em percentagem, é dado por:</p> $Cp = (c \times 500 \times f \times 100) / (m \times 106)$ <p>Em que,</p> <p>c: é o teor de fósforo, em micrograma por mililitro, na solução da amostra em ensaio; obtido a partir da curva de calibração; f: é o fator de diluição, eventualmente utilizado aquando do desenvolvimento da coloração e medição da absorvância; m: é a massa, em gramas, da toma para análise.</p> <p>Réplica 1</p> $Cp = (c \times 500 \times f \times 100) / (m \times 106)$ $= (7,0643 \times 500 \times 5 \times 100) / (2,5329 \times 106)$ $= 1766075 / 2532900$ $= 0,69\%$ <p>Réplica 2</p> $Cp = (c \times 500 \times f \times 100) / (m \times 106)$ $= (7,1315 \times 500 \times 5 \times 100) / (2,5220 \times 106)$ $= 1782875 / 2522000$ $= 0,707\%$	

	X			<p>A1) Sim, corresponde à média das réplicas.</p> <p>C) Sim, os resultados apresentam-se arredondados 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>	X			<p>A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2019-02-18. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) NA A9) OK B) Não foi verificado no IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências a data de competência, pois a analista adquiriu a competência antes de junho de 2012.</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 no ECI Bipea A.A em 2018-01, amostra n.º 2018/000224 – Resultado aceitável; ECI Bipea A.A em 2018-04, amostra n.º 2018/026723 – Resultado aceitável. B) NA.</p>	

8.7. Anexo 7 – NP 785:1985 – Iogurtes. Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do resíduo seco solúvel.

Resumo do método: Determinação do índice de refração do produto ou da sua diluição aquosa, a uma temperatura T entre 10°C e 30°C, de preferência 20°C, por intermédio de um refratómetro de Abbe ou de um refratómetro de imersão, pela observação nele feita do limite de reflexão total.

O teor das substâncias dissolvidas, resíduo seco solúvel, calculadas como se apenas fossem sacarose, é função do índice de refração medido.

				Data da auditoria: 19 de março de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 785:1985 – Iogurtes. Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do resíduo seco solúvel.					
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			Procedimento complementar à NP 785: A) Sim. PAFQ.065.0 NP 785 Derivados de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do resíduo seco solúvel. Processo corrente, e NP EN 12143 Sumos de frutos e de produtos hortícolas. Determinação do teor de sólidos solúveis. Método refratométrico. 2015-07-20. B) Sim. PAFQ.065.0. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas – Parte 1.	
Controlo documental: Norma: A) Existe em suporte eletrónico? Revisão? B) A revisão utilizada está em vigor? C) Está devidamente controlada?	X			A) Sim. NP-785 (1985). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Derivados de frutos e produtos hortícolas – Normas várias.	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais?	X			A) Sim, NP-785 e PAFQ.065. B) Sim, NP-785:1985 e PAFQ.065.0. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais – cópias controladas a 2016-11-23 pela Liliana Silva.	

Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X		Leitura direta: amostra n.º 2019/23078 (refrigerante com gás) Leitura por diluição: amostra n.º 2019/24865 (marmelada).	
Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269.2? B) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? C) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? D) A metodologia para a preparação deste tipo de amostra encontra-se definida no procedimento PAFQ.044? O procedimento necessita de ser atualizado? E) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	X		Amostra n.º: 23078 (refrigerante com gás) A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Susana, no dia 2019-03-18. B) Não. C) Antes da sua preparação, a amostra está acondicionada à temperatura ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) A amostra depois de preparada foi guardada na estufa de refrigeração 125. Amostra n.º 24865 (marmelada) A) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Susana, no dia 2019-03-18. B) Não. C) Antes da sua preparação, a amostra está acondicionada à temperatura ambiente. D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) A amostra depois de preparada foi guardada na estufa de refrigeração 125.	
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) Sim, no entanto a analista não utilizou o turrax para a homogeneização da amostra, como definido no procedimento, mas uma placa de agitação. Foi evidenciada a destreza da analista na realização do ensaio. B) Sim, de acordo com o descrito na alínea A).	1139/Q/Mar2019
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	X	A) Sim. IQ.63.1A Brix - NP 785. B) Não. C) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.63.1A.	1140/Q/Mar2019

<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		
<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>	X			A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens	
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado?</p>	X			Estufa refrigerada 125 A) 125 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a (20,0 ± 1,0) ^o C no dia 2018-03-05, certificado de calibração n.º ES-3913TP-18, emitido por EIA em	

<p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à manutenção.</p> <p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>2018-03-12. Apta em 2018-03-27. Próxima calibração em 2019-03.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - 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) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-03-11 - Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Sonda 86BN (associada à estufa refrigerada 125)</p> <p>A) 86BN</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10.</p> <p>F1) NA.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05.</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.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) NA</p> <p>I1) NA</p> <p>Frigorífico 152F (utilizado para o powdered beverage)</p> <p>A) 152F</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p>	
---	----------	--	--	--

				<p>D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 19 de março – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-03-06 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>SONDA 191AP (associada ao frigorífico 152F) A) 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: 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. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (5±3)°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>	
--	--	--	--	---	--

X

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p>	X			<p>Balança 2H A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3869MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30.</p>	

<p>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>G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 19 de março 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA</p>	
---	----------	--	---	--

				<p>G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo - OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não</p> <p>Massa 76 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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>	
--	--	--	--	--	--

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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Agitador magnético 53A A) 53A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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>Agitador magnético 53H A) 53H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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>Banho de ultrassons 33 A) 33 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA</p>	
---	-----------------	--	---	--

			<p>I) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - não foram evidenciados registos desde 2017-08 - NC já detetada e registada 1130/Q/Mar2019. I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Moinho 121F A) 121F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado duas vezes em 2018-09, e três vezes em 2018-10 - cumpre com a periodicidade definida no PAFQ.044 (4 vezes por ano) H1) NA H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Refratómetro digital 26 A) 26 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.23.1 Refratómetro digital. F) NA G) A autocalibração, realizada antes de iniciar a utilização do equipamento; G1) NA G2) NA H) O equipamento tem duas verificações associadas: Leitura das soluções de sacarose no início e no fim de cada série de trabalho: - Solução de sacarosa a 1%</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>- Solução de sacarose a 10%</p> <p>- Solução de sacarose a 30%</p> <p>- Solução de sacarose a 60%</p> <p>Verificados os registos no IQ.63.1A no dia 2019-03-19.</p> <p>Anualmente: leitura do índice de refração e o grau Brix dos padrões comerciais de sacarose a 10% e 60% - verificado o IQ.91.4 - verificação realizada em 2018-05-11.</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) Sim, IQ.91.4 Verificação do refratómetro digital - validado em 2018-02-15.</p> <p>I) Trimestralmente efetuar a troca dos filtros laterais por onde ocorre a entrada do ar e registar no impresso IQ.35.1: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-01-14 - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>I1) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA</p> <p>A) 11AA</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: - 2019-03-18 (tarde): temperatura de 21,6°C e humidade 35%.</p> <p>Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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</p>	
--	--	--	---	--

X

			<p>IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. I) NA. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: – 2019-03-18 (manhã): temperatura de 18,4°C e humidade 44%. – 2019-03-18 (tarde): temperatura de 22°C e humidade 40%. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – 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. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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:</p>	
--	--	--	---	--

	X		<p>- 2019-03-18 (tarde): temperatura de 21,7°C e humidade 31%.</p> <p>Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (20,0±2,0)°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>J1) Não.</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>	X		<p>A1) Reagentes Sacarose (C94)</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 e a data de validade na embalagem.</p> <p>B) Lote n.º BCBV8251. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A2) Soluções Solução de sacarose a 1%</p> <p>A2.1) Preparação em 2019-03-01.</p> <p>A2.2) Válida até 2019-03-31.</p> <p>A2.3) Eliana Santos.</p> <p>A2.4) Sim.</p> <p>B) NA</p> <p>Solução de sacarose a 10%</p> <p>A2.1) Preparação em 2019-03-01.</p> <p>A2.2) Válida até 2019-03-31.</p> <p>A2.3) Eliana Santos.</p> <p>A2.4) Sim.</p> <p>B) NA</p> <p>Solução de sacarose a 30%</p> <p>A2.1) Preparação em 2019-03-01.</p>	

<p>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		<p>A2.2) Válida até 2019-03-31. A2.3) Eliana Santos. A2.4) Sim. B) NA</p> <p>Solução de sacarose a 60% A2.1) Preparação em 2019-03-01. A2.2) Válida até 2019-03-31. A2.3) Eliana Santos. A2.4) Não, faltava a rúbrica da analista que preparou a solução. B) NA</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) VM.025.1, emitido em 2015-09-29. 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) Leitura direta: amostra n.º 2019/015242 (molho de piri-piri) Leitura por diluição: amostra n.º 2019/015231 (marmelada) B) IQ.63.1A Brix. C) Amostra n.º: 15231- Boletim analítico n.º 23895/EGI/19 Amostra n.º 15242 - Boletim analítico n.º 19511/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>	X		<p>A) NA B) No IQ.63.1A Brix - NP 785 - 2019-02-22 não é evidenciada a rastreabilidade da analista e a data da realização do ensaio, no entanto o impresso já foi alterado posteriormente a esta data. C) Sim. Powdered beverage (PR081-NOV18). D) Sim, a analista efetuou a análise de 2 amostras, tendo realizado o ensaio de ambas em duplicado.</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) Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de Resultados que a analista registou corretamente o resultado do DPCS. - ZETA. B) Sim, rsd = 0,27%, inferior ao definido no SOP008 (2%). 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, na amostra 2019/0015242 foi transcrito o resultado de 4,55 e na amostra 2019/0015231 foi transcrito o resultado de 55.43.</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) Leitura por diluição: amostra n.º 2019/015231 (marmelada)</p> <p>Réplica 1</p> <p>Massa da solução (g) = M3 - M4 = 186,9778 - 85,0011 = 101,9767g</p> <p>Em que: M3 - massa total (balão com rolha + solução), expressa em gramas M4 - massa do balão vazio, com rolha, expressa em gramas</p> <p>Concentração teórica (g/100g) = = (M1/M2)×100 = (10,3752/101,9767)×100 = 10,1741g/100g</p> <p>Em que: M1 - massa da toma, expressa em gramas M2 - massa da solução, expressa em gramas</p> <p>Brix corrigido = (Brix experimental/Concentração teórica)×100 = (5,52/10,1741)×100 = 54,2554 ≈ 54,26</p> <p>Em que: Brix experimental - média das leituras obtidas na leitura da solução</p>	

			<p>Concentração teórica - determinação da concentração teórica da solução</p> <p>Réplica 2</p> <p>Massa da solução (g) = M3 - M4 = 166,6415 - 64,6861 = 101,9554g</p> <p>Em que: M3 - massa total (balão com rolha + solução), expressa em gramas M4 - massa do balão vazio, com rolha, expressa em gramas</p> <p>Concentração teórica (g/100g) = $(M1/M2) \times 100$ = $(10,0695/101,9554) \times 100$ = $9,87637 \approx 9,88g/100g$</p> <p>Em que: M1 - massa da toma, expressa em gramas M2 - massa da solução, expressa em gramas</p> <p>Brix corrigido = (Brix experimental/Concentração teórica) × 100 = $(5,59/9,87637) \times 100$ = $56,5997 \approx 56,60$</p> <p>Em que: Brix experimental - média das leituras obtidas na leitura da solução Concentração teórica - determinação da concentração teórica da solução</p> <p>O resultado é dado pela média aritmética do duplicado, pois é cumprido o critério de repetibilidade.</p> <p>A1) Sim.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados 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.</p> <p>B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?</p>	X		<p>A1) Não foi evidenciada a existência do IQ.24 Plano de formação inicial – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A2) Não foi evidenciada a existência do IQ.25 Descrição de funções – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A3) Não foi evidenciada a existência da ficha de aptidão médica – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A4) Não foi evidenciada a existência do certificado de habilitações – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A5) OK – Atualizado em 2019-02-19. A6) Boas práticas laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) Não foi evidenciada a existência do IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A8) Não foi evidenciada a existência do IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores – NC já detetada e registada: 1132/Q/Mar2019. A9) OK B) Sim verificado no IQ.255.2 – 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>		X	<p>A) NA, a analista adquiriu competências em 2019-02.</p>	

8.8. Anexo 8 – NP 1846:2006 – Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos. Método de referência.

Resumo do método: Extração por meio de água quente, defecação e filtração. Obtenção de uma coloração vermelha por adição de cloreto de sulfanilamida e de cloreto de N-(1-Naftil)etilenodiamina e medição fotométrica a um comprimento de onda de 538 nm.

