

Organização e Procedimentos Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos – RCA/CGAL




MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO

Brasília
2011

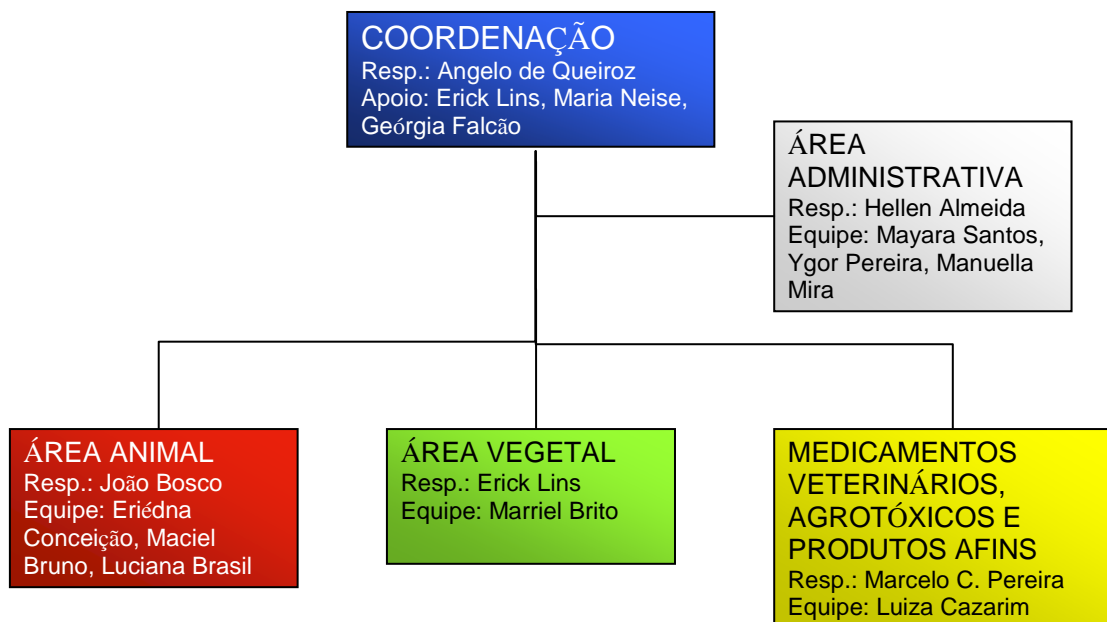



Organização, Estrutura e Competências



	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL n° 03	
		Página 01 de 01	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ORGANIZAÇÃO DA ÁREA DERESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS - 2011			

RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS 2011



	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 01 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
COORDENAÇÃO RCA			

COORDENAÇÃO RCA

Responsável: Angelo de Queiroz

Equipe: Erick Lins, Maria Neise, Geórgia Falcão

O responsável deve:

- ✓ Definir estrategicamente os rumos da Área
- ✓ Participar/Elaborar o planejamento estratégico da CGAL
- ✓ Alinhar os processos da área aos objetivos do plano estratégico
- ✓ Fomentar cooperações técnicas
- ✓ Liderar projetos
- ✓ Prover recursos e condições para execução das atividades dos responsáveis de áreas
- ✓ Interfacear as ações da Área com as determinações e demandas da Coordenação-Geral e da SDA
- ✓ Prospectar oportunidades e antecipar riscos e emergências

Atividades relacionadas

1. Gestão de Áreas

Analisar a solicitação de crédito

Manter os “Macro-Processos”

Manter planilhas de despesas

Participar do Planejamento Estratégico da CGAL

Elaborar e manter o Plano Estratégico da Área

2. Novas Demandas

Antever demandas futuras

3. Missões Internacionais

Elaborar propostas dos questionamentos das Missões

Acompanhar as Missões

Elaborar os Planos de Ação após Missão

Acompanhar o cumprimento dos Planos de Ação

4. Distribuição de Atividades

Distribuir as atividades entre os técnicos

5. Compras RES / CGAL

Elaborar TR's para compras

6. Bolsistas

Analisar os Planos de Trabalho dos candidatos a bolsistas

Implementação da bolsa


Acompanhamento dos Planos de Trabalho

7. Projetos

Acompanhar o Projeto “ALA-BRA”

Acompanhar o Projeto “MCT-REDE-RCA”

Acompanhar o Projeto “CNPq” – 75 bolsas

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 02 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
COORDENAÇÃO RCA			

Acompanhar o Projeto “CNPq” – 60 bolsas
 Acompanhar o Projeto “SIBRATEC”
 Acompanhar o Projeto “ACREDITAÇÃO – ISO”
 Acompanhar o Projeto "Caça-Fantasmas"
 Participar da Implantação do “LIMS”
 Participar da Construção do SISLAB/SIGLA

8. Divulgação


Publicar artigos
 Divulgar as ações institucionais

9. Outros

Repassar para a Área Administrativa as atividades para o relatório semanal

Angelo de Queiroz Mauricio

Responsável pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - CGAL/SDA

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 01 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01

ÁREA VEGETAL

ÁREA VEGETAL

Responsável: Erick Lins

Apoio: Marriel Brito

O responsável deve:

- ✓ **Gerir a rotina do PNCRC Vegetal**
- ✓ **Propor soluções e caminhos para estruturação da rede de laboratórios de sua alçada**
- ✓ **Propor soluções e caminhos para atendimento às demandas advindas da CCRC e de outros departamentos (programas especiais)**
- ✓ **Acompanhar/conduzir os projetos afetos à sua área**
- ✓ **Responder pela execução das tarefas afetas à sua equipe**

Atividades relacionadas

1. Funcionamento da Rede Nacional de Laboratórios

Analisar Processos de credenciamentos/ extensão de escopo

Estabelecer equipes auditoras conforme escopo e acompanhar cronograma de execução das auditorias

Elaborar Documentos e Exarar pareceres técnicos

Participar da Comissão Técnica CGAL

Elaborar POP's

Manter o cadastro de escopo

Auxiliar na análise de processos de outras áreas

Atualizar o cadastro dos Lanagro's

Acompanhar processos de monitoramento e resolução de NCs

2. Rotina PNCRC

Verificar encaminhamentos de resultados nos prazos

Monitorar o cumprimento da rotina do PNCRC

Consolidar dados de realização de análises do PNCRC com as planilhas

Consolidar dados de violações detectadas e informadas

3. Missões Internacionais

Elaborar propostas dos questionamentos das Missões

Acompanhar as Missões

Elaboração os Planos de Ação após Missão

Acompanhar o cumprimento dos Planos de Ação

4. Análise Técnica

Responder e-mail's

Analisar / responder as consultas técnicas


5. Sistema Informatizado

Participar da construção do SIGLA-Módulo vegetal

6. Normas Técnicas

Avaliar Normas Técnicas

Elaborar/Revisar Normas Técnicas

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 02 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ÁREA VEGETAL			

Elaborar/Revisar Manuais
 Elaborar/Revisar Guias
 Elaborar/Revisar POP's

7. Ensaio de Proficiência

Elaborar agenda dos Ensaio de Proficiência (EP's)
 Indicar / Monitorar a participação dos Lanagros e credenciados em EPs
 Solicitar autorização para importação, quando necessário
 Follow up da reunião sobre importação
 Estruturar o Programa Interlaboratorial (PI)

8. Planilhas de Validação

Acompanhar / atualizar as planilhas de validação

9. CODEX


Participar de reuniões e eventos do CODEX (CCCF/ CCPL / RVBR / CCMAS / GTAMR)

10. Outros

Repassar para a Área Administrativa as atividades para o relatório semanal

Erick Soares Lins
 Responsável pela Área Vegetal - RCA/CGAL/SDA

Angelo de Queiroz Mauricio
 Responsável pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - CGAL/SDA

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 01 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ÁREA ANIMAL			

ÁREA ANIMAL

Responsável: João Bosco
 Equipe: Eriedna Conceição, Maciel Bruno, Luciana Brasil

O responsável deve:

- ✓ Gerir a rotina do PNCRC Animal
- ✓ Propor soluções e caminhos para estruturação da rede de laboratórios de sua alçada
- ✓ Propor soluções e caminhos para atendimento às demandas advindas da CCRC e de outros departamentos (programas especiais)
- ✓ Acompanhar/conduzir os projetos afetos à sua área
- ✓ Responder pela execução das tarefas afetas à sua equipe

Atividades relacionadas

1. Funcionamento da Rede Nacional de Laboratórios

Analisar Processos de credenciamentos/ extensão de escopo

Estabelecer equipes auditoras conforme escopo e acompanhar cronograma de execução das auditorias

Elaborar Documentos e Exarar pareceres técnicos

Elaborar POP's

Manter o cadastro de escopo

Auxiliar na análise de processos de outras áreas

Atualizar o cadastro dos Lanagro's

Acompanhar processos de monitoramento e resolução de NCs

2. Missões Internacionais

Elaborar propostas dos questionamentos das Missões

Acompanhar as Missões

Elaboração os Planos de Ação após Missão

Acompanhar o cumprimento dos Planos de Ação

3. Rotina PNCRC

Analisar os Processos de potenciais não conformidades

Monitorar o cumprimento da rotina do PNCRC

Acompanhar o sorteio das amostras

Comunicar violação/ IN de resultados das amostras

Gerar relatórios no DISCOVER

Fazer a comparação – análises sorteados/previstas

Acompanhar rotina do SISRES

Fazer relatórios no SISRES

Consolidar dados dos TRAs


Consolidar dados de violações detectadas e informadas

Verificar parâmetros do sorteio realizado pela CCRC, enquanto for necessário

4. Análise Técnica

Responder e-mail's

Analisar / responder as consultas técnicas

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 02 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ÁREA ANIMAL			

5. Normas Técnicas

Avaliar Normas Técnicas
 Elaborar/Revisar Normas Técnicas
 Elaborar/Revisar Manuais
 Elaborar/Revisar Guias
 Elaborar/Revisar POP's

6. Ensaio de Proficiência

Elaborar agenda dos Ensaio de Proficiência (EP's)
 Indicar / Monitorar a participação dos Lanagros e credenciados em EPs
 Solicitar autorização para importação, quando necessário
 Follow up da reunião sobre importação
 Estruturar o Programa Interlaboratorial (PI)

