

DESAFIOS E PERSPECTIVAS DA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS FACE À ATUAL DEMANDA ANALÍTICA METROLÓGICA – PERFIL E ATIVIDADES DO COMITÊ TÉCNICO DE QUÍMICA DE ALIMENTOS DA REMESP

M. R. C. Alves¹, Y. Boza¹, V. T. D'Almeida², A. F. M. Farias², E. B. V. Gonçalves³, E. T. G. Marasca¹, V. S. Nunes Da Silva¹, M. Â. F. Pérez¹, C. R. Salgueiro², A. L. M. Silva¹ y G. B. Souza⁴

¹ Instituto de Tecnologia de Alimentos, ITAL – Secretaria da Agricultura e Abastecimento do Governo do Estado de São Paulo. Av. Brasil, 2880. 13070-178 Campinas, SP, Brazil.

² MICROBIAL. Rua Santa Adélia, 123. 13073-019 Campinas, SP, Brazil.

³ EMBRAPA. Agroindústria de Alimentos. Av. das Americas, 29501. 23020-470 Rio de Janeiro, Brazil.

⁴ EMBRAPA. Pecuária Sudeste. C.P. 339. 13560-970 São Carlos, SP, Brazil.

ÁREA TEMÁTICA. REQUISITOS DE GESTIÓN

RESUMO. O Comitê Técnico de Química de Alimentos (CTQA) da Rede Metrológica do Estado de São Paulo (REMESP), Brasil, formado por uma equipe multidisciplinar, visa contribuir para que os laboratórios que executam análise de alimentos apresentem resultados de melhor qualidade, ou seja, de maior confiança e credibilidade. Com enfoque no tratamento na exatidão e precisão dos resultados analíticos, o grupo estabeleceu como atividades: - a análise de procedimentos operacionais, - discussão de métodos e validação analítica; organização de testes de proficiência para os laboratórios com o propósito de comparação de desempenho de diferentes métodos analíticos e produção de material de referência para uso no controle interno de qualidade. Assim, o trabalho atual do Comitê tem sido análise e discussão de guias e normas existentes na área de alimentos, através de apresentações e discussões técnicas. Foram realizadas oito reuniões e seis workshops. Adicionalmente, realizou-se um treinamento especial para o grupo sobre validação intralaboratorial de métodos analíticos e validação de métodos analíticos por ensaios interlaboratoriais.

PALAVRAS CHAVE. Gestão da qualidade, Validação de ensaios químicos, Alimentos, REMESP.

interface em metrologia" (<www.remesp.org.br>). Embora a existência de informações sobre o tema "qualidade" em revistas como Journal of Association of Official Analytical Chemists (AOAC) e Accreditation and Quality Assurance, entende-se que há necessidade de textos qualificados na área de Qualidade de Alimentos, desde guias até discussões detalhadas de problemas encontrados na rotina de trabalho. Visando preencher esta lacuna, formou-se um grupo (25 profissionais) para atuar neste sentido, com os objetivos de promover a integração entre o setor produtivo, órgãos oficiais regulamentadores, institutos de pesquisa, área acadêmica e outras instituições afins, por meio de discussões relacionadas à química de alimentos, e elaborar documentos, com base nos conhecimentos técnico-científicos disponíveis, que atendam demandas da sociedade.

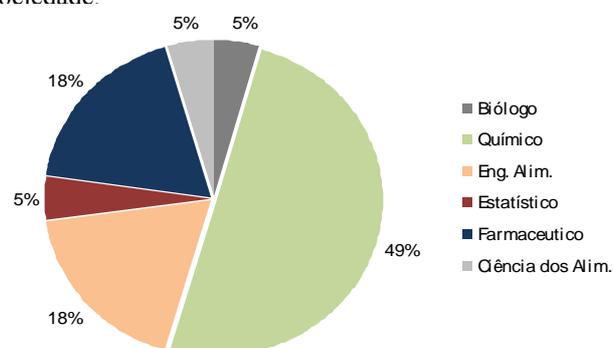


Fig. 1. Formação dos integrantes.

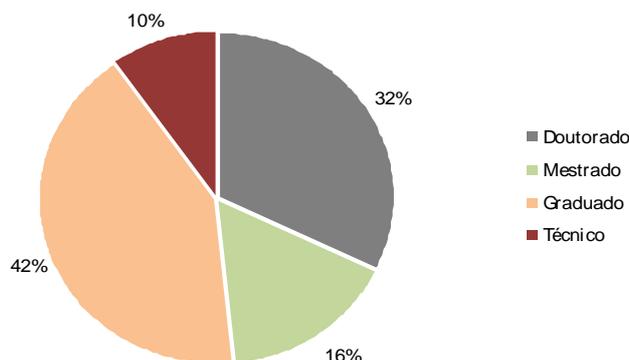


Fig. 2. Titulação dos integrantes.