				Data da auditoria: 28 de março de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 1846:2006 – Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de nitritos. Método de referência.					
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-1846 (2006). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Carnes e derivados – Normas várias.	
Controlo documental: A) O analista tem uma cópia do procedimento interno/norma? B) A cópia utilizada corresponde ao método em vigor? C) A cópia está devidamente controlada/registada no impresso IQ.11 Fotocópias de documentos originais?	X			A) Sim. B) Sim, NP-1846:2006. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais – cópia controlada a 2016-11-30 pela Liliana Silva.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			A) Amostra n.º: 2019/027138	

<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) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Susana, no dia 2019-03-22. B) Não. C) Antes da sua preparação, a amostra estava congelada na câmara frigorífica 20B (3). D) Sim. Não. E) Sim. Não. F) A amostra depois de preparada foi guardada no congelador 35H.</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	X	<p>A) No parágrafo 4.2.3 Solução C refere a preparação de soluções de 5 ml, 10 ml e 20 ml, no entanto, a analista além destas soluções, prepara também de 2 ml e 15 ml, como referenciado no impresso IQ.213 anexo à norma e à cópia controlada. Não foi evidenciado o teste da homogeneidade de variâncias. Foi evidenciada a destreza da analista na realização do ensaio. B) NA.</p>	1167/Q/Mai2019
<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. IQ.76.0B Reta de calibração de nitritos; IQ.77.2 Controlo dos declives. B) Não. C) Sim, IQ.76.0B – validado em 2015-12-14 e IQ.77.2 – validado em 2009-08-04.</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</p>	X		<p>A) Sim. Foi verificado que a curva de calibração cumpre os critérios de aceitação definidos no PCQ.04 Controlo da qualidade: – O coeficiente de correlação está aceitável (r=0,99981); – A sua representação é uma reta;</p>	

<p>procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade?</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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. <p>B) Foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no procedimento PCQ.04?</p>	X		<ul style="list-style-type: none"> - O declive da reta, $m=0,75004$ está dentro dos limites da respetiva carta de controlo ($x+3\sigma=0,76889$) e ($x-3\sigma=0,72857$), como verificado no IQ.77.2 Controlo dos declives. B) Sim, foi cumprida a sequência de análise e os respetivos critérios de aceitação como definido no PCQ.04: <ul style="list-style-type: none"> - Branco do equipamento: OK - Curva de calibração: já avaliado anteriormente na checklist - Branco do processo: verificada a realização do branco do processo no IQ.309 (2019-03-28). - Padrão de menor concentração: o erro relativo é inferior ou igual ao critério definido no IQ.76.0B (0,09635): OK - Padrão de maior concentração: o erro relativo é inferior ou igual ao critério definido no IQ.76.0B (1,00300): OK - DPCS: este ensaio não tem DPCS associado - Amostras: as áreas obtidas estão dentro da zona linear, como verificado no IQ.76.0B. - Padrão intermédio: não aplicável, pois a analista só realizou a leitura de 6 amostras. - Padrão de menor concentração (0,09708): OK - Padrão de maior concentração (1,00296): OK 	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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>O ensaio não tem DPCS associado visto ser difícil definir uma amostra que quantifique este analito e seja estável ao longo do tempo.</p> <p style="color: red;">Sugere-se a realização de um ensaio de recuperação em cada série de trabalho, como alternativa ao DPCS.</p>	1162/Q/Mai2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <ul style="list-style-type: none"> - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade? 	X		<p>A)</p> <p>Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Banho 9E A) 9E. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim E) Utilização, calibração e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração: certificado de calibração n.º ES-8226TP-18, emitido por EIA em 2018-05-14, apto em 2018-06-04. Próxima calibração em 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2018-12-29 - Os registos encontram-se desatualizados. - NC já detetada e registada 1149/Q/Abr2019. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86EX (associada ao banho 9E) A) 86EX B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EX: 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (100±2) °C em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA</p>	
--	-----------------	--	--	--

			<p>H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Câmara frigorífica 20B (3) A) 20B (3) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 22 de março – os registos encontram-se atualizados, no entanto é possível constatar na carta de controlo que todas as temperaturas registadas estão fora do intervalo de aceitação – NC já detetada e registada: NC 1146/Q/Abr2019. G1) NA G2) NA H) Verificada a manutenções semestrais nos impressos IQ.10 Gestão de equipamentos e impresso IQ.35 Manutenção de equipamentos – registos atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191BK (associada à câmara frigorífica 20B (3)) A) 191BK B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BK: 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. Constatou-se que a sonda 102D utilizada na verificação da sonda está calibrada na gama (-18 a 15)°C, no entanto foi utilizada</p>	
--	--	--	--	--

			<p>para a verificação realizada na gama (-21±3)°C. - NC já detetada e registada: NC 1148/Q/Abr2019.</p> <p>F1) NA.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2019-03. Próxima verificação: 2020-03.</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.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Congelador 35H</p> <p>A) 35H</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) NA</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) NA</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 28 de março - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-03-06 - Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Sonda 191L (associada ao congelador 35H)</p> <p>A) 191L.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191L: 102E calibrada</p>	
--	--	--	---	--

X

			<p>pelo EIA em 2018-03-14, certificado de calibração n.º CL-4706TP-18 emitido em 2018-03-14. Apto em 2018-10-22. Próxima calibração a 2019-03.</p> <p>F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>Termómetro 19A A) 19A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 19A: 110I calibrada pelo EIA em 2018-05-23, certificado de calibração n.º CL-9897TP-18 emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-03. F1) NA. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (75±2)°C em 2018-07. Próxima verificação: 2019-07. 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>	
--	--	--	---	--

X

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>	<p>Micropipeta 77F A) 77F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Equipamento calibrado a 2019-03-08 pela Frilabo, com certificado de calibração nº. 07204 emitido em 2019-03-08. Apto em 2019-03-12. Próxima calibração a 2019-06. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas do dia 28 março de 2019 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2017-11-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Micropipeta 82U A) 82U B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Equipamento calibrado a 2019-02-06 pela Frilabo, com certificado de calibração nº. 07036 emitido em 2019-02-06. Apto em 2019-02-08. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas do dia 28 março de 2019 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA</p>	
---	-----------------	--	--

			<p>G2) Sim, impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas – Validado em 2017-11-17.</p> <p>H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipeta graduada 5mL A) Pipeta graduada 5mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipetas volumétricas de 2mL, 10mL, 15mL e 20mL A) Pipetas volumétricas de 2mL, 10mL, 15mL e 20mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 38A A) 38A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B – Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 28 de março de 2019 – Os registos encontram-se atualizados. 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
--	--	--	--	--	--

X

				<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Massa 68</p> <p>A) 68.</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Banho de ultrassons 33 A) 33 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.05.3 Banhos. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – última manutenção registada em 2019-03-15 – os registos encontram-se atualizados. I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>CONTA-MINUTOS 59AV A) Conta minutos 59AV B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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 59AV: 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 IQ.54.1B – verificação realizada a 2019-02-28. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA</p> <p>Espetrofotómetro 78C A) 78C B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
---	-----------------	--	--	--

				<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV-Vis.</p> <p>F) NA</p> <p>G) Equipamento calibrado pela Soquilab em 2018-09-26, certificado de calibração n.º 18.09.0910, emitido em 2018-09-26, apto em 2018-10-08. Próxima calibração 2019-09.</p> <p>G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Este equipamento tem duas verificações associadas:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Verificação semanal com as soluções de dicromato de potássio, 50mg/L e 100 mg/L- os registos encontram-se atualizados: última verificação realizada em 2019-03-28. - Verificação mensal com o filtro de hólmio <p>- IQ. 165.4 Análise da verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio - os registos encontram-se atualizados - última verificação: 13-03-2019.</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) Sim, o impresso IQ.165.4 validado em 2015-09-17.</p> <p>I) NA</p> <p>I1) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Moinho 121F</p> <p>A) 121F</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise.</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado duas vezes em 2018-09, e três vezes em 2018-10 - cumpre com a periodicidade definida no PAFQ.044 (4 vezes por ano)</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19.</p>	
--	--	--	--	---	--

X

			<p>I) Equipamento limpo – OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: – 2019-03-28 (manhã): temperatura de 21,8°C e humidade 23%. – 2019-03-28 (tarde): temperatura de 22,4°C e humidade 23%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – 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 11J A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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:</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>- 2019-03-22 (manhã): temperatura de 20°C e humidade 35%.</p> <p>- 2019-03-22 (tarde): temperatura de 23,3°C e humidade 33%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-03-28 (manhã): temperatura de 22,6°C e humidade 22%.</p> <p>Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (20,0±2,0)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p> <p>H1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1.</p>	
--	--	--	--	--

X

<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 exsicador</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	X	<p>A1) Reagentes</p> <p>Nitrito de sódio (C4)</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 e a data de validade na embalagem.</p> <p>B) Lote n.º A0723349. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Cloreto N-(1-Naftil)etilenodiamina (F9)</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. No entanto, não foi evidenciada a data de validade na embalagem. No procedimento PGL.06.3 de 2018-04-16 foi definido: "No caso de o reagente não definir a data de fim de validade, o analista deve considerar que esta é de 5 anos após abertura, desde que durante este período não sejam detetadas alterações visuais no reagente e que o controlo de qualidade associado ao método não seja afetado". No procedimento PGL.06.4 de 2018-06-21 foi definido: "Aquando da abertura de um reagente, é da responsabilidade do analista registar na respetiva embalagem: Data de abertura, Data de validade, Rúbrica." Neste sentido, tendo em conta a data de abertura do reagente (2018-05-08) este requisito não é aplicável.</p> <p>B) Lote n.º MKBZ2377V. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Sulfanilamina (F14)</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 e a data de validade na embalagem.</p> <p>B) Lote n.º 15L180022. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Tretraborato de sódio decahidratado (C18)</p> <p>A1.1) Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes.</p> <p>A1.2) Foi evidenciada a data de validade na embalagem. Não foi evidenciada a data de abertura e rúbrica da analista na embalagem.</p> <p>B) Lote n.º 16H294111. Verificado o certificado de lote.</p>	1163/Q/Mai2019 e 1164/Q/Mai2019
--	---	---	--	------------------------------------

			<p>Hexacianoferrato de potássio trihidratado (C75) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 17I214106. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Acetato de zinco (C76) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 18D194110. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Ácido acético glacial (H3) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 17G134016. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Ácido clorídrico concentrado H7 A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 18E154017. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A2) Soluções Solução saturada de bórax A2.1) Preparação em 2019-02-25. A2.2) Válida até 2019-08-25. A2.3) Célia Almeida. A2.4) Sim. B) NA Soluções-padrão de nitrito de sódio Solução-padrão A A2.1) Preparação em 2019-03-21. A2.2) Válida até 2019-04-21. A2.3) Ana Martins. A2.4) Sim. B) NA</p>	1163/Q/Mai2019 e 1164/Q/Mai2019
--	--	--	---	------------------------------------

			<p>Solução-padrão B A2.1) NA A2.2) NA A2.3) NA A2.4) A solução é preparada diariamente, pelo que não necessita de etiqueta com data de preparação, validade e rúbrica da analista. Foi evidenciado a identificação da solução no balão volumétrico. B) NA</p> <p>Soluções-padrão C (2mL, 5mL, 10mL e 20mL) A2.1) NA A2.2) NA A2.3) NA A2.4) As soluções são preparadas diariamente, pelo que não necessitam de etiqueta com data de preparação, validade e rúbrica da analista. B) NA</p> <p>Soluções de coloração: Solução I A2.1) Preparação em 2019-03-21. A2.2) Válida até 2019-05-21. A analista considera que esta solução é válida durante 2 meses, no entanto não foi evidenciado nenhum documento que defina esta validade. A2.3) Ana Martins. A2.4) Sim. B) NA</p> <p>Solução II A2.1) NA A2.2) NA A2.3) NA A2.4) A solução é preparada diariamente, pelo que não necessita de etiqueta com data de preparação, validade e rúbrica da analista. B) NA</p> <p>Solução III A2.1) Preparação em 2019-01-16. A2.2) Válida até 2019-07-16. A2.3) Ana Martins. A2.4) Sim. B) NA</p> <p>Solução Regente I A2.1) Preparação em 2019-03-08. A2.2) Válida até 2019-04-08. A2.3) Ana Martins.</p>	<p>1163/Q/Mai2019 e 1164/Q/Mai2019</p>
--	--	--	--	---