7. Planilhas de Validação

Acompanhar / atualizar as planilhas de validação

8. SINAP

Cadastrar as informações no SINAP

9. CODEX


Participar de reuniões e eventos do CODEX (CCCF/ CCPL / RVBR / CCMAS / GTAMR)

10. Outros

Repassar para a Área Administrativa as atividades para o relatório semanal

João Bosco Marques da Cunha
 Responsável pela Área Animal - RCA/CGAL/SDA

Angelo de Queiroz Mauricio
 Responsável pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - CGAL/SDA

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO	POP/RCA/CGAL nº 03	
	SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA	Página 01 de 01	
	COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	Data: 29/08/2011	Versão 01
MEDICAMENTOS VETERINÁRIOS, AGROTÓXICOS E PRODUTOS AFINS			

MEDICAMENTOS VETERINÁRIOS, AGROTÓXICOS E PRODUTOS AFINS

Responsável: Marcelo C. Pereira

Equipe: Luiza Cazarim

O responsável deve:

- ✓ **Propor soluções e caminhos para estruturação da rede de laboratórios de sua alçada**
- ✓ **Propor soluções e caminhos para atendimento às demandas advindas da CCRC e de outros departamentos (programas especiais)**
- ✓ **Acompanhar/conduzir os projetos afetos à sua área**
- ✓ **Responder pela execução das tarefas afetas à sua equipe**

Atividades relacionadas

1. Normas Técnicas

Avaliar Normas Técnicas

Elaborar/Revisar Normas Técnicas

Elaborar/Revisar Manuais

Elaborar/Revisar Guias

Elaborar/Revisar POP's

2. Análise Técnica

Responder e-mail's

Analisar / responder as consultas técnicas

3. Planilhas de Validação

Acompanhar / atualizar as planilhas de validação

4. CODEX

Participar de reuniões e eventos do CODEX (CCCF/ CCPL / RVBR / CCMAS / GTAMR)

5. Outros


Repassar para a Área Administrativa as atividades para o relatório semanal

Marcelo Cláudio Pereira

Responsável pela Área de Medicamentos Veterinários, Agrotóxicos e Produtos Afins - RCA/CGAL/SDA

Angelo de Queiroz Mauricio

Responsável pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - CGAL/SDA

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 01 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ÁREA ADMINISTRATIVA			

ÁREA ADMINISTRATIVA

Responsável: Hellen Almeida

Equipe: Mayara Santos, Ygor Pereira, Manuella Mira

O responsável deve:

- ✓ **Buscar atender as necessidades das áreas técnicas de maneira efetiva, eficiente e eficaz**
- ✓ **Gerir a área administrativa buscando melhoria contínua e eficiência da área**
- ✓ **Responder pela execução das atividades de sua equipe de apoio**

Atividades administrativas relacionadas

1. Documentos

Controlar entrada/saída de documentos e processos
 Distribuir documentos
 Arquivar documentos
 Manter arquivo de documentos
 Elaborar e manter procedimentos para as tarefas braçais (quando necessário)
 Tirar Cópias
 Digitalizar docs
 Buscar/Levar material na gráfica
 Digitar documentos das áreas técnicas quando necessário
 Inserir dados em planilhas das áreas técnicas quando necessário
 Elaborar ordens de serviço
 Abrir pastas “A-Z”
 Paginar os processos
 Abrir/ fechar volumes dos processos
 Manter controle da numeração dos documentos
 Encaminhar documentos para tradução

2. Agenda


Manter agenda
 Elaborar relatórios semanais para a Coordenação-Geral

3. Eventos e Reuniões

Organizar Eventos
 Identificar os Eventos Técnicos
 Estabelecer contatos para a realização dos Eventos
 Participar de reuniões técnicas / administrativas

4. Outros

Autorizar saída de equipamentos
 Cuidar do Material de divulgação da área
 Manter almoxarifado da sala

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 02 de 02	
		Data: 29/08/2011	Versão 01
ÁREA ADMINISTRATIVA			

5. Outras Tarefas braçais

- Atender telefones
- Realizar chamadas telefônicas
- Passar FAX
- Limpar telefones
- Providenciar material de escritório


Hellen Almeida
 Responsável pela Área Administrativa - RCA/CGAL/SDA

Angelo de Queiroz Mauricio
 Responsável pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - CGAL/SDA

2

Procedimentos Operacionais



	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 01 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

**PROC/RCA/CGAL Nº 01 - PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE
PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO**

Elaborado	Aprovado	
	Serviço de Auditoria e Credenciamento	Resíduos e Contaminantes em Alimentos
Dario Abbud Righi Marcelo Pereira	Ernesto do Nascimento Viegas	Ângelo Queiroz Mauricio



MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO
SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA
COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL
RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS

PROC/RCA/CGAL nº 01


Página 02 de 011

Data: 27/03/2009

Versão 00

PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO

VERSÃO	DATA	HISTÓRICO
00	27/03/2009	Análise para aprovação
01	06/04/2009	Aprovação final do documento

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 03 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

1. OBJETIVO:

Definir os procedimentos a serem utilizados pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA/CGAL) para avaliação de Processos de credenciamentos de laboratórios analíticos junto ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA de forma a integrarem a Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários

2. ÁREAS DA CGAL ENVOLVIDAS:


Serviço de Auditoria e Credenciamento (SAC) e Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RAC)

3. APLICAÇÕES

Este POP constitui uma normativa para a Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RAC) devendo ser seguido pelos seus técnicos para a avaliação e encaminhamento de Processos de credenciamentos de laboratórios analíticos, visando atender os requisitos da Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007 e PROC SAC/CGAL N° 1.

Para aplicação deste POP é recomendado consultar os seguintes documentos:

- ✓ PROC SAC/CGAL N° 1;
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 2;
- ✓ Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007, publicada no D.O.U. de 17/01/2007;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 04 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

- ✓ Requisitos e Critérios Específicos para a Organização e Funcionamento dos Laboratórios de Análises de Resíduos e Contaminantes em Alimentos Integrantes da Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários;
- ✓ Guia para validação de métodos analíticos e controle de qualidade interna das análises de monitoramento do plano nacional de resíduos e contaminantes – PNCR (Guia de validação).

4. RESPONSABILIDADES

A responsabilidade pela revisão do conteúdo deste procedimento é da RCA/CGAL.

A revisão deste procedimento será feita a cada doze meses ou quando se fizer necessário.


5. DEFINIÇÕES

As definições adotadas estão nas seguintes documentos:

- ✓ Instrução Normativa MAPA nº 01, de 16/01/2007, publicada no DOU nº 17/01/2007.
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 1
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 2

6. SIGLAS

- ✓ CRC: Coordenação de Resíduos e Contaminantes;
- ✓ CGAL: Coordenação Geral de Apoio Laboratorial;
- ✓ CT: Comissão Técnica da CGAL;
- ✓ Form. SAC/CGAL: Formulário para registros do SAC/CGAL;
- ✓ MAPA: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 05 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

- ✓ PNCRC: Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes;
- ✓ Proc. SAC/CGAL: Procedimento do SAC/CGAL;
- ✓ RCA: Resíduos e Contaminantes em Alimento;
- ✓ RDP: Relatório de Análise dos Documentos do Processo;
- ✓ SAC: Serviço de Auditoria e Credenciamento da CGAL;
- ✓ SDA: Secretaria de Defesa Agropecuária;
- ✓ SESD: Sistema de Entrada e Saída de documentos.

7. PROCEDIMENTO

Por se tratar de um procedimento interno da Área RCA, este documento não abordará em detalhes todos os procedimentos do Processo de credenciamento de laboratórios. Entretanto, abordaremos em detalhes todos os Processos, os quais a RCA esta envolvida. Neste contexto, para melhor visualização da RCA dentro do Processo, encontra-se no Anexo I, um fluxograma geral de todas as etapas do Processo de credenciamento.


7.1. Entrada do Processo no RCA encaminhado via SAC (número 1 do fluxograma constante do Anexo I)

Quando da entrada no RCA, via despacho do SAC, os envolvidos devem tomar as seguintes ações seqüencialmente:

7.1.1 - Chefe da Área:

7.1.1.1 Verificar se o Processo foi devidamente cadastrado no Sistema informatizado – Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.1.1.1 - Caso afirmativo – Encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 06 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

7.1.1.1.2 - Caso negativo – Cadastrar o Processo e encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.2 - Técnico:


7.1.2.1 – Confirmar se o analito e a matriz são do interesse do PNCR, bem como os limites estabelecidos (LMR e LMDR), baseado na Instrução Normativa que a CCRC atualiza anualmente e/ou em uma consulta, via memorando ou e-mail, se ambos (analito e matriz) serão de interesse do PNCRC, no ano subsequente;

7.1.2.2 - Realizar a Análise documental baseado na **Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007**; e emitir o relatório de análise dos documentos do Processo (RDP) utilizando o modelo constante no **Form. SAC/CGAL nº 05**;

7.1.2.3 – Verificar se o laboratório é acreditado pelo organismo nacional de acreditação segundo a norma NBR ISO/IEC 17025.

7.1.2.4 – Verificar se o laboratório participa de testes de proficiência e comparações inter-laboratoriais organizadas por provedores competentes, para os ensaios objeto do credenciamento pleiteado e conforme a disponibilidade dos provedores.

7.1.2.5 - Realizar a análise do relatório de validação da metodologia analítica, baseado no **Guia de validação**, caso a substância e matriz sejam de interesse do Plano Nacional de Controle de Resíduos estabelecido pela Coordenação de Controle de Resíduos e Contaminantes;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 07 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

7.1.2.6 - Emissão de parecer técnico conforme o **Form. SAC/CGAL nº 13**;

7.1.2.7 – Fazer uma minuta de memorando endereçada ao Chefe do SAC, em nome do chefe da Área. Utilizar o número de memorando que se encontra na pasta pública - \\ibm33406\Controle de Processos - Resíduos e Contaminantes;

7.1.2.8 - Encaminhar o Processo com os documentos (Form. SAC/CGAL nº 05 e Form. SAC/CGAL nº 13 e a minuta de memorando) devidamente preenchidos para o Chefe da Área;

7.1.2.9 - Alimentar o Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.3 - Chefe da Área:

7.1.3.1 – Analisar o parecer técnico;

7.1.3.2 – Em caso de concordância com o parecer técnico – assinar e providenciar o envio do memorando;


7.1.3.3 - Em caso de discordância com o parecer técnico – emitir um parecer justificando o fato (anexar ao Processo) e fazer um novo memorando;

7.1.3.4 – Providenciar o arquivamento das cópias dos memorandos emitidos;

7.1.3.5 – Providenciar o devido encaminhamento do Processo para o SAC e alimentar o SESD.