1.- Introdução

Diante de um consumidor mais criterioso, com o desenvolvimento do agronegócio do País e a globalização da economia, os profissionais da área de alimentos têm sido submetidos a sucessivos desafios. Esses profissionais, mais especificamente em laboratórios de análise de alimentos, de instituições públicas e privadas do Estado de São Paulo, em contato com a REMESP, vinham sentindo necessidade de um trabalho voltado para laboratórios de ensaios em Qualidade de Alimentos. A Rede Metrológica do Estado de São Paulo é uma associação, cuja missão é "Promover a cultura metrológica, o desenvolvimento da competência dos laboratórios, a demanda de serviços metrológicos e o relacionamento dos associados junto as instituições com

2.- Materiais e métodos

2.1 Perfil do grupo

Esse grupo se caracteriza por certa heterogeneidade de formação e de atuação, que foi considerada necessária e adequada, apesar de ter se constituído de forma aleatória. Assim, o Comitê Técnico de Química de Alimentos (CTQA) da REMESP é composto por químicos, engenheiros de alimentos, farmacêuticos, estatístico, biólogo e bacharel em ciência de alimentos. A formação e titulação dos integrantes do grupo estão apresentadas nas Figuras 01 e 02, respectivamente.

2.2 Atividades

A necessidade de demonstrar a qualidade de medições químicas, através de sua comparabilidade, rastreabilidade e confiabilidade, está sendo cada vez mais reconhecida e exigida. Dados analíticos não confiáveis podem comprometer conclusões de estudos e conduzir a decisões desastrosas e a prejuízos financeiros irreparáveis. A implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade ISO 9001 e a acreditação ISO/IEC 17025 dos ensaios nos laboratórios de análises de alimentos podem auxiliar a identificação e o controle de fatores que geram erros nos ensaios e, portanto, melhorar a qualidade dos resultados (Olivares, 2009).

Visando garantir a confiabilidade de resultados analíticos gerados pelos laboratórios de química de alimentos e correlatos e, portanto o uso desses resultados para o propósito planejado, o laboratório deve apresentar uma sistemática de controle de qualidade interno e obter informações externas aos laboratórios sobre os ensaios que realizam bem como expressar os resultados com as respectivas incertezas de medição.

Nesse contexto, os integrantes do Comitê elegeram os seguintes temas como foco de discussão – Incerteza de Medição, Validação de Métodos, Sistemas de Gestão, Controle de Qualidade, Material de Referência e Ensaio de Proficiência. Os referidos temas estão sendo discutidos com base nos seguintes documentos: Guia RE 899, INMETRO/DOQ-CGCRE-008, SANCO/10684/2009 e Instrução Normativa MAPA nº 24.

Assim, o trabalho atual do Comitê tem sido a análise e discussão de guias e normas existentes na área de alimentos através de apresentações e discussões, Foram realizadas oito reuniões e seis workshops. Realizou-se um treinamento especial voltado para o grupo sobre validação intralaboratorial de métodos analíticos e validação de métodos analíticos por meio de ensaios interlaboratoriais.

3.- Resultados e discussão

3.1 Incerteza de medição

Na prática, a incerteza de um resultado pode ser proveniente de muitas fontes, tais como: amostragem,

efeitos de matriz e interferentes, condições ambientais, além de incertezas de massas, de volume e de equipamentos, do método analítico (medições físicas e combinação destas, processos de extração e/ou derivação do composto de interesse, de aproximações), e outras variações aleatórias. A incerteza de um resultado pode ser expressa na forma de incerteza expandida, quer seja, na forma de um intervalo, que abrange uma distribuição de valores que podem ser atribuídos ao mensurando (Cruz et al., 2010).

Essa incerteza pode ser determinante na aprovação de um produto e/ou processo; e a aprovação errônea de um lote, sem dúvida, pode ter implicações econômicas, legais e sociais, como de segurança alimentar. Para calcular a incerteza do processo de medição deve-se fazer uma análise sobre os fatores que impactam nos resultados para cada método em cada matriz, como mencionado acima. Para o cálculo de incerteza são recomendados guias orientativos como EURACHEM/CITAC (2000), Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 2003), e outros. Para a manutenção da confiabilidade de um ensaio é necessário o monitoramento contínuo das características de exatidão e precisão obtidas no laboratório, quer seja através do emprego de materiais para controles de qualidade interno e externo, uso de material de referência e validação/revalidação de métodos.