	X	X	<p>A2.4) Sim. B) NA</p> <p>Solução Regente II A2.1) Preparação em 2019-03-08. A2.2) Válida até 2019-04-08. A2.3) Ana Martins. A2.4) Sim. B) NA</p> <p>A4.1) Nitrato de sódio A4.2) Secagem realizada em 2019-01-21. A3) Secagem válida até 2019-04-21. A4.4) Ana Martins. A4.5) Sim. B) NA</p>	<p>1163/Q/Mai2019 e 1164/Q/Mai2019</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	X	<p>A) Não. B) NA.</p>	1165/Q/Mai2019
<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 2019/009906 B) Lista de trabalho n.º 2019/005169 e no impresso IQ.76.0B. C) Boletim analítico n.º 11998/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>	X		<p>A) Não. B) Sim, garantida a rastreabilidade na lista de trabalho e no impresso IQ.76.0B (08-02-2019). C) NA D) Sim, a analista efetuou a análise de 5 amostras, tendo realizado o ensaio de uma das amostras em duplicado.</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>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) Não. A analista não transcreveu para o LIMS o resultado da 2ª réplica.</p>	1166/Q/Mai2019
<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) Cálculo do teor de nitritos, expresso em miligramas de nitrito de sódio por quilograma de amostra é dada pela seguinte equação:</p> $c \times (2000/mv)$ <p>Em que, m: massa da toma para análise, expressa em gramas; v: é o volume do filtrado (não superior a 25mL), expresso em mililitros; c: concentração determinada na curva de referência e correspondente à absorvância da solução em análise, expressa em microgramas de sódio por mililitro.</p> <p><u>9906</u> c = 0,22095µg/mL m = 10,042g v = 25mL</p> $c \times (20000/mv) = 0,22095 \times (20000/10,042 \times 25) = 17,6 \approx 18\text{mg/kg}$ <p>A1) Sim. B) Sim, o resultado encontra-se apresentado em mg/kg, arredondado às unidades.</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.</p>		X	<p>A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK, atualizado em 2019-04-01. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22 e PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) OK, renovado em 2018-09-14.</p>	

<p>A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente).</p> <p>A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores.</p> <p>A9) IQ.26 Lista de competências.</p> <p>B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?</p>	<p>X</p>		<p>A8) Não foi evidenciada a existência do IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores, pois este impresso foi criado em março de 2016, tendo a analista sido contratada pela empresa antes desta data.</p> <p>A9) OK</p> <p>B) Não, competência adquirida antes de junho de 2012</p> <p>PGQ.01.10: "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:</p> <p>A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	<p>X</p>		<p>A) Sim, em julho de 2018 (LGC_lyophilised meat: 2018/061957) e em novembro de 2018 (LGC_lyophilised meat: 2018/104503).</p> <p>B) NA</p>	

8.9. Anexo 9 – NP 2032:2009 – Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.

Resumo do método: Secagem da amostra, seguida de carbonização e incineração a uma temperatura de $(500 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ e determinação da massa do resíduo.

				Data da auditoria: 21 de março de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 2032:2009 – Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de cinza total.					
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-2032 (2009). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Pescado e derivados – Documentos diversos.	

<p>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?</p>	X		<p>A) Sim. B) Sim, NP-2032:2009. C) Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais – cópia controlada a 2016-11-30 pela Liliana Silva.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.</p>	X		<p>A) Amostra n.º: 2019/26896 (matéria-prima). Esta amostra foi rececionada para realização da auditoria presencial (foi rececionado o DPCS).</p>	
<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>		X	<p>Esta amostra foi rececionada para realização da auditoria presencial (foi rececionado o DPCS).</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) Foi constatado que a analista não coloca as cápsulas para secagem na estufa (como indicado no parágrafo 8.2 Determinação), sendo que este passo da metodologia não é fundamental para a precisão/exatidão dos resultados do ensaio, uma vez que serve apenas para acelerar o processo de carbonização. A analista carboniza a amostra, após pesagem, diretamente na placa de aquecimento. A analista mostrou destreza na realização do ensaio. 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		A) Impresso IQ.90.5A Determinação de cinza. B) Não. C) Sim, impresso IQ.90.5A validado em 2018-04-04.	
<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	A) Cavala em conserva PR-1242-NOV17 B) Preparação: 2017-11-21. Não foi evidenciada a rúbrica da analista que preparou o DPCS. C) NA (DPCS interno) D) Não foram evidenciados registos de preparação para este DPCS.	1145/Q/Abr2019
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado?</p>	X	X	Câmara frigorífica 20B (1) A) 20B (1) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA	

<p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à manutenção.</p> <p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 21 de março – os registos encontram-se atualizados, no entanto é possível constatar na carta de controlo que todas as temperaturas registadas estão fora do intervalo de aceitação.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificada a manutenções semestrais nos impressos IQ.10 Gestão de equipamentos e impresso IQ.35 Manutenção de equipamentos – registos atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Sonda 191BB (associada à câmara frigorífica 20B (1))</p> <p>A) 191BB</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BB: 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.</p> <p>Constatou-se que a sonda 102D utilizada na verificação da sonda 191BB está calibrada na gama (-18 a 15)°C, no entanto foi utilizada para a verificação realizada na gama (-21±3)°C.</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2019-03. Próxima verificação: 2020-03.</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.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	1146/Q/Abr2019 e 1148/Q/Abr2019
---	---	---	---	---------------------------------

			<p>Mufla 34B</p> <p>A) 34B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.20 Muflas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Equipamento calibrado pelo EIA em 2019-03-07, certificado de calibração n.º ES-4407TP-19 emitido em 2019-03-11. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração a 2020-03. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2008-10-01. G) NA G1) NA G2) NA H) Verificada a manutenção mensal no IQ.35 Manutenção de equipamento – última verificação realizada em 2019-03-12. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 123H (associada à mufla 34B)</p> <p>A) 123H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123H: sonda 122 calibrada pelo EIA em 2018-01-19, certificado de calibração n.º CL-997TP-18 emitido em 2018-01-19. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-01. F1) NA F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (500±10)°C em 2018-11. Próxima verificação: 2019-11. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA</p>	<p>X</p> <p>X</p> <p>1146/Q/Abr2019 e 1148/Q/Abr2019</p>
--	--	--	--	---

				<p>I) Sim. I1) Não.</p> <p>Placa de aquecimento 51M</p> <p>A) 51M B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção – PEQ.01.1 Agitadores, placas e mantas de aquecimento. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Equipamento limpo – OK H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	1146/Q/Abr2019 e 1148/Q/Abr2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Volumes (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p>	X	X	X		

<p>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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 2F A) 2F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2A Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 21 e 22 de março 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido</p>	

			<p>em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado. G) NA G1) NA</p>	
--	--	--	---	--

X

			<p>G2) NA H) Equipamento limpo – OK. H1) NA. I) Sim. I1) Não</p> <p>Massa 75 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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>	
--	--	--	---	--

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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Anemómetro 131 A) 131 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Não foi verificado o cumprimento do definido no procedimento "Verificação do equipamento durante a calibração externa da câmara de fluxo laminar (ver parágrafo 6.2.2.2 Calibração externa)" pois a câmara de fluxo laminar ainda não foi calibrada. H1) NA H2) NA I) NA I1) NA</p> <p>Hotte 44G A) 44G B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.33.1 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Sim, impresso IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – último registo em 2018-05-09. Os registos encontram-se atualizados. H1) NA H2) IQ.08.1 Verificação da velocidade do ar – Hottes e CFL – Validado em 2017-06-21. I) Equipamento limpo – OK I1) NA</p> <p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. 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: - 2019-03-21 (manhã): temperatura de 21,9°C e humidade 25%; - 2019-03-21 (tarde): temperatura de 22,4°C e humidade 29% - 2019-03-22 (manhã): temperatura de 20,9°C e humidade 30%</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-03-21 (manhã): temperatura de 20,1°C e humidade 37%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p>	
--	--	--	--	--

X

			<p>H) Equipamento verificado a $(22,5\pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ 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 11W</p> <p>A) 11W</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-03-21 (manhã): temperatura de $22,1^{\circ}\text{C}$ e humidade 28%. - 2019-03-22 (manhã): temperatura de $22,1^{\circ}\text{C}$ e humidade 16%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 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>J1) Não.</p>	
--	--	--	---	--

X

<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 exsicador 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		<p>A1) A sílica (F279) presente no exsicador apresentava cor laranja forte, o que indicava que estava nas condições ideais para a sua utilização.</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	X	<p>A) Não. B) NA</p>	1147/Q/Abr2019
<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) 2018/104497 - Matéria-prima-química B) IQ.90.5A Determinação de cinza. C) Boletim analítico n.º 18631/EGI/18</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): – Lista de trabalho ou impresso: A) A lista de trabalho tem emendas não controladas?</p>	X		<p>A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no IQ.90.5A Determinação de cinza. C) Sim, foi usado o DPCS interno, PR-1242-NOV17.</p>	

<p>B) É garantida a rastreabilidade (método, data, analista, equipamentos)?</p> <p>C) Foi realizada uma amostra diária de controlo de processo (DPCS) na série de trabalho? Qual?</p> <p>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>D) Sim a analista efetuou a análise da amostra em duplicado, pois na sua série de trabalho do dia 28-11-2018, apenas tinha esta amostra pela norma NP 2032.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>A) O registo do resultado foi corretamente efetuado no Zeta?</p> <p>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?</p> <p>C) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/BIAS estão registadas e tratadas?</p>	X		<p>A) Sim. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 2,047. Este registo foi realizado no dia 2018-11-30.</p> <p>B) NA</p> <p>C) Não foram evidenciadas NC.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Transcrição dos resultados:</p> <p>A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?</p>	X		<p>A) Sim, 1,19g/100g.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - 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) Teor de cinza total (g/100g)</p> <p>Cápsula T4: $\frac{[(m_3 - m_1)/(m_2 - m_1)] \times 100 = [(31,0706 - 31,0101)/(5,0797)] \times 100 = (0,0605/5,0797) \times 100 = 1,1910g$</p> <p>Cápsula C5: $\frac{[(m_3 - m_1)/(m_2 - m_1)] \times 100 = [(27,0937 - 27,0330)/(5,1070)] \times 100 = (0,0607/5,1070) \times 100 = 1,1886g$</p> <p>Em que, m1: massa da cápsula vazia, expressa em gramas m2: massa da cápsula com a toma, expressa em gramas m3: massa da cápsula com o resíduo, expressa em gramas</p> <p>A1) Sim.</p>	

	X		B) O resultado apresenta-se arredondado às centésimas e é dado pela média aritmética dos dois ensaios, pois cumprem com o critério de repetibilidade definida (10%).	
Recursos humanos (PGQ.01): A documentação dos recursos humanos está atualizada? A1) IQ.24 Plano de formação inicial. A2) IQ.25 Descrição de funções. A3) Ficha de aptidão (médica). A4) Certificado de habilitações. A5) Curriculum vitae (atualizado de dois em dois anos). A6) Certificados de participação em ações de formação. A7) IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas (renovado anualmente). A8) IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores. A9) IQ.26 Lista de competências. B) Existem registos da qualificação inicial? Em que data foi atribuída a competência à analista para realizar o ensaio?	X		A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK, atualizado em 2019-02-03. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22 e PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Não foi verificado no IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências a data de competência pois a analista adquiriu a competência antes de junho de 2012.	
Manutenção de competências: A) Existem duas participações por ano em ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? B) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	X		A) Foi verificada a participação no ECI FAPAS em 2018-05, amostras n.º 2018/037211 – Resultado aceitável e LGC_fish em 2018-11, amostras n.º 2018/104497 – Resultado aceitável. B) NA	

8.10. Anexo 10 – NP 2930:2009 – Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway.

Resumo do método: Extração das bases voláteis por meio de uma solução de ácido tricloroacético. Alcalinização por ação de carbonato de potássio para libertação de gases de bases voláteis e sua receção numa solução de ácido bórico seguida de titulação.

				Data da auditoria: 7 de maio de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: NP 2930:2009 – Produtos de pesca e da aquicultura. Determinação do teor de azoto básico volátil total (ABVT). Método de Conway.					
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). B) Sim. Verificado no site do IPQ. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Pescado e derivados – Documentos diversos (2017-08-30).	
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. C) Sim, verificado o registo no impresso 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: 2019/42661.	
Preparação da amostra – No dia da auditoria presencial:	X			A) Congelação na câmara frigorífica 20B (1).	