Quando do retorno do Processo com a resposta das exigências para a RCA, via despacho do SAC, os envolvidos devem tomar as seguintes ações seqüencialmente:

7.1.4 - Chefe da Área:

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 08 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

7.1.4.1 - Verificar se o Processo foi devidamente cadastrado no Sistema informatizado – Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.4.1.1 - Caso afirmativo – Encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.4.1.2 - Caso negativo – Cadastrar o Processo e encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.4.2 - Técnico:

7.1.4.1 – Realizar a análise da documentação enviada (resposta da exigência);

7.1.4.2 - Emissão de parecer técnico conforme o **Form. SAC/CGAL nº 13**;

7.1.4.3 – Fazer uma minuta de memorando endereçada ao Chefe do SAC, em nome do chefe da Área. Utilizar o número de memorando que se encontra na pasta pública - \\ibm33406\Controle de Processos - Resíduos e Contaminantes;


7.1.4.4 - Encaminhar o Processo com os documentos (Form. SAC/CGAL nº 13 e a minuta de memorando) devidamente preenchidos para o Chefe da Área;

7.1.4.5 - Alimentar o Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.5 - Chefe da Área:

7.1.5.1 – Analisar o parecer técnico;

7.1.5.2 – Em caso de concordância com o parecer técnico – assinar e providenciar o envio do memorando;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 09 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO			

7.1.5.3 - Em caso de discordância com o parecer técnico – emitir um parecer justificando o fato (anexar ao Processo) e fazer um novo memorando;

7.1.5.4 – Providenciar o arquivamento das cópias dos memorandos emitidos;

7.1.5.5 – Providenciar o devido encaminhamento do Processo para o SAC e alimentar o SESD.

7.2. Retorno do Processo ao RCA após o procedimento de auditoria (número 2 do fluxograma constante do Anexo I)

Quando do retorno do Processo ao RCA, via despacho do SAC, os envolvidos devem tomar as seguintes ações seqüencialmente:

7.2.1 - Chefe da Área:


7.2.1.1 – Providenciar a alimentação do SESD;

7.2.1.2 – Encaminhar o Processo para o técnico

7.2.2 - Técnico:

7.2.2.1 - Realizar a Análise do Processo baseado na **Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007** e Relatório da Auditoria instituída pelo SAC e emitir o parecer técnico conforme o **Form. SAC/CGAL nº 13**;

7.2.2.2 – Fazer uma minuta de memorando no nome do chefe da Área endereçada ao SAC. Utilizar o número de memorando que se encontra na pasta pública - **\\ibm33406\Controle de Processos - Resíduos e Contaminantes**;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 01	
		Página 010 de 011	
		Data: 27/03/2009	Versão 00

PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO

7.2.2.3 - Encaminhar o Processo com os documentos (Form. SAC/CGAL nº 13 e a minuta de memorando) devidamente preenchidos para o Chefe da Área;

7.2.2.4 - Alimentar o Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.2.3 - Chefe da Área:

7.2.3.1 – Analisar o parecer técnico;

7.2.3.2 – Em caso de concordância com o parecer técnico – assinar e providenciar o envio do memorando;

7.2.3.3 - Em caso de discordância com o parecer técnico – emitir um parecer justificando o fato (anexar ao Processo) e fazer um novo memorando;

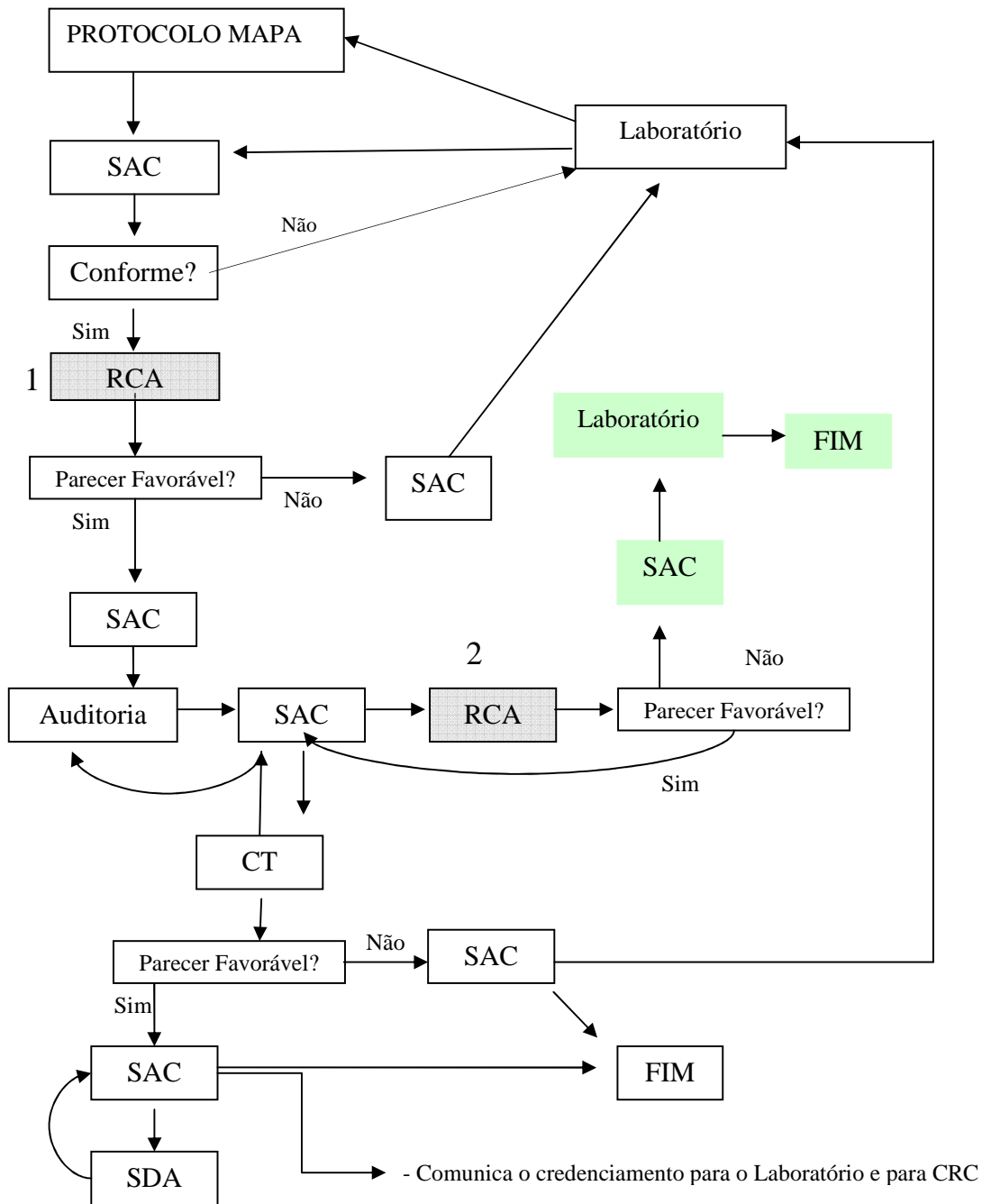
7.2.3.4 – Providenciar o arquivamento das cópias dos memorandos emitidos;


7.2.3.5 – Providenciar o devido encaminhamento do Processo para o SAC e alimentar o SESD.



PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE CREDENCIAMENTO DE LABORATÓRIO

ANEXO I – Fluxograma



	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 01 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

**PROC/RCA/CGAL Nº 02 - PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE
PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO**

Elaborado	Aprovado	
	Serviço de Auditoria e Credenciamento	Resíduos e Contaminantes em Alimentos
Dario Abbud Righi Marcelo Pereira	Ernesto do Nascimento Viegas	Ângelo Queiroz Mauricio



MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO
SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA
COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL
RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS

PROC/RCA/CGAL nº 02


Página 02 de 010

Data: 27/03/2009

Versão 00

PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO

VERSÃO	DATA	HISTÓRICO
00	27/03/2009	Análise para aprovação
01	06/04/2009	Aprovação final do documento

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 03 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

1. OBJETIVO:

Definir os procedimentos a serem utilizados pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA/CGAL) para avaliação de Processos de extensão de escopo de laboratórios analíticos credenciados junto ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA.

2. ÁREAS DA CGAL ENVOLVIDAS:


Serviço de Auditoria e Credenciamento (SAC) e Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RAC)

3. APLICAÇÕES

Este POP constitui um instrumento para a Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA) devendo ser seguido pelos seus técnicos para a avaliação e encaminhamento de Processos de extensão de escopo de laboratórios analíticos, visando atender os requisitos da Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007 e PROC SAC/CGAL N°1.

Para aplicação deste POP é recomendado consultar os seguintes documentos:

- ✓ PROC SAC/CGAL N° 1;
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 2;
- ✓ Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007, publicada no D.O.U. de 17/01/2007;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 04 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

- ✓ Requisitos e Critérios Específicos para a Organização e Funcionamento dos Laboratórios de Análises de Resíduos e Contaminantes em Alimentos Integrantes da Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários;
- ✓ Guia para validação de métodos analíticos e controle de qualidade interna das análises de monitoramento do plano nacional de resíduos e contaminantes – PNCR (Guia de validação).

4. RESPONSABILIDADES

A responsabilidade pela revisão do conteúdo deste procedimento é do RCA/CGAL.

A revisão deste procedimento será feita a cada doze meses ou quando se fizer necessário.