3.2 Validação de métodos

A validação de um método analítico visa garantir, através de estudos experimentais que este possui os requisitos necessários para seu uso, atendendo as exigências das aplicações analíticas, assegurando a confiabilidade dos resultados (EURACHEM,1998). O termo validação está relacionado a provar validade. Porém, validade não se prova, então o que se realiza é testar o método em condições que poderiam alterar seus resultados, realizando experimentos especialmente delineados com este fim e, em seguida, procedendo-se a análise estatística planejada juntamente com o delineamento experimental.

Assim, um laboratório deverá validar um método quando: não normalizado, criado ou desenvolvido pelo próprio laboratório ou método normalizado usado fora do escopo para o qual foi concebido.

Toda a validação de um método, desde seu planejamento, experimentos resultados obtidos, reagentes utilizados sua pureza, fabricante, validade, analistas, datas, etc. devem ser documentados e registrados de forma a possibilitar a rastreabilidade de todo o processo. Documentos que registrem etapas da validação são necessárias também para fins de avaliação técnica por auditores e podem ser exigidas por razões contratuais ou organismos regulamentadores. Após o cumprimento de todas as etapas do processo de validação, é importante elaborar o procedimento operacional do método de forma que possa ser implementado de maneira clara e sem ambigüidades (INMETRO, 2010).

3.3 Controle de qualidade dos resultados analíticos

Um dos objetivos do controle de qualidade de um laboratório é avaliar seu desempenho analítico através do monitoramento das fontes potenciais de erros sistemáticos e aleatórios que possam influenciar as características de exatidão e precisão de cada ensaio.

Neste contexto, um programa de controle de qualidade interna deve manter:

- realização de repetições de análises,
- uso de reagentes certificados/rastreável;
- utilização de materiais de referência – certificados ou outros -, para testar procedimentos analíticos e reagentes;
- programas para calibração e verificação de desempenho dos equipamentos, como balanças, pHômetro, pipetadores, além de um programa de treinamento contínuo dos analistas e verificação de seu desempenho.

3.4 Sistemas de Gestão

Um Sistema de Gestão da Qualidade (SGQ) deve apresentar características específicas para cada laboratório, uma vez que é elaborado em função das atividades que o laboratório desempenha, das análises que realiza e das exigências legais e normativas que deve atender.

O Sistema de Gestão da Qualidade ISO 9001, o mais disseminado, é uma das ferramentas usadas para gerenciar todos os itens que podem afetar o bom desempenho das atividades do laboratório. O gerenciamento é realizado com a elaboração de procedimentos documentados como: declarações documentadas da política da qualidade, dos objetivos da qualidade; manual da qualidade; registros requeridos pela norma e, finalmente, registros determinados pela organização como necessários para assegurar o planejamento, operação e controle eficaz dos processos, como registros de validação, de análise crítica, de ações corretivas, de treinamentos, etc.

3.5 Material de Referência

Uma das necessidades do controle da qualidade dos ensaios é o uso de materiais de referência (MR). MR, acompanhado por um certificado é denominado MR certificado (MRC), apresenta um ou mais valores de analitos, é assinado e elaborado para manter rastreabilidade em relação à obtenção exata da unidade na qual o valor da propriedade é expresso, e apresenta cada valor acompanhado por sua incerteza para um nível de confiança (margem de erro) estabelecido (VIM, 2009).

Cabe salientar que, embora para a garantia da qualidade de resultados de ensaios e calibração o uso regular de materiais de referência seja sugerido, há dificuldade de encontrar o material apropriado, necessidade de importação e da adequação à burocracia pertinente, os preços são altos, os MR's são de difícil obtenção, estão disponíveis em pequena variedade, etc. Existem bases internacionais de dados sobre materiais de referência certificados como o COMAR (Code d'Indexation des Matériaux de Référence), que pode ser consultado no endereço: <www.comar.bam.de>.

O serviço de certificação de Material de Referência é de grande interesse para profissionais de laboratórios de análise como os do CTQA, uma vez que, estes materiais são empregados para calibrar instrumentos, atribuem valores às propriedades físico-químicas de materiais, para validar métodos de medição e ajudam a garantir a qualidade de processos analíticos.

3.6 Ensaio de Proficiência

Uma prática importante para avaliar e aprimorar a qualidade dos resultados de um laboratório é a avaliação por terceira parte, realizada através da participação em programas de Ensaio de Proficiência (EP). A participação nestes ensaios é um requisito obrigatório da NBR ISO/IEC 17025 para acreditação ou manutenção de um determinado ensaio junto aos órgãos reguladores nacionais e internacionais na área de metrologia (ABNT, 2005; Lawn, 1997). Estes programas têm por finalidade demonstrar o desempenho do laboratório na realização dos ensaios para os quais pretende ser acreditado ou manter acreditação. A participação em EP é uma atividade essencial, uma vez que, fornece informações para que o laboratório possa detectar resultados de baixa qualidade e aplicar ações corretivas ou preventivas, alcançando um nível de desempenho desejável (Gonçalves et al., 2007).