<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>B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não.</p> <p>C) Sim está de acordo com a NP-2930 (2009). Não.</p> <p>D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Erika, no dia 2019-05-07.</p> <p>E) Não.</p> <p>F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista para realização do ensaio.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista?</p> <p>B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X			<p>A) Sim. A analista mostrou destreza na realização do ensaio.</p> <p>B) NA</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Existem impressos associados ao método?</p> <p>B) O impresso necessita de ser atualizado?</p> <p>C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X			<p>A) Impresso IQ.23.0AE Determinação de ABVT Pescado e derivados.</p> <p>B) Não.</p> <p>C) Sim, impresso IQ.23.0AE validado em 2018-03-09.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>– Métodos que envolvem curvas de calibração:</p> <p>A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade?</p> <p>– O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5).</p> <p>– A sua representação gráfica seja uma reta.</p>			X		

<p>- 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			<p>A) Canned fish PR1181- NOV18 B) Preparação: 2018-11-22. O impresso IQ.213 relativo ao Controlo da preparação/validade DPCS apenas começou a ser utilizado no dia 25-03-2019. Neste sentido a rastreabilidade à analista responsável pela preparação não é possível. 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>	X			<p>A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (incluir equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção.</p>	X			<p>Câmara frigorífica 20B (1) A) 20B (1) B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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)G1) NA G2) NA H) Verificadas as manutenções semestrais nos impressos IQ.10 Gestão de equipamentos e impresso IQ.35 Manutenção de equipamentos - registos atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191BB (associada à câmara frigorífica 20B (1)) A) 191BB</p>	

<p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191BB: sonda 102D calibrada pelo EIA em 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 - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2019-03. Próxima verificação: 2020-03. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Estufa 14B A) 14B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a (40±2)°C no dia 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4412TP-19, emitido por EIA em 2018-03-13. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração em 2020-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 7 de maio de 2019 - registos atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-04-15. H1) NA I) Sim.</p>	
--	----------	--	--	--

			<p>I1) Não.</p> <p>Sonda 86EL (associada à estufa 14B)</p> <p>A) 86EL</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86EL: sonda 1101 calibrada pelo EIA em 2018-05-23, certificado de calibração n.º CL-9897TP-18 emitido em 2018-05-23. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a (40±2)°C em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05.</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.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</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):</p> <p>– Volumes (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado.</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p>	X	X	<p>Bureta de 10mL</p> <p>A) Bureta de 10mL.</p> <p>B) NA</p> <p>C) NA</p> <p>D) Não. A analista não utilizou uma bureta calibrada.</p> <p>E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA.</p> <p>F) NA</p> <p>F1) NA</p> <p>F2) NA</p> <p>G) NA</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>Micropipeta de 82AK</p> <p>A) 82AK</p>	1258/Q/Mai2019

<p>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	X	<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos. F) Equipamento calibrado a 2019-04-03 pela Frilabo, com certificado de calibração nº. 07297 emitido em 2019-04-03. Apto em 2019-04-05. Próxima calibração a 2020-04. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.127.0 Avaliação da calibração das micropipetas - Validado em 2015-05-29. G) Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas do dia 7 de maio de 2019 - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) Sim, impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas - Validado em 2017-11-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipeta graduada de 10mL A) Pipeta graduada 10mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Pipeta graduada de 20mL A) Pipeta graduada 20mL. B) NA C) NA D) Sim.</p>	1258/Q/Mai2019
---	---	---	--	----------------

			<p>E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA.</p> <p>F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Proveta 100mL A) Proveta de 100mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA.</p> <p>F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p>	
	X	X		1258/Q/Mai2019

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 38A A) 38A. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B – Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 28 de março de 2019 – Os registos encontram-se atualizados. 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135</p>	
--	-----------------	--	---	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p>	
--	--	--	--	--

				<p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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>	
			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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Moinho 121E A) 121E B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras – equipamento verificado em 2018-02, em 2018-04 e duas vezes em 2018-10 – cumpre com a periodicidade definida no PAFQ.044 (4 vezes por ano). H1) NA H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo – OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: – 2019-05-07 (manhã): temperatura de 24,1°C e humidade 50%; – 2019-05-07 (tarde): temperatura de 20,2°C e humidade 56%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA.</p>	
---	----------	--	--	--

			<p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-05-07 (manhã): temperatura de $22,2^{\circ}\text{C}$ e humidade 50%;</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a $(22,5\pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ 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>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-05-07 (manhã): temperatura de 23,5°C e humidade 42%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a $(20,0 \pm 2,0)^\circ\text{C}$ 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>J1) Não.</p>	
--	--	--	--	---	--

X

<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>A1) Reagentes 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 e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 17D104131. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Ácido tricloroacético (A8) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 18J304136. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Verde de Bromocresol (E10) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 17L237114CB. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Etanol absoluto (D9) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 18L204015. Verificado o certificado de lote.</p> <p>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 e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 18F274130. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Vermelho de metilo (E3) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 10206231. Verificado o certificado de lote.</p>	
--	-----------------	--	---	--

				<p>Sulfato de amónio (C41) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 659049. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Carbonato de potássio (C35) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 659049. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Carbonato de sódio anidro (C36) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º H0870. Verificado o certificado de lote.</p> <p>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 e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 19A234024. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A2) Soluções Solução de ácido tricloroacético a 5% (m/V) A2.1) Acompanhada a preparação no dia da auditoria. Solução preparada e utilizada no dia da auditoria.</p> <p>Solução de hidróxido de sódio A2.1) Preparação em 2019-05-02. A2.2) Válida até 2019-05-10. A2.3) Eliana. A2.4) Sim.</p> <p>Solução de ácido bórico + indicador ABVT A2.1) Preparação em 2019-04-17. A2.2) Válida até 2019-05-17. A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p>	
--	--	--	--	--	--

			<p>Indicador ABVT A2.1) Preparação em 2019-04-17. A2.2) Válida até 2019-07-17. A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p> <p>Solução de álcool etílico a 95% A2.1) Preparada no dia da preparação do indicador e da solução de ácido bórico + indicador ABVT.</p> <p>Solução de sulfato de amónio a 1% (m/V) A2.1) Acompanhada a preparação no dia da auditoria. Solução preparada e utilizada no dia da auditoria.</p> <p>Solução saturada de carbonato de potássio A2.1) Preparação em 2019-04-17. A2.2) Válida até 2019-07-17. - NOTA: a analista vai ser alertada para definir a validade desta solução para 6 meses, como definido no procedimento PGL.06 Gestão de reagentes e soluções. A2.3) Lara Pimentel. A2.4) Sim.</p> <p>Solução de ácido clorídrico 0,1 N A2.1) Preparação em 2019-05-06. A2.2) Válida até 2019-06-06. A2.3) Fátima Santos. A2.4) Sim. A3) Sim. A3.1) 2019-05-06 A3.2) 2019-05-13. A3.3) Fátima. A3.4) Sim. A4.1) Carbonato de sódio A4.2) 2019-02-24 A4.3) 2019-05-24 A4.4) Lara Pimentel A4.5) Sim.</p> <p>Solução de ácido clorídrico 0,02 N A2.1) Acompanhada a preparação no dia da auditoria. Solução preparada e utilizada no dia da auditoria, por diluição da solução de ácido clorídrico 0,1N.</p>	
--	--	--	--	--

X


<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.006.1, emitido em 2013-05-31. B) NA</p>	1259/Q/Mai2019
<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 2019/038972 Pescado. B) Impresso IQ.23.OAE Determinação de ABVT Pescado e derivados. C) Boletim analítico n.º 40023/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>	X		<p>A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no IQ.23.OAE Determinação de ABVT Pescado e derivados. C) Sim, foi usado o DPCS Canned fish t25167 (PR1881-NOV18). D) Sim a analista efetuou a análise de 14 amostras, tendo realizado o ensaio de uma em duplicado.</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. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 29,083mg/100g, no próprio dia da realização do ensaio (2019-04-24). B) NA. Asset interno. C) Não foram evidenciadas não conformidades.</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, 15,174mg/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>	<p>X</p>		<p>A) O teor de azoto volátil total, expresso em mg/100g de amostra é dado pela fórmula:</p> $[21 \times (V2 - V0)/(V1 - V0) \times V3 \times m] \times (100 + Fc) \times \text{Concentração exata HCl}/0,02$ <p>onde, 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; Fc é o fator de correção de volume (teor de água existente na toma para análise); m é a massa, expressa em gramas, da toma para análise.</p> <p>Réplica 1</p> $[21 \times (0,24 - 0,04)/(0,80 - 0,04) \times 1 \times 50,458] \times [100 + (50,458 \times 72,79/100)] \times 0,0202/0,02 = 15,1247 \approx 15,125\text{mg}/100\text{g}$ <p>Réplica 2</p> $[21 \times (0,24 - 0,04)/(0,80 - 0,04) \times 1 \times 50,012] \times [100 + (50,012 \times 72,79/100)] \times 0,0202/0,02 = 15,2233 \approx 15,223\text{mg}/100\text{g}$ <p>A1) Como as réplicas cumprem com o critério de repetibilidade (10%), o resultado apresentado no boletim analítico corresponde à média da réplica 1 e da réplica 2.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados 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) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2019-02-14 A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Sim verificado no IQ.255. 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) Sim, em março de 2018 (FAPAS: 2018/024167) e em setembro de 2018 (FAPAS: 2018/078920). B) NA</p>	

8.11. Anexo 11 – PAFQ.098 – Determinação da humidade e resíduo seco.

Resumo do método: Pesagem da amostra, seguida de uma pré-secagem (quando aplicável) em banho de água ou estufa e secagem em estufa de vácuo até obtenção de massa constante.

				Data da auditoria: 7,11 e 12 de junho de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: PAFQ.098 – Determinação da humidade e resíduo seco.					
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. B) Sim. PAFQ.098.1 Determinação da humidade e resíduo seco. C) Sim, controlada 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. C) Sim, verificado o registo no impresso 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: 2019/55383.	
Preparação da amostra – No dia da auditoria presencial: A) Temperatura de acondicionamento da amostra antes da preparação? Ambiente, refrigeração ou congelação? B) A preparação foi realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise? O procedimento necessita de ser atualizado? C) A metodologia de preparação definida no procedimento PAFQ.044 está de acordo com a metodologia definida na norma ou procedimento interno? O procedimento necessita de ser atualizado? D) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269 Registo da preparação de amostras – SPA – Química? E) Foi utilizado um banho na preparação da amostra? Qual? F) A amostra depois de preparada foi guardada no frigorífico? Qual?	X		A) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. C) Sim está de acordo com o PAFQ.098.1. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Cristina, no dia 2019-06-07. E) Não. F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista.	
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. A analista demonstrou destreza na realização do ensaio. B) NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) Existem impressos associados ao método? B) O impresso necessita de ser atualizado? C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	X		A) Impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). B) Não. C) Sim, impresso IQ.23.1H validado em 2018-02-08.	
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?		X		

<p>- O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5).</p> <p>- A sua representação gráfica seja uma reta.</p> <p>- O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo.</p> <p>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):</p> <p>- Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>A) Qual o DPCS utilizado?</p> <p>B) Data de preparação e analista?</p> <p>C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry?</p> <p>D) Os registos estão atualizados?</p>	X		<p>A) Poultry spam (PR708-NOV18).</p> <p>B) Preparado em 2019-06-03 pela Cristina.</p> <p>C) Sim.</p> <p>D) Sim.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA):</p> <p>A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?</p>	X		<p>A)</p> <p>Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ</p> <p>Termohigrómetro 11J: SPA</p> <p>Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado?</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p>	X		<p>Estufa 54</p> <p>A) 54</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Calibração efetuada a $(70,0 \pm 2,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2019-05-08, certificado de calibração n.º ES-10739TP-19, emitido por EIA em 2019-05-21. Apto em 2019-05-22. Próxima calibração em 2020-05.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) NA</p> <p>G) De acordo com o definido na Nota 2 do procedimento PEQ.13: "O equipamento n.º 54 Estufa de vácuo, não tem nenhuma sonda associada para a monitorização da temperatura (impossibilidade de colocação de sonda). Sempre que este equipamento é utilizado é controlada a pressão indicada pelo controlador de vácuo."</p>	

<p>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>G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-05-09 - Os registos encontram-se atualizados. 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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 2E A) 2E B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B – Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 7, 11 e 12 de junho de 2019 – Os registos encontram-se 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 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 2018-05-10. Apto em 2019-05-20. Próxima calibração a 2020-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	
--	--	--	--	--

X

				<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	
	X				
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação?</p>	X	X		<p>Bomba 28L A) 28L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos. D) Sim.</p>	1311/Q/Jul2019