5. DEFINIÇÕES

As definições adotadas estão nas seguintes documentos:

- ✓ Instrução Normativa MAPA nº 01, de 16/01/2007, publicada no DOU nº 17/01/2007.
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 1
- ✓ PROC SAC/CGAL N° 2

6. SIGLAS

- ✓ CRC: Coordenação de Resíduos e Contaminantes
- ✓ CGAL: Coordenação Geral de Apoio Laboratorial;
- ✓ Form. SAC/CGAL: Formulário para registros do SAC/CGAL;
- ✓ MAPA: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento;
- ✓ Proc. SAC/CGAL: Procedimento do SAC/CGAL;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 05 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

- ✓ PNCRC: Programa Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes;
- ✓ RCA: Resíduos e Contaminantes em Alimento;
- ✓ RDP: Relatório de Análise dos Documentos do Processo;
- ✓ SAC: Serviço de Auditoria e Credenciamento da CGAL;
- ✓ SESD: Sistema de Entrada e Saída de documentos

7. PROCEDIMENTO

Por se tratar de um procedimento interno da Área RCA, este documento não abordará em detalhes todos os procedimentos do Processo de extensão de escopo. Entretanto, abordaremos em detalhes todos os Processos, os quais a RCA esta envolvida. Neste contexto, para melhor visualização da RCA dentro do Processo, encontra-se no Anexo I, um fluxograma geral de todas as etapas do Processo de extensão de escopo.

7.1. Entrada do Processo de extensão de escopo na RCA encaminhado via SAC (número 1 do fluxograma constante do Anexo I)


Quando da entrada no RCA, via despacho do SAC, os envolvidos devem tomar as seguintes ações sequencialmente:

7.1.1 - Chefe da Área:

7.1.1.1 Verificar se o Processo foi devidamente cadastrado no Sistema informatizado – Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.1.1.1 - Caso afirmativo – Encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.1.1.2 - Caso negativo – Cadastrar o Processo e encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 06 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

7.1.2 - Técnico:

7.1.2.1 – Confirmar se o analito e a matriz são do interesse do PNCR, bem como os limites estabelecidos (LMR e LMDR), baseado na Instrução Normativa que a CRC atualiza anualmente e/ou em uma consulta, via memorando, se ambos (analito e matriz) serão de interesse do PNCR, no ano subsequente;


7.1.2.2 - Realizar a Análise documental dos dados, informados pelo laboratório no **Form. SAC/CGAL nº 02**, baseado na **Instrução Normativa nº 01, de 16/01/2007**;

7.1.2.3 – Verificar se o laboratório é acreditado pelo organismo nacional de acreditação segundo a norma NBR ISO/IEC 17025;

7.1.2.4 – Verificar se o laboratório participa de testes de proficiência e comparações inter-laboratoriais organizadas por provedores competentes, para os ensaios objeto do credenciamento pleiteado e conforme a disponibilidade dos provedores;

7.1.2.5 - Realizar a análise do relatório de validação da metodologia analítica, baseado no **Guia de validação**, caso a substância e a matriz sejam de interesse do Plano Nacional de Controle de Resíduos (PNCRC) estabelecido pela Coordenação de Resíduos e Contaminantes (CRC);

7.1.2.6 - Emissão de parecer técnico conforme o **Form. SAC/CGAL nº 13**;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 07 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

7.1.2.7 – Fazer uma minuta de memorando endereçada ao Chefe do SAC, em nome do chefe da Área. Utilizar o número de memorando que se encontra na pasta pública - \\ibm33406\Controle de Processos - Resíduos e Contaminantes;

7.1.2.8 - Encaminhar o Processo com os documentos (Form. SAC/CGAL nº 13 e a minuta de memorando) devidamente preenchidos para o Chefe da Área;

7.1.2.9 - Alimentar o Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.3 - Chefe da Área:

7.1.3.1 – Analisar o parecer técnico;

7.1.3.2 – Em caso de concordância com o parecer técnico – assinar e providenciar o envio do memorando;


7.1.3.3 - Em caso de discordância com o parecer técnico – emitir um parecer justificando o fato (anexar ao Processo) e fazer um novo memorando;

7.1.3.4 – Providenciar o arquivamento das cópias dos memorandos emitidos;

7.1.3.5 – Providenciar o devido encaminhamento do Processo para o SAC e alimentar o SESD.

Quando do retorno do Processo com a resposta das exigências para a RCA, via despacho do SAC, os envolvidos devem tomar as seguintes ações seqüencialmente:

7.1.4 - Chefe da Área:

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 08 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

7.1.4.1 - Verificar se o Processo foi devidamente cadastrado no Sistema informatizado – Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.4.1.1 - Caso afirmativo – Encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.4.1.2 - Caso negativo – Cadastrar o Processo e encaminhar para o técnico dando o devido empenho.

7.1.4.2 - Técnico:

7.1.4.1 – Realizar a análise da documentação enviada (resposta da exigência);

7.1.4.2 - Emissão de parecer técnico conforme o **Form. SAC/CGAL nº 13**;

7.1.4.3 – Fazer uma minuta de memorando endereçada ao Chefe do SAC, em nome do chefe da Área. Utilizar o número de memorando que se encontra na pasta pública - \\ibm33406\Controle de Processos - Resíduos e Contaminantes;


7.1.4.4 - Encaminhar o Processo com os documentos (Form. SAC/CGAL nº 13 e a minuta de memorando) devidamente preenchidos para o Chefe da Área;

7.1.4.5 - Alimentar o Sistema de Entrada e Saída de documentos (SESD).

7.1.5 - Chefe da Área:

7.1.5.1 – Analisar o parecer técnico;

7.1.5.2 – Em caso de concordância com o parecer técnico – assinar e providenciar o envio do memorando;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	PROC/RCA/CGAL nº 02	
		Página 09 de 010	
		Data: 27/03/2009	Versão 00
PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO			

7.1.5.3 - Em caso de discordância com o parecer técnico – emitir um parecer justificando o fato (anexar ao Processo) e fazer um novo memorando;

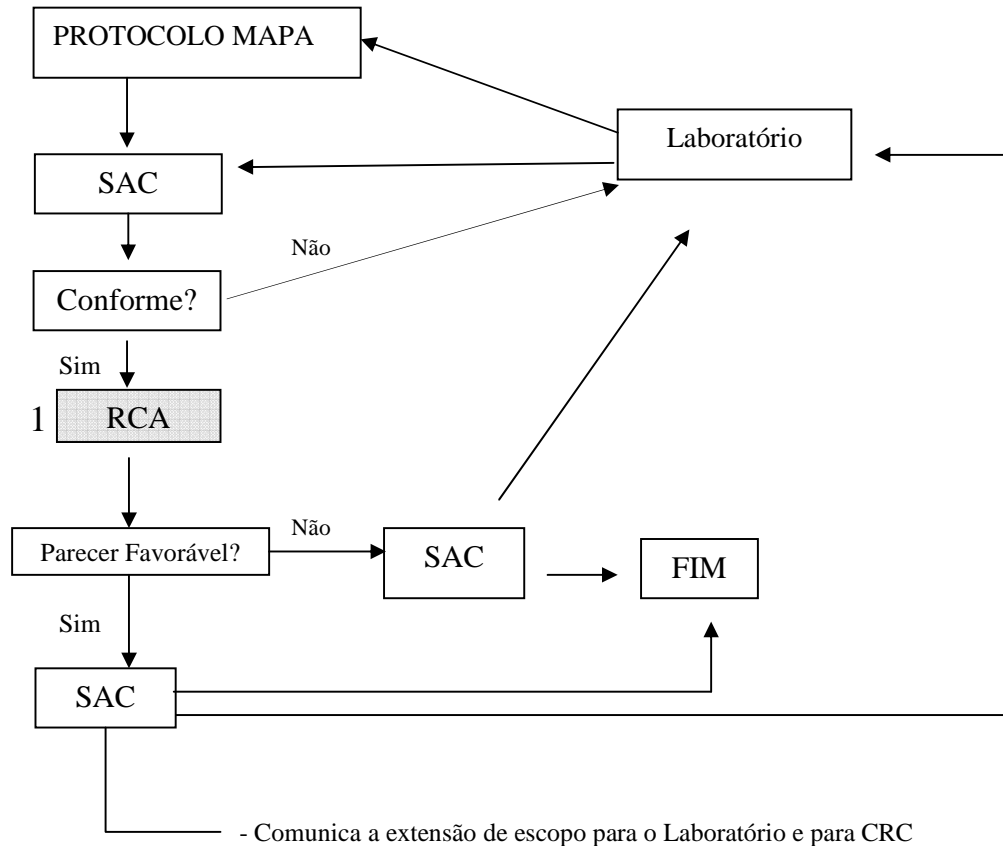
7.1.5.4 – Providenciar o arquivamento das cópias dos memorandos emitidos;


7.1.5.5 – Providenciar o devido encaminhamento do Processo para o SAC e alimentar o SESD.



PROCEDIMENTOS PARA AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE EXTENSÃO DE ESCOPO


ANEXO I – Fluxograma




	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 01 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

POP/RCA/CGAL Nº 03 - PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS

Elaborado	Aprovado	
	Responsável pela área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos	Coordenador da Coordenação Geral de Apoio Laboratorial
Eriédna Conceição Dario Righi Marriel Brito	Angelo Queiroz Mauricio	Jorge Caetano Junior

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 02 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

VERSÃO	DATA	HISTÓRICO
00	07/12/2010	Análise para aprovação
01	24/01/2011	Aprovação final do documento
02	29/08/2011	Inserção da Área Vegetal e aprovação do documento

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 03 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

1. OBJETIVO

Definir os procedimentos a serem utilizados pela Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA/CGAL) para acompanhar a execução física da rotina do PNCRC no âmbito das atividades realizadas pelos laboratórios em cumprimento às demandas do referido Plano.

2. CAMPO DE APLICAÇÃO

Este POP constitui uma normativa para a Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos (RCA), devendo ser seguido pelos seus técnicos para acompanhar a execução física da rotina do PNCRC.