A estrutura organizacional de Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos emprega procedimentos operacionais baseados nas normas ABNT ISO/IEC Guia 43 e no Protocolo Internacional Harmonizado para Ensaio de Proficiência em Laboratórios Analíticos (Thompson et al, 2006).

4.- Conclusões

A melhoria contínua das medições analíticas é fundamental na adequação de produtos e de processos, conseqüentemente fator de impacto para a sustentabilidade econômica da atividade industrial. A implementação dos sistemas de gestão (ISO 9001 e a acreditação ISO/IEC 17025) nos laboratórios de análises de alimentos podem minimizar as possíveis fontes de erros na realização de ensaios e, portanto aumentar a confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados. Neste contexto, o perfil e atividades do Comitê Técnico de Química de Alimentos, permitirá discussão técnica aprofundada e concreta abrangendo, assim os vários segmentos da área de alimentos.

Bibliografia

- ASSOCIAÇÃO Brasileira de Normas Técnicas, International Organization for Standardization. ABNT NBR ISO 9001. Segunda edição 28.11.2008 Válida a partir de 28.12.2008. *Requisitos - Sistemas de gestão da qualidade — NBR / ISO 9001 – 2008.*
- ASSOCIAÇÃO Brasileira de Normas Técnicas, International Organization FOR Standardization; INTERNATIONAL ELETROTECHNICAL COMMISSION. ABNT NBR / ISO / IEC 17025:

- 2005 - *Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração*. Rio de Janeiro, 2005. 28 p.
- ASSOCIAÇÃO Brasileira de Normas Técnicas/Inmetro. Associação Brasileira de Normas Técnicas – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. *Guia para a Expressão da Incerteza de Medição*, 3ª ed., Rio de Janeiro, 2003.
- ASSOCIAÇÃO Brasileira de Normas Técnicas. ABNT ISO/IEC GUIA 43- *Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais*. Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência. Rio de Janeiro, 1999.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n. 24, de 14 de julho de 2009. Anexo II, *Guia para validação de métodos analíticos e controle de qualidade interna das análises de monitoramento do Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes – PNCRC Animal*. Disponível em: <<http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegisla.do>> Acesso em: 20. Ago. 2009.
- COMMISSION Decision. EC 657: 2002 - *Implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results*. S.L.P: Official Journal of the European Communities, 2002. p. 8-36. Disponível em: <http://eur-lex.europa.eu/RECH_natu.do> Acesso em: 20.ago. 2009.
- EURACHEM. *The fitness for purpose of analytical methods*, A laboratory guide to method validation and related topics. Teddington: EURACHEM, 1998. 61 p.
- CRUZ, M. H. C., Rodrigues, J. M.; Couto, P.R. G.; Cunha, V. S.; Bremser, W. *Estimativa da incerteza de medição em análise cromatográfica: abordagem sobre a quantificação de carbamato de etila em cachaça*. Química Nova, v. 33, p. 1578-1584, 2010.
- EURACHEM/CITAC. *Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. Second Edition. April 2000
- GONÇALVES, E.B., Alves, A.P.G. *Análise Sequencial na Evidência de Competência de Laboratórios de Análises por Ensaio de Proficiência*. Brazilian Journal of Food Technology, v. 10, n. 3, p. 194-197, 2007.
- INSTITUTO Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, INMETRO. DOQ-CGCRE-008: 2007 - *Orientação sobre validação de métodos de ensaios químicos*. rev. 2, Rio de Janeiro: INMETRO, 2007. 25 p.
- INSTITUTO Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, INMETRO. DOQ-CGCRE-008: 2010 - *Orientação sobre validação de métodos analíticos*. rev. 3, Rio de Janeiro: INMETRO, 2010. 20 p.
- LAWN, R.E.; THOMPSON, M.; WALKER, R.F.; Proficiency Testing in Analytical Chemistry. The Royal Society of Chemistry, 1997, p110.
- OLIVARES, I. R. B.. *Gestão de Qualidade em Laboratórios*. 2. ed. Campinas: Átomo e Alínea, 2009. 146 p.
- SANCO. Document N° SANCO/2007/3131. *Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed*. Bruxelas: EC, 2007. 35 p. Disponível em: <http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/qualcontrol_en.pdf> Acesso em: 20.ago. 2009.
- SANCO. Document N° 10684/2009 - União Européia “*Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed*”.
- THOMPSON, M.; ELLISON, S.L.R.; WOOD, R.; *The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories*. Pure Appl. Chem., v.78, n.1, p.145–196, 2006.
- Vocabulário Internacional de Metrologia. VIM – GUIA ISO/IEC 99:2007 - *Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia*. 2009.