<p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à utilização.</p> <p>G) Registos relativos à calibração.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à verificação.</p> <p>H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) Registos relativos à manutenção.</p> <p>I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ. 38 Bombas de vácuo.</p> <p>F) NA</p> <p>G) Calibração efetuada por fornecedor qualificado com periodicidade definida no IQ.10 Gestão de equipamentos: calibração efetuada a (50±5) mbar no dia 2019-05-07, certificado de calibração n.º CL-11420TP-19, emitido por EIA em 2019-05-21. Apto em 2019-05-22. Próxima calibração em 2020-05.</p> <p>G1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.173.0 Registo de pressão - estufa e bomba de vácuo - dos dias 7, 11 e 12 de junho de 2019. Registos atualizados.</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) NA</p> <p>I) Equipamento limpo - OK Sempre que necessário: trocar as membranas e a drierite da coluna de absorção de humidade, junto ao equipamento, sempre que esta estiver saturada (coloração rosa).</p> <p>I1) NA</p> <p>J) O procedimento PEQ.38 não define a utilização, verificação e manutenção para a bomba de vácuo modelo V-300.</p> <p>J1) Sim, o PEQ.38.</p> <p>Moinho 121F (utilizado na preparação do DPCS)</p> <p>A) 121F</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise.</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado em duas vezes em 2018-09, três vezes em 2018-10 e uma vez em 2019-01 - cumpre com a periodicidade definida no PAFQ.044 (4 vezes por ano).</p> <p>H1) NA</p>	1311/Q/Jul2019
--	---	---	--	----------------

			<p>H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Moinho 130B (utilizado na preparação da amostra) A) 130B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 Gestão de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado em 2018-04, três vezes em 2018-04, em 2018-09 e em 2018-10. H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 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: - 2019-06-07 (manhã): temperatura de 22,9°C e humidade 42%; - 2019-06-07 (tarde): temperatuta de 19,8°C e humidade 42%; - 2019-06-11 (manhã): temperatura de 20,3°C e humidade 50%; - 2019-06-11 (tarde): temperatuta de 21,9°C e humidade 41%;</p>	
	X	X		1311/Q/Jul2019

			<p>- 2019-06-12 (manhã): temperatura de 23,3°C e humidade 35%;</p> <p>- 2019-06-12 (tarde): temperatura de 22,2°C e humidade 41%.</p> <p>Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p>	
	X	X	<p>Termohigrómetro 11J</p> <p>A) 11J</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 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>- 2019-06-03 (manhã): temperatura de 25,3°C e humidade 46%;</p> <p>- 2019-06-03 (tarde): temperatura de 24,7°C e humidade 49%.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>H) Equipamento verificado a (22,5±2,5)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p>	1311/Q/Jul2019

			<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>Conta-minutos 59L A) 59L B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.10.1 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 59L: 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 IQ.54.1B – verificação realizada a 2019-02-28. H1) Sim, verificada a etiqueta IQ.222.0. H2) NA I) NA J) Sim. J1) Não.</p>	1311/Q/Jul2019
--	--	--	---	----------------

<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 exsicador 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) Celite (F22) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º A0392859. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Dióxido de silício (F36) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º STBH4589. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Drierite (F209) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º I1150. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Sicapent (F230) A1.1) Não foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem (aberto em 2019-02-01 pela Mafalda). B) Lote n.º Z0519443. Verificado o certificado de lote.</p>	1312/Q/Jul2019
<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.042.0 emitido em 2016-03-24. 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>	X		<p>A) Amostra n.º: 2019/040842 Preparado para gelatina. B) Impresso IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo). C) Boletim analítico n.º 46293/EGI/19.</p>	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p>	X		<p>A) NA</p>	

<p>- 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>B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no IQ.23.1H Determinação de humidade e resíduo seco (estufa de vácuo) de 2019-05-09. C) Sim, foi usado o DPCS Poultry Spam (PR708-NOV18). D) Sim a analista efetuou o ensaio de uma amostra, tendo realizado o ensaio em duplicado.</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. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 69,07 g/100g. B) Rsd = 0,69%, ao definido no SOP (rsd = 1%). C) Não foram evidenciadas não conformidades.</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, 5,6g/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) O teor de humidade, expresso em g/100g é dado pela expressão:</p> $\text{Humidade (g/100g)} = 100 - [(M3 - M2)/M1] \times 100$ <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 com a tampa e resíduo seco, após secagem, expressa em gramas.</p>	

				<p>Réplica 1</p> $\text{Humidade (g/100g)} = 100 - [(M3 - M2)/M1] \times 100 = 100 - [(65,0319 - 60,2619)/5,0589] \times 100 = 5,7107$ <p>Réplica 2</p> $\text{Humidade (g/100g)} = 100 - [(M3 - M2)/M1] \times 100 = 100 - [(61,7570 - 56,9687)/5,0715] \times 100 = 5,5842$ <p>A1) Como as réplicas cumprem com o critério de repetibilidade, o resultado apresentado no boletim analítico corresponde à média da réplica 1 e da réplica 2 que é 5,6g/100g.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados 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>A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2019-02-26. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Sim verificado no IQ.255. 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.257.1 Matriz de qualificação/competências - verificada a participação nos ECI's: Bipea Sumos em 2018-05, amostra n.º 2018/045114 - Resultado aceitável; Silliker_Infant milk em 2018-05, amostra n.º 2018/035452 - Resultado aceitável; Bipea_Spread em 2018-06, amostra n.º 2018/045293 - Resultado aceitável; Silliker_Cocoa powder em 2018-11, amostra n.º 2018/090979 - Resultado aceitável. B) NA</p>	
--	-----------------	--	---	--

8.12. Anexo 12 – PAFQ.354 – Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. Picnometria.

Resumo do método: Verificação da capacidade exata, em mililitros, de um picnómetro à temperatura de (20±1)°C e determinação da massa, em gramas, da amostra que o ocupa à mesma temperatura.

				Data da auditoria: 5 de junho de 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: PAFQ.354 – Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. Picnometria.					
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.354.1 Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. 2018-04-23. B) Sim. PAFQ.354.1 Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. 2018-04-23. C) Sim, controlada 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			Sim, verificado o registo no impresso IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais - cópia controlada em 2018-04-26 pelo André.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º: 2019/47030	

<p>Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial:</p> <p>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) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Susana, no dia 2019-05-30. B) Não. C) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. D) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. E) Sim está de acordo com o PAFQ.354.1. Não. E) A amostra depois de preparada foi entregue à analista.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista? B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>A) Sim. A analista mostrou destreza na realização do ensaio. B) Sim, o procedimento não contempla no parágrafo 6.3.1 Método A, picnometria, o picnómetro que a analista utilizou: picnómetro de vidro borosilicatado de boca estreita, de capacidade de 50 ml munido de rolha de vidro.</p>	1293/Q/Jun2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>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) Impresso IQ.23.0AC Determinação de massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. B) Não. C) Sim, impresso IQ.23.0AC validado em 2018-03-21.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>– Métodos que envolvem curvas de calibração:</p> <p>A) A curva de calibração cumpre com os critérios de aceitação definidos no procedimento PCQ.04 Controlo da Qualidade?</p>			X	

<p>- O coeficiente de correlação tenha, no mínimo, dois nove (9) seguidos de um cinco (5).</p> <p>- A sua representação gráfica seja uma reta.</p> <p>- O seu declive esteja dentro dos limites da respetiva carta de controlo.</p> <p>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):</p> <p>- Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>A) Qual o DPCS utilizado?</p> <p>B) Data de preparação e analista?</p> <p>C) A data de validade definida está de acordo com o definido no SOP-008 DPCS Chemistry?</p> <p>D) Os registos estão atualizados?</p>	X			<p>A) Vinho comercial (PR1217-NOV18).</p> <p>B) NA</p> <p>C) NA. Asset interno.</p> <p>D) NA</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA):</p> <p>A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?</p>	X			<p>A)</p> <p>Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ</p> <p>Termohigrómetro 11J: SPA</p> <p>Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado?</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à calibração.</p> <p>F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p>	X			<p>Estufa 125</p> <p>A) 125</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Calibração efetuada a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2019-03-06, certificado de calibração n.º ES-4423TP-19, emitido por EIA em 2019-03-19. Apto em 2019-03-19. Próxima calibração em 2020-03.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) do dia 31 de maio de 2019 - Os registos encontram-se atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p>	

<p>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>H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-05-10 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86BN (associada à estufa refrigerada 125) A) 86BN B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.4 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) NA 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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração.</p>	X		<p>Picnómetro de 50mL A) Picnómetro de 50mL. B) NA C) NA D) Sim. E) Utilização e verificação: PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Manutenção: PGL.08.0 Gestão da sala de lavagem dos laboratórios de FQ e MIA. F) NA F1) NA F2) NA G) NA G1) NA G2) NA</p>	

<p>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>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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 2H A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças – Diário_Avaliação do dia 31 de maio de 2019 – Os registos encontram-se 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 A) 183 B) Sim.</p>	

<p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A massa n.º 135 foi enviada para calibrar, não se encontrando no laboratório.</p> <p>Massa 76 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
--	----------	--	--	--

			<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 68 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20241MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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.13.3 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p>			<p>Termohigrómetro 11AA A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: – 2019-05-31 (manhã): temperatura de 26,8°C e humidade 37%;</p>	

<p>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>- 2019-05-31 (tarde): temperatura de 24,5°C e humidade 35%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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 11J A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-05-30 (manhã): temperatura de 24,4°C e humidade 35%; - 2019-05-30 (manhã): temperatura de 25,7°C e humidade 44%. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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.</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. I1) NA. J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-05-31 (tarde): temperatura de 26,8°C e humidade 33%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20,0±2,0)°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>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		<p>A1) Reagentes A1) Etanol absoluto (D9) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo de reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura e a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 19B254002. Verificado o certificado de lote.</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.017.0 emitido em 2014-02-26 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>	X		<p>Determinação da densidade relativa a 20°C: A) Amostra n.º: 2019/052566 Natas pasteurizadas. B) Impresso IQ.23.0AC Determinação de massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. C) Boletim analítico n.º 55421/EGI/19.</p> <p>Determinação da massa volúmica a 20°C: A) Amostra n.º: 2019/034343 Licor.</p>	

	X			B) Impresso IQ.23.0AC Determinação de massa volúmica e da densidade relativa a 20°C. C) Boletim analítico n.º 44918/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	X		Determinação da densidade relativa a 20°C A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no impresso IQ.23.0AC Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C, 2019-05-29. C) Sim, foi usado o DPCS Powdered beverage (PR1190-NOV18). D) Sim, a analista efetuou a análise de 11 amostras, tendo realizado o ensaio de uma delas em duplicado. Determinação da massa volúmica a 20°C A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no impresso IQ.23.0AC Determinação da massa volúmica e da densidade relativa a 20°C, 2019-04-22. C) Sim, foi usado o DPCS Vinho comercial (PR1217-NOV18). D) Não. A analista efetuou a análise de 10 amostras, não tendo realizado o ensaio de nenhuma delas em duplicado.	1294/Q/Jun2019
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			Determinação da densidade relativa a 20°C: A) Sim. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS,1,0226 (2019-05-29). B) NA. Asset interno. C) Não foram evidenciadas não conformidades. Determinação da massa volúmica a 20°C: A) Sim. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS,0,98915 (2019-04-23). B) NA. Asset interno. C) Não foram evidenciadas não conformidades.	

<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>Determinação da densidade relativa a 20°C: A) Sim, 0,9846.</p> <p>Determinação da massa volúmica a 20°C: A) Sim, 1,06139g/mL.</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>Determinação da densidade relativa a 20°C: A) O cálculo da densidade relativa a 20°C é dado pela fórmula:</p> $d_{20^{\circ}\text{C}} = (M3 - M1)/(M2 - M1)$ <p>Em que, M1 é a massa do picnómetro vazio, expressa em gramas; M2 é a massa do picnómetro com água a (20±1)°C, expressa em gramas; M3 é a massa do picnómetro com a amostra a (20±1)°C, expressa em gramas.</p> <p>Réplica 1</p> $d_{20^{\circ}\text{C}} = (M3 - M1)/(M2 - M1)$ $= (79,2816 - 29,3431)/$ $(80,1659 - 29,3431)$ $= 49,9385/50,8228$ $= 0,98260$ <p>Réplica 2</p> $d_{20^{\circ}\text{C}} = (M3 - M1)/(M2 - M1)$ $= (79,4849 - 29,3431)/$ $(80,1659 - 29,3431)$ $= 50,1418/50,8228$ $= 0,98660$ <p>A1) Como as réplicas cumprem com o critério de repetibilidade (0,6%), o resultado apresentado no boletim analítico corresponde à média da réplica 1 e da réplica 2: 0,98460.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados à quarta casa decimal e sem unidades (a densidade é uma grandeza adimensional).</p>	

	X		<p>Determinação da massa volúmica a 20°C</p> <p>A) O cálculo da massa volúmica a 20°C, expressa em g/mL é dado pela fórmula:</p> $d_{20^{\circ}\text{C}} = \frac{[(M3 - M1) + 0,0012 \times (M2 - M1)] \times \rho_{\text{H}_2\text{O}}}{[(M2 - M1) + 0,0012 \times (M2 - M1)]}$ <p>Em que, M1 é a massa do picnómetro vazio, expressa em gramas; M2 é a massa do picnómetro com água a (20±1)°C, expressa em gramas; M3 é a massa do picnómetro com a amostra a (20±1)°C, expressa em gramas; ρ H2O é a massa volúmica da água a 20°C (0,99820 g/mL).</p> $d_{20^{\circ}\text{C}} = \frac{[(M3 - M1) + 0,0012 \times (M2 - M1)] \times \rho_{\text{H}_2\text{O}}}{[(M2 - M1) + 0,0012 \times (M2 - M1)]}$ $= \frac{[(84,2538 - 32,2196) + 0,0012 \times (81,1524 - 32,2196)] \times 0,99820}{[(81,1524 - 32,2196) + 0,0012 \times (81,1524 - 32,2196)]}$ $= 1,061391 \approx 1,06139 \text{ g/mL}$ <p>A1) Sim.</p> <p>B) Sim, os resultados apresentam-se arredondados à quarta casa decimal, expressos em g/mL.</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) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2019-02-18. A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) NA A9) OK B) Não foi verificado no IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências a data de competência, pois a analista adquiriu a competência antes de junho de 2012.</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 constatada uma participação em novembro de 2018 (Bipea_Aromatized wine: 2018/104068) com avaliação aceitável. B) NA</p>	
--	-----------------	--	--	--	--

8.13. Anexo 13 – PAFQ.122 – Determinação da atividade da água. Ponto de orvalho.

Resumo do método: A deteção da humidade relativa da câmara de medição é realizada através do princípio do espelho arrefecido. A temperatura do espelho é exatamente controlada através de um arrefecedor termoelétrico (Peltier). A deteção do ponto exato onde a condensação primeiro aparece no espelho é detetada por célula de fotoelétrica. Um feixe de luz é direcionado para o espelho e refletido pela célula do foto-detetor. Este deteta a alteração de refletância quando a condensação ocorre no espelho. O termopar acoplado ao espelho faz o registo da temperatura a que ocorre a condensação.