Para aplicação deste POP é recomendado consultar os seguintes documentos:

- ✓ Manual de procedimentos do plano nacional de controle de resíduos e contaminantes – PNCRC para laboratórios (áreas animal e vegetal);
- ✓ Decreto Nº 5.741, de 30/03/2006, publicado no D.O.U de 31/03/2006;
- ✓ Instrução Normativa MAPA nº 01, de 16/01/2007, publicada no D.O.U de 17/01/2007;
- ✓ Instrução Normativa MAPA nº 42, de 20/12/1999, publicada no D.O.U de 22/12/1999;
- ✓ Instrução Normativa MAPA nº 24, de 14/07/2009, publicada no D.O.U de 22/07/2009;


3. RESPONSABILIDADES

A responsabilidade pela revisão do conteúdo deste procedimento é da RCA/CGAL, sendo a revisão deste procedimento efetuada quando se fizer necessário.

É atribuição do responsável pela área técnica de resíduos e contaminantes em alimentos da CGAL/SDA, garantir o cumprimento dos procedimentos descritos no presente documento, bem como responsabilizar-se pelas ações e decisões que deles advierem.

É atribuição do gestor do SISRES – módulo laboratório, realizar o acompanhamento da execução física do PNCRC no âmbito das atividades realizadas pelos laboratórios em cumprimento às demandas do referido Plano;

É também atribuição do gestor do SISRES – módulo laboratório, informar tempestivamente o responsável pela área técnica de resíduos e contaminantes em alimentos da CGAL/SDA, de quaisquer ocorrências ou desvios identificados.

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 04 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

4. DEFINIÇÕES

Gestor do SISRES – módulo laboratório: Pessoa da CGAL responsável pela operação e avaliação do SISRES no que diz respeito à sua interface com os laboratórios, doravante denominado apenas gestor.


As demais definições adotadas são aquelas constantes da Instrução Normativa MAPA nº 01, de 16/01/2007, publicada no DOU nº 17/01/2007.

5. SIGLAS

- PNCRC: Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes
- SISRES: Sistema de Resíduos e Contaminantes
- LANAGRO: Laboratório Nacional Agropecuário
- CGAL: Coordenação Geral de Apoio Laboratorial;
- SDA: Secretaria de Defesa Agropecuária
- MAPA: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento;

6. LEGISLAÇÕES E REGULAMENTOS TÉCNICOS APLICÁVEIS

- Decreto Nº 5.741, de 30/03/2006, publicado no D.O.U de 31/03/2006;
- Instrução Normativa MAPA nº 01, de 16/01/2007, publicada no D.O.U de 17/01/2007;
- Instrução Normativa MAPA nº 42, de 20/12/1999, publicada no D.O.U de 22/12/1999;
- Instrução Normativa MAPA nº 24, de 14/07/2009, publicada no D.O.U de 22/07/2009;
- Manual de procedimentos do plano nacional de controle de resíduos e contaminantes – PNCRC para laboratórios (áreas animal e vegetal);

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO	POP/RCA/CGAL nº 03	
	SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA	Página 05 de 011	
	COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

7. PROCEDIMENTO – ÁREA ANIMAL

7.1 Acompanhamento dos sorteios realizados semanalmente para o PNCRC


- 7.1.1 O gestor deverá toda semana (preferencialmente um dia antes da realização do sorteio), efetuar consulta à CCRC sobre a previsão de amostras a serem sorteadas para cada combinação laboratório/analito/matriz/espécie. Tal procedimento tem a finalidade de identificar a previsão de amostras a serem encaminhadas aos respectivos laboratórios e realizar a sua adequação à capacidade operacional dos mesmos,
- 7.1.2 A RCA/CGAL deverá retornar a planilha com a previsão de sorteio atualizada de acordo com a capacidade operacional do Laboratório para CCRC. O número de amostras a serem sorteadas/semana não deve ser superior à capacidade operacional do laboratório por semana, salvo em casos excepcionais de emergência e de prévio acordo com o referido laboratório;
- 7.1.3 Anexo I – Planilha Acompanhamento Semanal dos Sorteios. Consultar planilha na pasta compartilhada através do caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2011\Planilha - Amostras sugeridas.

7.2 Relatório da Diferença do Sorteio

- 7.2.1 A fim de identificar se a planilha de recomendação do sorteio está sendo seguida pela CCRC, toda segunda-feira o gestor do SISRES deverá realizar a diferença do sorteio, onde deve ser preenchido: Estabelecimento, Espécie, Tipo da Análise, Laboratório, Quantidade Sorteada DIPOA (dados obtidos do SISRES, através do item de Menu “Parâmetros do Sorteio – Consulta), Quantidade Recomendada CGAL (Planilha com a precisão das amostras sorteadas), Diferença, Percentual de Cumprimento do PNCRC (Planilha com a precisão das amostras sorteadas),.
- 7.2.2 Caso a planilha não esteja sendo seguida, deverá ser enviado um Memorando para a CCRC, o modelo pode ser obtido pelo caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2010\Memo.
- 7.2.3 Deverá ser arquivado eletronicamente por Laboratório na pasta Compartilhada, caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2010\Diferença no sorteio.

7.3 Envio de informações do Sorteio para os Laboratórios

- 7.3.1 A fim de informar a quantidade de amostras sorteadas por Laboratório naquela semana, deverá ser enviada toda segunda-feira de cada semana o demonstrativo do sorteio para o Coordenador Técnico e o (s) RT (s).
- 7.3.2 O Demonstrativo deve ser retirado do SISRES WEB, caminho: sistemas.agricultura.gov.br/sisres, item do Menu : Sorteio – Parâmetros do Sorteio - Consulta;

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 06 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

7.3.3 Deverá ser arquivado eletronicamente por Laboratório na pasta Compartilhada, caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2010\Amostras Sorteadas por Laboratório\Semana XX.

7.4 Amostras sorteadas acima do Programado para os Laboratórios

7.4.1 Amostras que forem sorteadas acima do valor previsto no item 7.1.8 e que efetivamente derem entrada nos laboratórios, deverão ser acompanhadas de orientação para descarte conforme o código 16 (Amostra descartada acima do programado/capacidade operacional).

7.5 Acompanhamento da execução das análises realizadas pelos laboratórios

7.5.1 A fim de verificar o cumprimento dos prazos máximos de análises previstos no Manual de Procedimentos, o gestor deverá a cada 15 dias efetuar consulta ao SISRES para identificação de amostras com código 14 (Amostra Recebida pelo Laboratório) que possuam data superior à 15 dias úteis em relação às datas de recebimento das mesmas pelo laboratório;

7.5.2 Anexo II – Pasta para verificação das amostras com prazo de análise vencido deverá ser consultada na Pasta Compartilhada através do caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2011\Verificação Semanal de Amostras com Prazo de Análise Vencido.

7.6 Acompanhamento de amostras violadas


7.6.1 Fazer relatório diário prévio para verificação no Sistema de amostras com resultados acima do limite de referência estabelecido na IN anual do PNCRC: Emitir relatórios gerenciais - Relação das análises com violação - Período inicial: 1º dia do ano e período final: dia atual. A partir desse relatório, passar as informações de amostras violadas para a pasta demonstrativo de violações. Verificar se os respectivos comunicados de violação e memorandos foram enviados à CCRC.

7.6.2 Anexo III – Planilha de Controle de Violações. Consultar planilha na Pasta Compartilhada através do caminho: \\Masrv03\rca\Rotina do PNCRC\Rotina do PNCRC 2011\Demonstrativo de Violações\Animal.

7.7 Recebimento e envio de comunicado de violação de amostras do PNCRC

7.7.1 Quando o Comunicado de Violação juntamente com o COA chegar via fax e/ou e-mail, o gestor deverá checar as informações do comunicado e do COA;

7.7.2 Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando à CCRC, com cópia para o Coordenador Geral da CGAL,

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 07 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

- 7.7.3 O responsável pela RCA deverá analisar o Comunicado, o COA e assinar o memorando de encaminhamento para a CCRC. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo o comunicado de violação e o respectivo COA.
- 7.7.4 Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico.
- 7.7.5 O gestor deverá manter a planilha de “Demonstrativo de violações” atualizada na pasta compartilhada

7.8 Recebimento e envio do Termo de Rejeição de Amostras


- 7.8.1 Quando o Termo de Rejeição de Amostra chegar a área de resíduos e contaminantes em alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do TRA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.
- 7.8.2 Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando ao CGPE/DIPOA;
- 7.8.3 O responsável pela RCA deverá analisar o memorando e assiná-lo. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo os TRAs.
- 7.8.4 Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os TRAs

7.9 Recebimento e envio de COAs investigação

- 7.9.1 Quando o COA chegar a área de resíduos e contaminantes em alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do COA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.
- 7.9.2 Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando à CCRC/SDA
- 7.9.3 Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os CÔAS.
- 7.9.4 Os Laboratórios devem enviar à CGAL os COAS de Investigação assim que estes são expedidos.

8.0 Recebimento e envio de COAs dos programas especiais do DIPOA


- 8.01 Quando o COA chegar a área de resíduos e contaminantes em alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do COA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 08 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCR RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

- 8.02 Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando ao CGPE/DIPOA
- 8.03 O responsável pela RCA deverá analisar o memorando e assiná-lo. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo os COAs.
- 8.04 Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os COAs

8.1 Recebimento e envio de COAs de Bovino Vivo

- 8.1.1 Quando o COA chegar a área de resíduos e contaminantes em alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do COA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.
- 8.1.2 Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando ao DSA/SDA.
- 8.1.3 O responsável pela RCA deverá analisar o memorando e assiná-lo. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo os COAs.
- 8.1.4 Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os COAs

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO	POP/RCA/CGAL nº 03	
	SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA	Página 09 de 011	
	COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

9. PROCEDIMENTO – ÁREA VEGETAL


- 9.1. O gestor deve obter junto à CCRC a previsão de coleta mensal, preferencialmente até a última semana do mês anterior.
- 9.2. A fim de identificar a previsão de amostras a serem encaminhadas aos respectivos laboratórios e sua adequação à capacidade operacional no caso dos Lanagros, o gestor deverá atualizar o “Demonstrativo de Execução Física do Mês (em questão)” (Anexo II deste documento);
- 9.3. O gestor deve encaminhar a planilha com as informações de “Origem”, “Cultura”, “Código” e “Data de coleta prevista” já preenchidas.
- 9.4. O gestor deve acompanhar o preenchimento das demais colunas da planilha por parte do laboratório
- 9.5. Uma vez concluído preenchimento do Demonstrativo do mês em questão, o gestor deve compilar os demonstrativos dos demais laboratórios naquele mês e encaminhar via memorando para conhecimento da CCRC.
- 9.6. Com as informações do Demonstrativo de Execução de cada laboratório, o gestor deve atualizar o arquivo “Controle de Análises Geral PNCRC [ano-safra].xls”

10. Verificação de COAs

- 10.1. O gestor deve verificar diariamente os COAs da rotina recebidos nas caixas de e-mail pncrc.lab@agricultura.gov.br e dos e-mails pessoais da equipe da Área Vegetal para observar eventuais equívocos em:
 - 10.1.1. Preenchimento e Assinaturas
 - 10.1.2. Resultados violativos desacompanhados de comunicado
 - 10.1.3. Demora no envio após conclusão da análise
 - 10.1.4. Outros problemas
- 10.2. Ao encontrar quaisquer falhas nos COAs, o gestor deve entrar em contato com o laboratório e solicitar por e-mail a emissão do respectivo suplemento.
- 10.3. O gestor deve ainda verificar se a CCRC está copiada nos e-mails enviados pelos laboratórios, e caso não esteja, encaminhar-lhes.

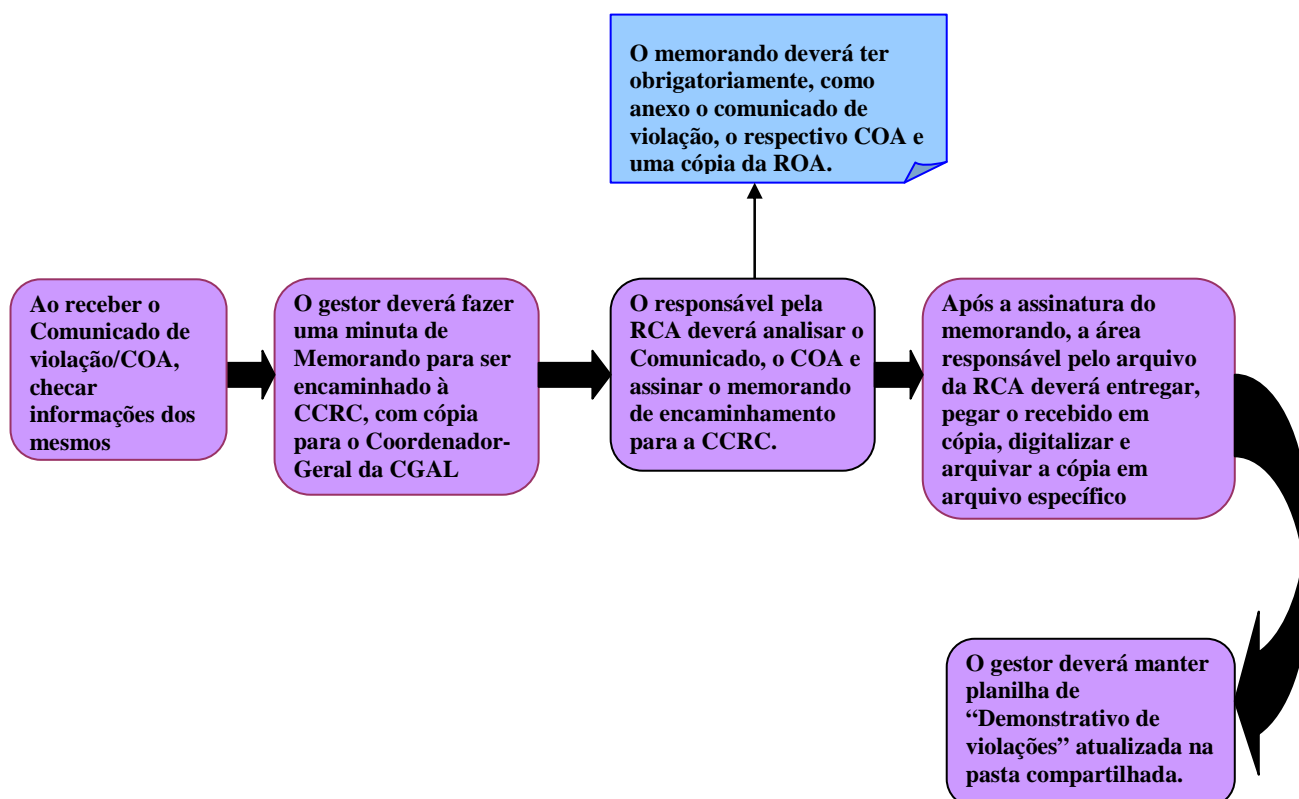
11. Amostras sorteadas acima do Programado para os Laboratórios


- 11.1. Amostras que forem sorteadas acima do valor previsto no item 7.1.8 e que efetivamente derem entrada nos laboratórios, deverão ser acompanhadas de orientação para descarte conforme o código 16 (Amostra descartada acima do programado/capacidade operacional).

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 010 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

12. Recebimento e envio de comunicação de violação de amostras do PNCRC

- 12.1. Quando o Comunicado de Violação juntamente com o COA e uma cópia da ROA chegar via fax e/ou e-mail, o gestor deverá checar as informações do comunicado e do COA
- 12.2. Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando à CCRC, com cópia para o Coordenador Geral da CGAL,
- 12.3. O responsável pela RCA deverá analisar o Comunicado, o COA e assinar o memorando de encaminhamento para a CCRC. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo o comunicado de violação, o respectivo COA e uma cópia da ROA.
- 12.4. Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico.
- 12.5. O gestor deverá manter a planilha de “Demonstrativo de violações” atualizada na pasta compartilhada



	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS	POP/RCA/CGAL nº 03	
		Página 011 de 011	
		Data: 29/08/2011	Versão 02
PROCEDIMENTO PARA ACOMPANHAMENTO DA ROTINA DO PNCRC RELACIONADO AOS LABORATÓRIOS DA REDE DE RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS			

13. Recebimento e envio do Termo de Rejeição de Amostras

- 13.1. Quando o Termo de Rejeição de Amostra chegar à Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do TRA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.
- 13.2. Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando à CGQV/DIPOV e à CCRC;
- 13.3. O responsável pela RCA deverá analisar o memorando e assiná-lo. O memorando deverá ter, obrigatoriamente, como anexo os TRAs.
- 13.4. Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os TRAs

14. COAs de Investigação (INV)

- 14.1. O gestor deve receber informação por email oriunda da CGQV contendo os processos de investigação em que foram orientadas coletas de amostras. O gestor deve encaminhar a informação para os laboratórios envolvidos nas análises em que foram detectadas as violações e que realizarão as análises de investigação.
- 14.2. Quando o COA chegar a área de resíduos e contaminantes em alimentos via fax, e-mail e/ou correio, o gestor deverá checar as informações do COA de forma a garantir se nenhuma informação está faltando. Caso alguma informação esteja faltando, o gestor deverá cobrar o envio desta informação do laboratório.
- 14.3. Após esta checagem, o gestor deverá fazer uma minuta de Memorando para ser encaminhando à CCRC/SDA
- 14.4. Após a assinatura do memorando, a área responsável pelo arquivo da RCA deverá entregar, pegar o recebido em cópia, digitalizar e arquivar a cópia em arquivo específico. Este procedimento deve englobar todos os COAs

15. Tabulação dos Termos de Rejeição de Amostras (TRAs)

- 15.1. Após o procedimento descrito no item 12.4 ter sido efetuado, o gestor deverá tabular os dados (motivo de descarte, unidade da federação e mês) constante no TRA. Para tanto deverá utilizar planilha de Excel disponível no caminho: \\masrv03\RCA\Rotina do PNCRC\TRA\Modelo - tabulação TRA
- 15.2. Após a finalização da tabulação de cada mês, o responsável da área de resíduos e contaminantes em alimentos deverá ser avisado.

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SDA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL - CGAL SERVIÇO DE AUDITORIA E CREDENCIAMENTO - SAC/CGAL	Proc. RCA/CGAL nº 04	
		Data: 08/09/2011	Revisão 01
PROCEDIMENTO DE ARQUIVAMENTO ELETRÔNICO			

PROC/RCA/CGAL Nº 04 - PROCEDIMENTO DE ARQUIVAMENTO ELETRÔNICO

Elaborado pela RCA	Aprovado pelo Responsável da área RCA/CGAL
--------------------	--

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SDA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL - CGAL SERVIÇO DE AUDITORIA E CREDENCIAMENTO - SAC/CGAL	Proc. RCA/CGAL nº 04	
		Data: 08/09/2011	Revisão 01
PROCEDIMENTO DE ARQUIVAMENTO ELETRÔNICO			

1. OBJETIVO

Este Procedimento tem por objetivo disciplinar o acompanhamento da rotina de encaminhamento e arquivamento de documentos da Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos - RCA/CGAL.

2. CAMPO DE APLICAÇÃO

Este procedimento é aplicado em todas as etapas de encaminhamento e arquivamento de documentos, desde o arquivamento do documento gerado até o arquivamento do comprovante de recebimento.

3. RESPONSABILIDADES

A responsabilidade pela revisão do conteúdo deste procedimento é do responsável pela RCA/CGAL.

A revisão deste procedimento será feita a cada doze meses ou quando se fizer necessário.

4. SIGLAS

RCA: Resíduos e Contaminantes em Alimentos

CGAL: Coordenação Geral de Apoio Laboratorial;

MAPA: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento;

Proc. RCA/CGAL: Procedimento do RCA/CGAL;

SPE: Serviço de Protocolo e Expedição;

SIGID: Sistema de Gerenciamento de Documentos.

5. PROCEDIMENTO

5.1. Elaboração e Expedição de Documentos da RCA

5.1.1. Todo documento elaborado pela RCA deverá ser gravado em uma pasta no diretório:
 \\masrv03\RCA\Documentos RCA[ano] , conforme sua espécie (memorando, ofício, memorando circular, ofício circular, nota técnica);

5.1.2. Os documentos deverão ser gravados numa sub-pasta, cuja identificação deverá ser o número do documento em três dígitos, o ano e a sigla RCA seguido do assunto, separado

Elaborado pela RCA	Aprovado pelo Responsável da área RCA/CGAL
--------------------	--

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SDA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL - CGAL SERVIÇO DE AUDITORIA E CREDENCIAMENTO - SAC/CGAL	Proc. RCA/CGAL nº 04	
		Data: 08/09/2011	Revisão 01
PROCEDIMENTO DE ARQUIVAMENTO ELETRÔNICO			

por espaços e hífen. Exemplo: 001_[ano] RCA – Assunto do Documento. Nesta sub-pasta serão mantidos tanto o arquivo editável quanto o documento assinado e digitalizado (este último em versão pdf).