				Data da auditoria: 14 de março 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: PAFQ.122 – Determinação da atividade da água. Ponto de orvalho.					
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.122.2 Determinação da atividade da água. 2016-01-29. B) Sim. PAFQ.122.2 Determinação da atividade da água. 2016-01-29. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 – Índice – Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas.	
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.122.2 Determinação da atividade da água. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada a 2016-12-02 pela Liliana Silva.	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.</p>	X		<p>A) Amostras n.º: 2019/022570 – Migas de paloco</p> <p>Amostra n.º: 2019/023086 – Fruta desidratada</p> <p>Nota: Na impossibilidade de ser realizado o duplicado da amostra n.º 22570 do método PAFQ.122.2 devido à quantidade ser insuficiente, foi utilizada a amostra n.º 23086 (fora do âmbito da acreditação) para realização do duplicado.</p>	
<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>	X		<p>Amostra n.º: 22570 – Migas de paloco</p> <p>A) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. C) Sim está de acordo com o PAFQ.122.2 Determinação da atividade da água. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Erika, em 2019-03-14. E) Não. F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista, que a acondicionou à temperatura ambiente até início do ensaio.</p> <p>Amostra n.º 23086 – Fruta desidratada</p> <p>A) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. C) Sim está de acordo com o PAFQ.122.2 Determinação da atividade da água. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Cristina, em 2019-03-14. E) Não. F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista, que a acondicionou à temperatura ambiente até início do ensaio.</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	X	<p>A) Detetou-se o não cumprimento do definido no parágrafo 6.4.3 Metodologia (alínea a): "Sempre que a leitura das amostras esteja fora da gama (0,984 a 0,760), ler um terceiro padrão que cubra a gama de trabalho (6.2.3 e/ou 6.2.4). Registrar o resultado na lista de trabalho". Ambas as amostras auditadas tiveram resultados inferiores a 0,760 e a analista não realizou a leitura de um terceiro padrão. Foi evidenciada a destreza na realização do ensaio. B) Não.</p>	1134/Q/Mar2019
<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		<p>A) Processed cheese (PR109-NOV18). B) O DPCS não necessita de preparação prévia para ser utilizado. Data de abertura: 2019-03-14. C) Sim. Válido até 2019-03-21. D) Sim, verificado o IQ.213.0 Controlo da abertura/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>	X		A) Termohigrómetro 11AA (Laboratório de FQ) Termohigrómetro 11J (SPA)	
<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		Frigorífico 152F A) 152F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 14 de março – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-03-06 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não. SONDA 191AP (associada ao frigorífico 152F) A) Sonda 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 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. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (5±3)°C em 2019-02. Próxima verificação: 2020-02.	

	X			<p>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>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Volumes (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado. B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>			<p style="text-align: center;">X</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à utilização. G) Registos relativos à calibração. G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à verificação. H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) Registos relativos à manutenção. I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Aqualab 103B A) 103B B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim E) Utilização, calibração e manutenção: PAFQ. 122.2 Determinação da atividade da água. F) NA G) Calibrado em 2018-01-25 pelo LABCELL, com certificado n.º S40001986 (<i>serial number</i>). Apto em 2018-02-01. Próxima calibração em 2020-01. G1) Sim, verificado o IQ.146.3. G2) NA H) Verificação: verificada a carta de controlo IQ.141 Padrão diário – os registos encontram-se atualizados. H1) NA H2) Não. I) NA I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Moinho 121E A) 121E B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras – equipamento verificado em 2018-02, 2018-04 e duas vezes em 2018-10 – cumpre com a periodicidade definida no PAFQ.044 (4 vezes por ano). H1) NA H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo – OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p>	
---	-----------------	--	--	--

			<p>Moinho 121G</p> <p>A) 121G B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise. F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado em 2019-01 - este equipamento entrou ao serviço em 2018-11-27. H1) NA H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19. I) Equipamento limpo - OK I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA</p> <p>A) 11AA. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: - 2019-03-14 (manhã): temperatura de 19,0 °C e humidade 36%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. H) Equipamento verificado a (20±2)°C em 2019-01. Próxima verificação: 2020-01.</p>	
	X			

			<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 11J A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: – 2019-03-14 (manhã): temperatura de 18,2 °C e humidade 44%. 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. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – 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. J1) Não.</p>	
--	--	--	--	--

X

<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) Reagentes Solução padrão $aw=0,250\pm 0,003$ (F289) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista na embalagem. A data de validade estava expirada, desde 2017-12. B) Lote n.º 1648269. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Solução padrão $aw=0,500\pm 0,003$ (F290) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, data de validade e a rúbrica da analista na embalagem. A data de validade estava expirada, desde 2017-10. B) Lote n.º 1648118. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Solução padrão $aw=0,760\pm 0,003$ (F141) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 1808054. Verificado o certificado de lote.</p> <p>Solução padrão $aw=0,984\pm 0,003$ (F142) A1.1) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1 Controlo dos reagentes. A1.2) Foi evidenciada a data de abertura, a rúbrica da analista e a data de validade na embalagem. B) Lote n.º 1772339. Verificado o certificado de lote.</p>	1135/Q/Mar2019
---	---	---	--	----------------


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?	X		A) VM.002.1, emitido em 2016-03-02. B) Sim.	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): A) N.º da amostra. B) N.º da lista de trabalho ou impresso utilizado para os cálculos. C) N.º do boletim analítico.	X		A) Amostra n.º: 2019/014706 B) Lista de trabalho n.º 2019/006576 C) Boletim analítico n.º 17759/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	X	A) Não. B) Sim, garantida a rastreabilidade na lista de trabalho. C) Sim, Processed cheese (PR0109-NOV18). D) Não. A analista não realizou nenhuma amostra em duplicado.	1136/Q/Mar2019
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) Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de Resultados que a analista registou corretamente o resultado do DPCS. – ZETA. B) Sim, rsd = 0,206%, inferior ao definido no SOP008 (0,5%). C) NA	
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): – Transcrição dos resultados: A) O resultado final ou as variáveis foram devidamente transcritas para o sistema informático?		X	A) A analista realizou duas leituras para a mesma amostra, tendo transcrito para o LIMS o resultado da 2ª leitura, ou seja, a analista cumpriu com o definido na revisão 1 do PAFQ.122 de 2011-07-14 (6.6.3.1 Todas as leituras são feitas em duplicado. Registrar os dois valores obtidos na lista de trabalho e introduzir no LIMS o segundo valor obtido, desde que este não difira mais de 0,005 da primeira leitura) e não com o	1137/Q/Mar2019

		X	definido na revisão em vigor que define que apenas é realizada uma leitura pois o equipamento já tem pré selecionado o modo de leitura "customizar" (a amostra é lida múltiplas vezes, até que um determinado nível de estabilidade seja atingido).	1137/Q/Mar2019
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?	X	X	A) NA A1) Sim. B) Sim, resultado arredondado às milésimas, sendo uma grandeza adimensional. O procedimento não contempla o parágrafo "expressão dos resultados".	1138/Q/Mar2019
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?	X		A1) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK – Atualizado em 2019-02-14. A6) PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13; PEQ.36 Instrumentos de pesagem, PEQ.27 Dispensadores – 2018-12-20. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Sim verificado no IQ.255 Matriz de Qualificação Inicial de Competências – competência atribuída em 2013-11-27.	

<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 verificada a participação nos seguintes ECÍ's: Bipea A.A e Bipea dietéticos em 2018-04, amostras n.º 2018/026723 e n.º 2018/026690 – Resultados aceitáveis; Silliker_Infant milk em 2018-05, amostra n.º 2018/035452 – Resultado aceitável; Bipea_Spread em 2018-06, amostra n.º 2018/045293 – Resultado aceitável e Silliker_Breakfast cereals em 2018-08, amostra n.º 2018/061900 – Resultado aceitável. B) NA.</p>	
--	----------	--	--	--

8.14. Anexo 14 – PAFQ.069B – Determinação de matéria gorda total.

Resumo do método: Hidrólise ácida da amostra, a quente. Arrefecimento, filtração, lavagem e secagem do resíduo. Extração da matéria gorda pelo éter de petróleo. Eliminação do solvente por evaporação, seguido de secagem e pesagem do extrato.

				Data da auditoria: 5 e 8 de abril 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: PAFQ.069B – Determinação de matéria gorda total.					
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.069B.3 Determinação de matéria gorda total. 2018-04-13. B) Sim. PAFQ.069B.3 Determinação de matéria gorda total. 2018-04-13. C) Sim, controlada 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.069B.3 Determinação de matéria gorda total. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada a 2018-04-16 pelo André Oliveira.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.	X			Amostra n.º: 2019/31402	
Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial:	X			A) Foi verificado o registo de preparação da amostra no impresso IQ.269.2 Registo da preparação de amostras – SPA – Química. B) Não.	

<p>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>C) A amostra estava congelada na câmara frigorífica 20B (2). D) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. E) Sim. Não. F) Não. A amostra depois de preparada foi entregue à analista para a realização do ensaio.</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) Sim. A analista mostrou destreza na realização do ensaio. 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. IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet e IQ.23.0G Determinação de matéria gorda - Soxhlet DPCS. B) Não. C) Sim, IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet - validado em 2018-01-03 e IQ.23.0G Determinação de matéria gorda - Soxhlet DPCS - validado em 2015-12-09.</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.</p>			X		

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) Poultry Spam – PR707-NOV18 B) 2019-04-01 pela Cristina. C) Sim. Válido até 2019-04-08. D) Sim. Verificado no impresso IQ.213.0 – Controlo de preparação/validade DPCS.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	X			A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): – Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção.	X			Câmara frigorífica 20B (2) A) 20B (2). B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 4 de abril de 2019 – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado a manutenção semestral no impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento – último registo em 2018-11-29. Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não. Sonda 191BH (associada à câmara frigorífica 20B (2))	

<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>	X	X	<p>A) 191BH. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda: 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 - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (-21±3)°C em 2019-03. Próxima verificação: 2020-03. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Estufa 14A A) 14A B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), do dia 4 de abril de 2019 – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-03-06 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86DY (associada à estufa 14A) A) 86DY</p>	1230/Q/Mai2019
--	---	---	---	----------------

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA. F2) NA G) Não foi evidenciado o registo relativo à verificação deste equipamento. G1) NA G2) NA H) NA H1) NA I) NA I1) NA</p> <p>Estufa 14I A) 14I B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a (102±1)^oC no dia 2019-02-12, certificado de calibração n.º ES-2426TP-19, emitido por EIA em 2019-02-22. Apto em 2018-03-06. Próxima calibração em 2020-02. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B), do dia 4 de abril de 2019 e 5 de abril de 2019 - os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-03-11 - os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86EI (associada à estufa 14I) A) 86EI B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	1230/Q/Mai2019
--	--	--	--	----------------

			<p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86E1: 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (102±1)°C em 2018-05. Próxima verificação: 2020-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Frigorífico 152F (utilizado para o DPCS poultry spam) A) 152F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) NA F1) NA F2) NA G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 4 de abril de 2019 – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-04-01 – os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>SONDA 191AP (associada ao frigorífico 152F) A) 191AP B) Sim.</p>	1230/Q/Mai2019
--	--	--	---	----------------

			<p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: 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.</p> <p>F1) NA.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Equipamento verificado a $(5,0 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ em 2019-02. Próxima verificação: 2020-02.</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.260.1 Registos das verificações internas – Temperaturas. Validados em 2017-01-17.</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	
	X	X		1230/Q/Mai2019

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p>	X				

<p>F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>G) Registos relativos à verificação.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à manutenção.</p> <p>H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	<p>X</p>		<p>Balança 2G</p> <p>A) 2G</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>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.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30.</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 5 de abril de 2019 - Registos atualizados.</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) Sim, impresso IQ.199.2B Verificação Interna de Balanças - Diário. Validado em 2016-02-23.</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p> <p>Massa 183</p> <p>A) 183</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	
---	----------	--	---	--

			<p>Massa 135 A) 135 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
	X			

	X		<p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p> <p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado.</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à utilização.</p> <p>G) Registos relativos à calibração.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à verificação.</p> <p>H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) Registos relativos à manutenção.</p> <p>I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Hidrotec 104</p> <p>A) 104</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) NA</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) NA</p> <p>I) Substituição de filtro de vapores diariamente - OK.</p> <p>Equipamento limpo - OK</p> <p>Manutenção externa realizada anualmente: este equipamento entrou ao serviço em 2018-06-19, pelo que ainda não foi realizada a sua manutenção externamente.</p> <p>I1) NA</p> <p>Moinho 18</p> <p>A) 18</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.16.1 Homogeneizadores; Verificação: PAFQ.044.5 Métodos de preparação de amostras para análise.</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p>	

				<p>G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras - equipamento verificado em março de 2019 - o equipamento 18 entrou ao serviço em 2019-01-31, pelo que apenas se realizou um controlo de homogeneização de amostras.</p> <p>H2) Sim, verificado o IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Validado em 2016-01-19.</p> <p>I) Equipamento limpo - OK</p> <p>I1) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Soxtec 117B</p> <p>A) 117B</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.74.2 Soxtec Avanti. O equipamento dispõe de duas verificações:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensaios em branco: registado no IQ. 262.0 Registo de ensaios em branco - manutenção de equipamento - registo efetuado em 2019-03-28. Os registos encontram-se atualizados. - Controlo de reagentes e consumíveis: registado no IQ. 143 Registo de ensaios em branco - controlo de reagentes e consumíveis - registo efetuado em 2019-03-28. Os registos encontram-se atualizados. <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) NA</p> <p>I) NA</p> <p>I1) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Soxtec 117D</p> <p>A) 117D</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p>	
--	--	--	--	---	--

			<p>E) Utilização, verificação e manutenção: PEQ.74.2 Soxtec Avanti. O equipamento dispõe de duas verificações:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensaios em branco: registado no IQ. 262.0 Registo de ensaios em branco - manutenção de equipamento - registo efetuado em 2019-03-28. Os registos encontram-se atualizados. - Controlo de reagentes e consumíveis: registado no IQ. 143 Registo de ensaios em branco - controlo de reagentes e consumíveis - registo efetuado em 2019-03-28. Os registos encontram-se atualizados. <p>F) NA G) NA G1) NA G2) NA H) NA H1) NA H2) NA I) NA I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11AA</p> <p>A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 2019-04-04 (manhã): temperatura de 20,1°C e humidade 31%; - 2019-04-04 (tarde): temperatura de 20,9°C e humidade 40%; - 2019-04-05 (manhã): temperatura de 20,7°C e humidade 36%; - 2019-04-05 (tarde): temperatura de 21,8°C e humidade 40%; - 2019-04-08 (manhã): temperatura de 18,9°C e humidade 52%; - 2019-04-08 (tarde): temperatura de 22,4°C e humidade 44% <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p>	
--	--	--	---	--

X

			<p>G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. 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>Termohigrómetro 11J A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-04-04 (manhã): temperatura de $19,9^{\circ}\text{C}$ e humidade 36%; - 2019-04-04 (tarde): temperatura de $21,1^{\circ}\text{C}$ e humidade 45%. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. 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>Termohigrómetro 11W A) 11W B) Sim.</p>	
--	--	--	---	--

			<p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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> <ul style="list-style-type: none"> - 2019-04-04 (manhã): temperatura de 20,8°C e humidade 27%; - 2019-04-04 (tarde): temperatura de 22,0°C e humidade 32%; - 2019-04-05 (manhã): temperatura de 21,4°C e humidade 31%; - 2019-04-05 (tarde): temperatura de 22,2°C e humidade 33%; - 2019-04-08 (manhã): temperatura de 19,2°C e humidade 45%; - 2019-04-08 (tarde): temperatura de 22,3°C e humidade 37%. <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11W: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</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>A1) Celite (F22)</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 retest e a rúbrica da analista.</p> <p>B) Lote n.º A0392859. Verificado o certificado de lote.</p> <p>A1) Ácido clorídrico (H7)</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>B) Lote n.º 18L034017.</p>	


<p>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		<p>A1) Éter de petróleo (D2) 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. B) Lote n.º 18K164011.</p> <p>A2) Solução de ácido clorídrico, 4N A solução é preparada diariamente.</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.067.0, emitido em 2017-03-24. 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>	X		<p>A) Amostra n.º: 2019/025170 B) Impresso IQ.23.2A. C) Boletim analítico n.º 27615/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>	X		<p>A) NA B) Sim. De acordo com o verificado no impresso IQ.23.2A Determinação de matéria gorda - Soxhlet- 2019-03-19. C) Sim. Poultry Spam PR707-NOV18. D) Sim, foram realizadas quarenta e quatro amostras para este ensaio, tendo sido seis delas efetuadas em duplicado.</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. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados - ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 6,06g/100g. Este registo foi realizado no dia 2019-03-26. B) RDS temporário = 2,94%, sendo o máximo 5%. 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, ambos os resultados das réplicas foram devidamente transcritos.</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) Teor de matéria gorda, expresso em g/100g é dado por:</p> $\text{Matéria gorda (g/100 g)} = \frac{[(M3 - M2)/M1] \times 100}{100}$ <p>Em que,</p> <p>M1: massa da toma, expressa em gramas; M2: massa do copo de extração com reguladores de ebulição, expresso em gramas; M3: massa do copo de extração com reguladores de ebulição e gordura extraída, expressa em gramas.</p> <p>Réplica 1</p> $\text{Matéria gorda (g/100 g)} = \frac{[(M3 - M2)/M1] \times 100}{100} = \frac{[(41,6134 - 41,4221)/1,2410] \times 100}{100} = 15,4150 \text{ (g/100g)}$ <p>Réplica 2</p> $\text{Matéria gorda (g/100 g)} = \frac{[(M3 - M2)/M1] \times 100}{100} = \frac{[(42,3733 - 42,1936)/1,1560] \times 100}{100} = 15,5450 \text{ (g/100g)}$ <p>A1) Sim, corresponde à média das réplicas. C) Sim, os resultados apresentam-se arredondados 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) OK A2) OK A3) OK A4) OK A5) OK A6) Boas Práticas Laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da Qualidade – 2018-11-22 e PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) OK, renovado em 2018-09-14. A8) OK A9) OK B) Sim verificado o IQ.255.2 Matriz de qualificação inicial de competências – competência atribuída em 2017-03-24.</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 no ECI Bipea Dietéticos em 2018-04, amostra n.º 2018/026690 – Resultado aceitável; ECI LGC_Dark chocolate em 2018-06, amostra n.º 2018/044963 e Bipea Spread, amostra n.º 2018/045293 – Resultados aceitáveis; ECI Silliker_Breakfast cereals em 2018-08, amostra n.º 2018/061900 e ECI Silliker_Cocoa powder em 2018/11, amostra n.º 2018/090979– Resultado aceitável. B) NA.</p>	

8.15. Anexo 15 – PAFQ.129 – Determinação de pH. Potenciometria.

Resumo do método: Determinação da atividade de iões de hidrogénio utilizando o potenciómetro com um elétrodo de referência e um elétrodo padrão de hidrogénio ou um elétrodo combinado de vidro.

				Data da auditoria: 8 de março 2019	
				Auditoras: Liliana Silva e Ana Vieira	
Método auditado: PAFQ.129 – Determinação de pH. Potenciometria.					
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.129.1 Determinação do valor do pH. 2015-05-26. B) Sim. PAFQ.129.1 Determinação do valor do pH. 2015-05-26. C) Sim, controlada no impresso IQ.148.1 - Índice - Pasta 4. PAFQ – Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas.	
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.129.1 Determinação do valor do pH. C) Sim. Verificado no IQ.11.6 Fotocópias de documentos originais, cópia controlada a 2017-01-10 pela Liliana Silva.	

<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): A) N.º da amostra.</p>	X		<p>A) Queijo: DPCS Cheese NOV18 Amostra líquida: 2019/19641 – Azeitona (salmoura). Amostra sólida/seca: 2019/20436 – Bolacha (esta amostra não tinha rececionado a determinação do pH, no entanto foi utilizada apenas para simular a determinação).</p>	
<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>	X		<p>Amostra líquida – 19641 A) A amostra estava acondicionada à temperatura ambiente. B) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise. Não. C) Sim está de acordo com o PAFQ.129.1 Determinação do valor do pH. Não. D) Sim. Verificado o impresso IQ.269.2 – Preparada pela Cristina, em 2019-03-08. E) Não. F) A amostra depois de preparada foi entregue à analista, que a acondicionou na estufa refrigerada 125 até à realização do ensaio, de forma a garantir que a temperatura da amostra era 20 °C para a leitura do valor do pH.</p>	
<p>Preparação da amostra – Dia diferente do da auditoria presencial: A) A preparação foi devidamente rastreada no impresso IQ.269?</p>	X		<p>DPCS Cheese NOV18 A) Sim. Verificado o impresso IQ.213.0 Controlo da preparação/validade dos DPCS – Preparado pela Erika, em 2019-03-06. B) Não.</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>C) A amostra estava acondicionada no frigorífico 152F.</p> <p>D) Sim. Amostra preparada de acordo com o procedimento SOP.008. Não.</p> <p>E) NA</p> <p>F) Sim, no frigorífico 152F.</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) O procedimento interno/norma foi seguido pelo analista?</p> <p>B) O procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>A) Sim.</p> <p>B) Sim.</p> <p>O procedimento necessita de ser atualizado, de forma a ser mais detalhado na metodologia, nomeadamente no parágrafo 6.4.3.2 Amostras sólidas/secas.</p> <p>- "Deixar repousar trinta minutos, agitando frequentemente" - a analista coloca o balão num agitador magnético durante 30 minutos.</p> <p>- "Após este período deixar repousar mais dez minutos, sem agitar, e decantar o sobrenadante para um copo de plástico" - no caso da amostra auditada, não foi possível decantar o sobrenadante, pois a amostra dissolveu na totalidade.</p> <p>- Detetou-se que a temperatura da estufa refrigerada (equipamento n.º 125) não corresponde ao definido no procedimento. O procedimento define (20±2)°C e a carta de controlo a (20±1)°C.</p>	1129/Q/Mar2019
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>A) Existem impressos associados ao método?</p> <p>B) O impresso necessita de ser atualizado?</p> <p>C) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	X		<p>A) Sim. IQ.305.1 Determinação de pH - FQ; IQ.156.6 Verificação do potenciómetro - FQ, MIA e AMB; IQ.50.9A - Controlo dos parâmetros da reta de calibração potenciómetro; IQ.268.1. Controlo do declive da reta de calibração - Potenciómetro e IQ.213.0 Potenciómetro.</p> <p>B) Não.</p> <p>C) Sim.</p> <p>IQ.305.1 - Validado em 2018-08-08.</p> <p>IQ.156.6 - Validado em 2017-06-13.</p> <p>IQ.50.9A - Validado em 2017-12-13.</p>	

	X			IQ.268.1 - Validado em 2017-06-13.	
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) Powdered Beverage. B) 2019-03-04 pela analista Lara Pimentel. C) Sim. Válido até 2019-03-09. D) Sim. Verificado no impresso IQ.213.0 - Controlo de preparação/validade DPCS.	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Condições ambientais dos espaços utilizados no laboratório (incluir SPA): A) Quais os equipamentos utilizados para monitorizar a temperatura e humidade?	X			A) Termohigrómetro 11AA: Laboratório de FQ Termohigrómetro 11J: SPA Termohigrómetro 11W: Sala de pesagens Termohigrómetro 11X: Laboratório de MIA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas (inclui equipamentos SPA): A) Equipamento utilizado? B) Existe etiqueta de identificação? C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado?	X			Estufa refrigerada 125 A) 125 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização e manutenção: PEQ.13.1 Estufas; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Calibração efetuada a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ no dia 2018-03-05, certificado de calibração n.º ES-3913TP-18, emitido por EIA em	