5.1.3. Toda numeração de documento deverá ser retirada do diretório de acordo com o ano específico: \\masrv03\RCA\Numeração de Documentos;

5.1.4. Após numerado o documento deverá ser assinado pelo responsável pela RCA, e quando necessário, encaminhado ao Gabinete da Coordenação Geral para assinatura do Coordenador da CGAL ou do seu Substituto;

5.1.5. O responsável pela elaboração do mesmo deverá preencher um check-list indicando a forma de envio do documento, afixando-o no mesmo. O check-list pode ser encontrado no diretório: \\masrv03\RCA\Documentos RCA [ano]\Check-list;

5.1.6. O documento deverá ser enviado conforme solicitado no check-list;

5.1.7. Uma cópia digitalizada do documento deverá ser gravada na sub-pasta anteriormente aberta pelo responsável pelo documento, com a mesma forma de identificação citada no item 5.1.2;

5.1.8. O envio de qualquer correspondência deve ser via AR ,malote ou via sedex, conforme a urgência;

5.1.9. Para envio via AR/SEDEX, deverá ser preenchida uma Guia para o SPE que consta no diretório: \\masrv03\RCA\Documentos RCA [ano]\Guias SPE e ser salva conforme data de envio;

5.1.10. A numeração da Guia deverá ser retirada do diretório de acordo com o ano específico: \\masrv03\RCA\Numeração de Documentos\Numeração de Documentos [ano]\Guia SPE;

5.1.11. No diretório: \\masrv03\RCA\Documentos RCA [ano]\Guias Malote haverá um arquivo onde poderá ser consultado os dias de envio dos documentos que irão via malote;

5.1.12. Para envio via FAX, sempre deverá ser confirmado o recebimento do mesmo, juntamente com o destinatário;

5.1.13. Para o encaminhamento de Comunicação de Resultados (violações) o documento não será enviado ao Coordenador da CGAL, será entregue apenas uma cópia deste a Coordenação;

Elaborado pela RCA	Aprovado pelo Responsável da área RCA/CGAL
--------------------	--

	MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA - SDA COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL - CGAL SERVIÇO DE AUDITORIA E CREDENCIAMENTO - SAC/CGAL	Proc. RCA/CGAL nº 04	
		Data: 08/09/2011	Revisão 01
PROCEDIMENTO DE ARQUIVAMENTO ELETRÔNICO			

5.1.14. O procedimento acima descrito, NÃO isenta a necessidade da utilização do arquivo físico da RCA.

5.2. Arquivamento de Guias e Comprovantes de Recebimento

5.2.1. As guias de retorno dos documentos enviados - via AR deverão ser arquivadas na pasta de Aviso de Recebimentos – AR, localizada no arquivo físico;

5.2.2. Todas as guias e/ou comprovantes de envio que forem geradas (os) referentes aquele documento deverão e arquivadas na pasta de Guias Expedidas.

DOCUMENTO APROVADO EM 08/09/2011
PRIMEIRA REVISÃO APROVADA EM 08/09/2011

Elaborado pela RCA	Aprovado pelo Responsável da área RCA/CGAL
--------------------	--



Modelos de Relatórios de Validação





MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO
SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA
COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL
RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS

POP/RCA/CGAL n° 03

Página 01 de 014

Data: 29/08/2011

Versão 01

RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS Em atendimento à Instrução Normativa N° 01 de 16 de janeiro de 2007

Ensaio: Ivermectina-Músculo de avestruz

Laboratório: XXXXXXXXXXX

Elaboração/Revisão: Dario Abbud Righi, Erick Soares Lins	Data: 29/08/11
Aprovação: Angelo de Queiroz Mauricio	Data: 29/08/11



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

VALIDAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE DE IVERMECTINA EM MÚSCULO DE AVESTRUZ

Denominação Técnica do Método:

Análise de ivermectina em músculo de avestruz por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas *tandem*

Laboratório Responsável:

[Nome do Laboratório]

Identificação/Código do Estudo de Validação Original:

[Identificação/código dado pelo laboratório]

Os dados brutos deste estudo de validação encontram-se arquivados na [identificar a unidade] do laboratório.

Autores / Responsáveis:

Data do início do(s) Estudo(s):

Data da conclusão do(s) Estudo(s):

Nome
Responsável Técnico pelo(s) Estudo(s) de Validação
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

DECLARAÇÃO DE CONFORMIDADE ANALÍTICA

Declaramos que o estudo aqui apresentado foi executado da exata maneira descrita neste relatório, sendo os resultados obtidos reprodutíveis. Estes resultados refletem fielmente as conclusões aqui apresentadas.

Todos os rascunhos e dados brutos obtidos encontram-se disponíveis e arquivados definitivamente em nossos *back-up's* por meio de [fitas DAT, p. ex], sob as codificações internas de nossos registros, com rastreabilidade garantida pelo sistema da qualidade.

Este relatório foi elaborado e redigido pelos autores/responsáveis técnicos que se responsabilizam pelos dados aqui apresentados.

Nome
Responsável Técnico pelo(s) Estudo(s) de Validação
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa

Nome
Responsável Técnico pelo Laboratório
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

I. OBJETIVO

Este estudo tem como objetivo validar o método de análise de ivermectina em músculo de avestruz por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas *em tandem* (LC/MS-MS).

II. PADRÕES E SOLUÇÕES DE TRABALHO

Os padrões utilizados foram:

Nome:

Lote:

Grau de pureza:

Fabricante:

III. LIMITE DE REERÊNCIA estabelecido pela Coordenação de Controle de Resíduos e Contaminantes do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (CCRC/MAPA) conforme Instrução Normativa específica.

Obs.: Caso o limite de referência não esteja estabelecido em Instrução Normativa, o laboratório deve consultar formalmente a CCRC, e anexar a este relatório documento a resposta definindo-o (seja LMR, TMC ou LMDR).

LMR = $50\mu\text{g}/\text{kg}$, conforme IN n° 08/2010.

IV. PRINCÍPIO DO MÉTODO EMPREGADO NOS ENSAIOS

Descrever resumidamente as condições experimentais: otimização das condições cromatográficas, condições da espectrometria de massas, método de extração.

V. PARÂMETROS DE VALIDAÇÃO

Todos os parâmetros aqui informados foram avaliados tendo em vista as determinações da Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos da CGAL/SDA, atendendo os preceitos da Instrução Normativa N° 01 de 16 de janeiro de 2007, Instrução Normativa N° 24 de 14 de julho de 2009 e Manual de Garantia da Qualidade Analítica.



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

V.1 ESPECIFICIDADE

A) Procedimento de determinação utilizado:

Obs.: O laboratório deve investigar em literatura científica a existência de estudos que apresentem substâncias que possam ser potenciais interferentes para o analito em questão, como: isômeros, metabólitos, produtos de degradação, substâncias endógenas, constituintes da matriz etc., e descrever o procedimento executado para contornar esta interferência. Foram consideradas duas propriedades da técnica analítica utilizada nesse relatório: tempo de retenção e *ion ratio*, que consiste na razão de área das duas transições analisadas do composto em estudo. Os arquivos usados nesse teste foram os mesmos que foram usados nos testes de precisão sob condições de reprodutibilidade. Os resultados e o critério de aceitação estão apresentados abaixo:

B) Resultados Obtidos

Tabela 1: Resultados dos testes de especificidade para a análise de ivermectina

Tempo de Retenção	Valor (min)	2.9
	DP	0.06
	CV	2.1%
	Critério de aceitabilidade	< 5 %
<i>Ion Ratio</i> <i>Transições (XXX>YYY, XXX>ZZZ)</i>	valor	1.3
	DP	0.2
	CV	14.5 %
	Critério de aceitabilidade	< 15 %

V.2 SELETIVIDADE

A) Procedimento de determinação utilizado:

Com o intuito de averiguar a presença de interferentes na região cromatográfica de interesse, foram fortificadas 3 amostras brancas nos níveis:

- 25µg/kg, correspondente ao menor nível calibrado;



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

- 50µg/kg, correspondente a 1,0x o limite de referência; e
- 75µg/kg, correspondente a 1,5x o limite de referência.

Obs.: O primeiro ponto a ser avaliado deve ser o do menor nível calibrado, ainda que este seja diferente do nível 0,5xLMR.

B) Resultados Obtidos

Observa-se pelos cromatogramas abaixo que eventuais sinais interferentes não ultrapassam 30% (critério de aceitação) do sinal do analito no menor nível calibrado.

[O laboratório deve inserir cromatogramas representativos]

V.3 EFEITO MATRIZ

A) Procedimento de determinação utilizado:

Nesse estudo, as variâncias para as replicatas com matriz e sem matriz são relacionadas pelo Teste F (Snedecor) com o objetivo de verificar a homogeneidade das variâncias. Uma variância é dividida pela outra (com a maior variância no numerador) e o valor é comparado com a tabela de valores F para n-1 graus de liberdade e índice de confiança de 95%, pelo menos.

B) Resultados Obtidos

Os valores de F calculados para cada nível de concentração estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2: Resultados obtidos para seletividade do método analítico.

Nº de replicatas	Níveis de concentração teórica de Ivermectina	F calculado	F tabelado	Influência da matriz
6	25 µg/kg	18,79	4,28	Positivo
6	50 µg/kg	4,48	4,28	Positivo
6	75 µg/kg	11,71	4,28	Positivo



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Com o resultado acima, uso de calibração em matrizes brancas se faz necessário. Deste modo, a forma de calibração deverá ser exatamente igual ao processo de análise das amostras, eliminando a diferença encontrada no teste F.