<p>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>2018-03-12. Apta em 2018-03-27. Próxima calibração em 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-A - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de controlo (B) - Os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento - Última manutenção registada em 2019-02-21 - Os registos encontram-se atualizados. H1) NA I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 86BN (associada à estufa 125) A) 86BN. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12713TP-17 emitido em 2017-10-27. Apto em 2017-11-07. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a $(20,0 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$ em 2018-05. Próxima verificação: 2019-05. G1) Sim. Verificada a etiqueta IQ.259.1. G2) Sim, impressos IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas. Validados em 2017-01-17. H) NA H1) NA I) NA I1) NA</p> <p>Frigorífico 152F A) 152F B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim.</p>	
---	-----------------	--	---	--

				<p>E) Utilização e manutenção: PEQ.14.2 Frigoríficos e congeladores; Verificação: PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>F) NA F1) NA F2) NA</p> <p>G) Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de controlo (A), do dia 8 de março – os registos encontram-se atualizados. G1) NA G2) NA</p> <p>H) Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção do equipamento – Última manutenção registada em 2019-03-06 – Os registos encontram-se atualizados. H1) NA</p> <p>I) Sim. I1) Não.</p> <p>Sonda 191AP (associada ao frigorífico 152F) A) 191AP B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. F) Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191AP: sonda 102D calibrada pelo EIA em 2017-10-23, certificado de calibração n.º CL-12714TP-17 emitido em 2017-10-26. Apto em 2017-11-06. Próxima calibração a 2018-10. F1) NA. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-D – Validado em 2009-03-30. G) Equipamento verificado a (5±3)°C em 2018-02. Próxima verificação: 2019-02. 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>	
--	--	--	--	---	--

X

<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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</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.13 Ficha de registo do equipamento? D) É utilizado o equipamento adequado? E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção? F) Registos relativos à calibração. F1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada? F2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? G) Registos relativos à verificação. G1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada? G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? H) Registos relativos à manutenção. H1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados? I) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor? I1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X		<p>Balança 2H A) 2H B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-03-05, certificado n.º CL-3869MS-18 emitido em 2018-03-12. Apto em 2018-03-27. Próxima calibração a 2019-03. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. F2) Sim. Impresso IQ.113.1-B - Validado em 2009-03-30. G) Verificado o impresso IQ.199.2A Verificação Interna de Balanças - Diário_Avaliação do dia 8 de março 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 A) 183 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20242MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 135</p>	
--	---	--	--	--

			<p>B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-05-17, certificado n.º CL-9309MS-18 emitido em 2018-05-17. Apto em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 76 B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem. F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20239MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10. F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3. 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 A) 75. B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamentos. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.36.2 Instrumentos de Pesagem.</p>	
--	--	--	--	--

X

	X		<p>F) Calibrada pelo EIA em 2018-10-12, certificado n.º CL-20238MS-18 emitido em 2018-10-12. Apto em 2018-10-15. Próxima calibração a 2019-10.</p> <p>F1) Sim, verificada a etiqueta IQ.146.3.</p> <p>F2) Não, a análise do certificado de calibração é feita no próprio certificado.</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) Equipamento limpo - OK.</p> <p>H1) NA.</p> <p>I) Sim.</p> <p>I1) Não</p>	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros (inclui equipamentos SPA):</p> <p>A) Equipamento utilizado.</p> <p>B) Existe etiqueta de identificação?</p> <p>C) O registo do equipamento está atualizado no impresso IQ.13 Ficha de registo do equipamento?</p> <p>D) É utilizado o equipamento adequado?</p> <p>E) Qual(is) o(s) procedimento(s) relativo(s) à utilização, calibração, verificação e manutenção?</p> <p>F) Registos relativos à utilização.</p> <p>G) Registos relativos à calibração.</p> <p>G1) Existe etiqueta relativa à calibração? Está atualizada?</p> <p>G2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>H) Registos relativos à verificação.</p> <p>H1) Existe etiqueta relativa à verificação? Está atualizada?</p> <p>H2) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>I) Registos relativos à manutenção.</p> <p>I1) Existem impressos com cálculos automáticos? Estão devidamente validados?</p> <p>J) As operações de utilização, calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o(s) procedimento(s) em vigor?</p> <p>J1) Algum procedimento necessita de ser atualizado?</p>	X	X	<p>Banho de ultrassons 33</p> <p>A) 33</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo de equipamentos.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização e manutenção: PEQ.05.3 Banhos.</p> <p>F) NA</p> <p>G) NA</p> <p>G1) NA</p> <p>G2) NA</p> <p>H) NA</p> <p>H1) NA</p> <p>H2) NA</p> <p>I) Verificado o impresso IQ.35.1</p> <p>Manutenção do equipamento - não foram evidenciados registos desde 2017-08.</p> <p>I1) NA</p> <p>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Eléctrodo 159AY</p> <p>A) 159AY</p> <p>B) Sim.</p> <p>Foi evidenciada no cabo do eléctrodo a etiqueta a identificar a data da primeira utilização e a rúbrica da analista, como definido no PEQ.12.5 Potenciómetro.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento.</p> <p>D) Sim.</p> <p>E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.12.5 Potenciómetro.</p> <p>F) NA</p> <p>G) Sonda de referência utilizada na verificação do eléctrodo 159AY: sonda 110I calibrada pelo EIA em 2018-05-23, certificado n.º CL-9897TP-18 emitido em</p>	1130/Q/Mar2019

			<p>2018-05-23. Apta em 2018-06-04. Próxima calibração a 2019-05. Calibração interna: calibração efetuada com as soluções tampão de 2,00, 4,00 e 7,00. Verificado o impresso IQ.268.1 Controlo do declive da reta de calibração - Potenciómetro e o impresso IQ.50.9A Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Registos atualizados. G1) NA. G2) Sim, impresso IQ.113.1D - validado em 2009-03-30. H) Este equipamento tem duas verificações associadas: - verificação da temperatura - IQ.260 e IQ.259 - equipamento verificado a $(20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ em 2019-03. Próxima verificação: 2020-03. - Verificação do pH - IQ.156.6 Verificação do potenciómetro FQ, MIA, AMB - registos atualizados. 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. H1) H2) Sim, o impresso IQ.156.6 validado em 2017-06-13. I) Equipamento limpo e reidratado - OK. I1) NA J) Sim. J1) Não.</p> <p>Potenciómetro 24E A) 24E B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo de equipamento. D) Sim. E) Utilização, calibração, verificação e manutenção: PEQ.12.5 Potenciómetro. 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>	1130/Q/Mar2019
--	--	--	---	----------------

			<p>Termohigrómetro 11AA</p> <p>A) 11AA B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: - 2019-03-08 (tarde): temperatura de 21,5°C e humidade 42%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11AA: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-14, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05. G1) NA. G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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 11J</p> <p>A) 11J B) Sim. C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-03-08 (manhã): temperatura de 17,6°C e humidade 57%. - 2019-03-08 (tarde): temperatura de 21,3°C e humidade 49%. G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em</p>	1130/Q/Mar2019
--	--	--	---	----------------

			<p>2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J) Sim.</p> <p>J1) Não.</p> <p>Termohigrómetro 11W</p> <p>A) 11W</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3. Ficha de registo 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: - 2019-03-08 (tarde): temperatura de 21,6°C e humidade 36%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</p> <p>G) Termohigrómetro de referência utilizado na verificação do termohigrómetro 11J: termohigrómetro 57 calibrado pelo EIA em 2018-05-15, certificado n.º CL-9308TP-18 emitido em 2018-05-15. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p>	
	X	X		1130/Q/Mar2019

				<p>Termohigrómetro 11X (Laboratório MIA)</p> <p>A) 11X</p> <p>B) Sim.</p> <p>C) Sim, verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo 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: - 2019-03-08 (tarde): temperatura de 21,9°C e humidade 37%. Os valores registados estão de acordo aos valores definidos no PEQ.15.2 Controlo da Temperatura e da Humidade.</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. Próxima calibração a 2019-05.</p> <p>G1) NA.</p> <p>G2) Sim. Impresso IQ.113.1-D - 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>J1) Não.</p>	1130/Q/Mar2019
--	--	--	--	--	----------------

<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>A) Eletrólito - Cloreto de potássio (F261)</p> <p>A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1.</p> <p>Lote 16337</p> <p>A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2017-11-24), data de validade (2021-12-31) e rúbrica da analista (Mónica Ferreira).</p> <p>A) Solução tampão pH 2,00 (F166)</p> <p>A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1.</p> <p>Lote: Q7F108227F</p> <p>A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-01-23), data de validade (2019-06) e rúbrica da analista (Isabel Novais).</p> <p>A) Solução tampão pH 4,00 (F4)</p> <p>A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1.</p> <p>Lote: Q7F030107G</p> <p>A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-02-21), data de validade (2019-07) e rúbrica da analista (Isabel Pontes).</p> <p>A) Solução tampão pH 7,00 (F5)</p> <p>A1.1.) Foi evidenciado o controlo no impresso IQ.197.1.</p> <p>Lote: Q8D103038E</p> <p>A1.2) Sim, verificado a data de abertura (2019-03-01), data de validade (2020-05) e rúbrica da analista (Isabel Novais).</p> <p>B) Não foi evidenciado o certificado de lote do eletrólito (F261), no entanto foi identificado o seu pedido no impresso IQ.139.0 Pedidos de certificado de lote em falta em 2018-03-19 - Foi enviado um email para o RS a questionar este certificado de lote.</p> <p>No dia 2018-03-16 o RS (Nuno) colocou o certificado de lote na respetiva pasta do reagente.</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	X	<p>A) Não. B) NA</p>	1131/Q/Mar2019
<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: 2019/0016196 – Preparado para pudim Amostra n.º: 2019/0015231 – Marmelada B) IQ.305.1 Determinação de pH. C) Amostra n.º. 16196 – Boletim analítico n.º 20108/EGI/19 Amostra n.º 15231 – Boletim analítico n.º 18682/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>	X		<p>A) NA B) Sim é garantida a rastreabilidade, como se verifica no IQ.305.1 Determinação de pH – FQ – 2019–02–22. C) Sim. Powdered beverage (pb) – PR082–NOV18. D) Sim a analista efetuou a análise de 16 amostras, tendo realizado o ensaio de duas destas amostras em duplicado.</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. Foi verificado no impresso IQ.106.0 Registo de resultados – ZETA que a analista registou corretamente o resultado do DPCS, 3,10. Este registo foi no próprio dia da realização do ensaio (2019–02–22). B) Sim, desvio padrão temporário de 1,36%, inferior ao definido no SOP 2%. C) Não foram evidenciadas não conformidades.</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. Os resultados foram: Amostra n.º: 15231 = 3,20 Amostra n.º: 16196 = 4,48 a 10%</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) NA A1) Sim. A analista foi sensibilizada para o definido no parágrafo 6.5.1. Expressão de resultados, onde refere na nota 4: " Para o caso de uma amostra com diluição, ou seja, que é necessário expressar a sua concentração no resultado, aquando do registo no sistema informático, a analista deverá utilizar, sempre, a vírgula." Foi constatado que a analista utilizou o ponto final para registar os resultados de amostras com diluição.</p> <p>B) Amostra n.º: 2019/15231 – Sim, o resultado encontra-se arredondado às centésimas e sem unidades, pois é um resultado adimensional. Amostra n.º: 2019/16196 – Sim, o resultado apresenta-se arredondado às centésimas e é indicada a concentração final.</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	X	<p>A1) Não foi evidenciada a existência do IQ.24 Plano de formação inicial. A2) Não foi evidenciada a existência do IQ.25 Descrição de funções. A3) Não foi evidenciada a existência da ficha de aptidão médica. A4) Não foi evidenciada a existência do certificado de habilitações. A5) OK – Atualizado em 2019-02-19. A6) Boas práticas laboratoriais – 2018-11-15; PCQ.04 Controlo da qualidade – 2018-11-22; PEQ.07 Material volumétrico de vidro, PEQ.49 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos – 2018-12-13. A7) Não foi evidenciada a existência do IQ.59 Acordo de confidencialidade e normas éticas. A8) Não foi evidenciada a existência do IQ.88 Tomada de conhecimento de documentos – Novos colaboradores. A9) OK B) Sim verificado no IQ.255.2 – Competência atribuída em 2019-02-15.</p>	1132/Q/Mar2019
<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) NA, a analista adquiriu competências em 2019-02.</p>	