V.4 FAIXA LINEAR DE TRABALHO E LINEARIDADE

A) Procedimento de determinação utilizado:

Foram analisados cinco diferentes níveis de concentração, a saber: 25, 50, 75, 100 e 125 µg/kg. O valor de referência de 50 µg/kg é o Limite Máximo de Resíduo (LMR) estabelecido no Brasil (IN MAPA 08/2010).

Para realizar este estudo, foram realizadas seis replicatas em cada uma das concentrações e determinado o coeficiente de correlação quadrático para a curva de calibração.

B) Resultados Obtidos

Os resultados e o critério de aceitação estão apresentados abaixo:

Tabela 3: Resultados dos testes de linearidade para análise de ivermectina em matriz branca

Coeficiente angular	10,02
Coeficiente linear	-0,5133
Coeficiente de correlação quadrático	0,9993
Critério de aceitabilidade	>0,98
Faixa linear de trabalho	25 a 125 µg/kg

A figura 1 mostra a representação gráfica dos dados experimentais obtidos no ensaio de linearidade.



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

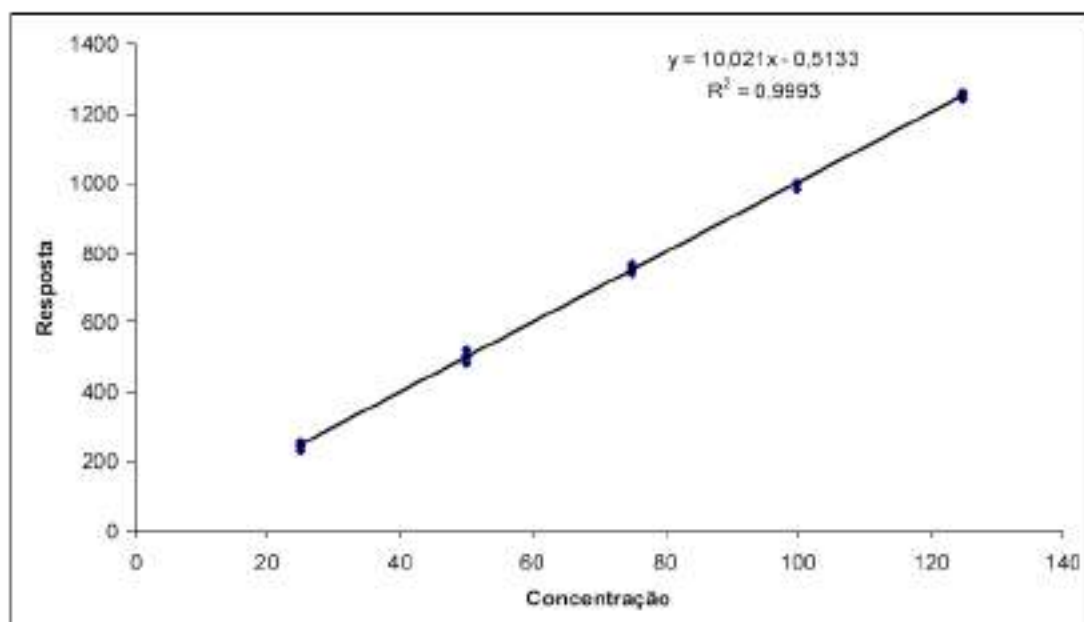


Figura 1: Representação gráfica da curva de calibração do ensaio.

V.5 VERACIDADE/ RECUPERAÇÃO

A) Procedimento de determinação utilizado:

O cálculo da veracidade foi feito a partir do parâmetro recuperação, já que não estava disponível um MRC (Material de Referência Certificado).

Para este estudo, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em três níveis diferentes, conforme descrito abaixo.

- 6 fortificações no valor de 25 µg/kg, equivalente ao menor nível calibrado.
- 6 fortificações no valor de 50 µg/kg, equivalente a 1,0*MRL.
- 6 fortificações no valor de 75 µg/kg, equivalente a 1,5*MRL.

O cálculo da recuperação foi baseado na seguinte fórmula:

$$\text{Recuperação (\%)} = \frac{\text{Conc. determinada na amostra} \times 100}{\text{Conc. adicionada na amostra}}$$

As recuperações calculadas são apresentadas na Tabela 4.



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Obs.1: Caso o laboratório tenha optado por utilizar os dados originados do estudo de reprodutibilidade para o cálculo de recuperação, deve assim indicar.

Obs.2: Caso o laboratório tenha realizado o estudo de Veracidade utilizando MRC, deve assim indicar, e descrever o procedimento e os resultados obtidos.

B) Resultados Obtidos

Abaixo são apresentados os resultados de recuperação para cada concentração estudada.

Tabela 4: Concentrações e recuperações para os diferentes níveis de fortificação.

Replicatas	0,5*MRL. 25µg/kg		1,0*MRL. 50µg/kg		1,5*MRL. 75µg/kg	
	Valor (µg/kg)	Recuperação (%)	Valor (µg/kg)	Recuperação (%)	Valor (µg/kg)	Recuperação (%)
1	23.3	93	44.0	88	71.9	96
2	26.8	107	47.1	94	66.1	88
3	31.0	124	50.3	101	71.6	95
4	21.3	85	54.8	110	75.3	100
5	20.5	82	61.5	123	82.5	110
6	21.2	85	51.0	102	55.1	73
Média	24,02	96,80	50,38	100,76	73,48	97,97
Desvio Padrão	4,12		4,33		6,02	
CV (%)	17,14		8,59		8,20	

V.6 PRECISÃO SOB CONDIÇÕES DE REPETIBILIDADE

A) Procedimento de determinação utilizado:



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Para o estudo de repetibilidade, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em três níveis diferentes, replicatas independentes conforme descrito abaixo, e analisadas sob as mesmas condições de medição.

- 6 fortificações no valor de 25 µg/kg, equivalente a 0,5*MRL.
- 6 fortificações no valor de 50 µg/kg, equivalente a 1,0*MRL.
- 6 fortificações no valor de 75 µg/kg, equivalente a 1,5*MRL.

Em seguida foram calculados a média global, desvio padrão e os coeficientes de variação (%).

B) Resultados Obtidos

A tabela 5 apresenta os resultados obtidos no ensaio de precisão sob condições de repetibilidade. Como critério de aceitação para as concentrações estudadas, CV deve ser menor que 20%.

Tabela 5: Coeficientes de Variação obtidos nos testes de precisão sob condições de repetibilidade

Replicatas		0,5*MRL 25µg/kg	1,0*MRL 50µg/kg	1,5*MRL 75µg/kg
Passo 1	1	26.2	57.1	79.1
	2	25.0	48.4	71.3
	3	28.1	46.7	85.0
	4	27.5	49.7	76.3
	5	27.4	55.9	75.1
	6	25.6	45.4	66.2
Passo 2	1	24.4	43.2	76.5
	2	19.9	50.9	75.4
	3	26.9	44.8	91.6
	4	25.8	44.1	71.1
	5	25.8	49.9	95.3
	6	25.8	50.9	77.1
Passo 3	1	23.3	44.0	71.9
	2	26.8	47.1	71.9
	3	31.0	50.3	66.1
	4	21.3	54.8	71.6
	5	20.5	61.5	75.3
	6	21.2	51.0	82.5
Média		25.1	49.8	76.59



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Desvio padrão		2.9	5.0	6.03
CV (%)		11.62	10.11	7.87

V.7 PRECISÃO SOB CONDIÇÕES DE REPRODUTIBILIDADE

A) Procedimento de determinação utilizado:

Para o estudo de reprodutibilidade, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em três níveis diferentes, conforme descrito abaixo, e analisadas em diferentes condições. As variáveis determinantes foram: dia de análise, analista de preparo da análise e analista de quantificação da análise.

- 6 fortificações no valor de 25 µg/kg, equivalente a 0,5*MRL.
- 6 fortificações no valor de 50 µg/kg, equivalente a 1,0*MRL.
- 6 fortificações no valor de 75 µg/kg, equivalente a 1,5*MRL.

Tabela 6: Variação de analistas considerada no estudo de reprodutibilidade

Nº Amostras	Níveis	Dia	Analista Preparo	Analista Instrumental
18	3	01	Eriedna Conceição	Hellen Almeida
18	3	02	Hellen Almeida	Fernanda Brandão
18	3	03	Fernanda Brandão	Eriedna Conceição

Foram calculados a média global, desvio padrão e os coeficientes de variação.

B) Resultados Obtidos

A tabela 7 apresenta os resultados para todos os níveis de fortificação. Como critério de aceitação para as concentrações estudadas, CV deve ser menor que 20%.

Tabela 7: Coeficientes de Variação obtidos nos testes de precisão sob condições de reprodutibilidade

Replicatas		0,5*MRL. 25µg/kg	1,0*MRL. 50µg/kg	1,5*MRL. 75µg/kg
Passo 1	1	26,3	58,2	78,9
	2	27,3	48,9	72,3
	3	29,3	47,2	84,6
	4	27,8	49,8	77,2
	5	25,9	56,3	75,4
	6	25,3	49,2	66,5
	1	24,3	45,3	76,8



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Passo 2	2	18,6	50,8	75,6
	3	26,8	45,2	92,3
	4	25,4	44,3	72,3
	5	25,2	51,0	94,5
	6	24,8	50,6	78,3
	Passo 3	1	23,4	49,7
2		25,9	46,2	72,3
3		30,0	50,2	66,5
4		24,0	54,2	70,6
5		21,6	62,3	75,4
6		21,3	52,3	81,4
Média		25,18	50,65	76,77
Desvio padrão		2,80	4,71	7,65
CV (%)		11,12	9,30	4,83

V.8 DETERMINAÇÃO DE CC alfa (para substância permitida, $\alpha=5\%$)

A) Procedimento de determinação utilizado:

O $CC\alpha$ foi calculado a partir do desvio padrão obtido no ensaio de precisão sob condições de reprodutibilidade. Como o analito em questão é de uso permitido, uma curva de calibração foi criada seguindo as séries de normas da ISO 11843, sendo o $CC\alpha$ determinado como a concentração correspondente ao limite permitido mais 1,64 vezes o desvio padrão da reprodutibilidade do teor medido no limite máximo de resíduo (LMR). A tabela 8 apresenta os resultados obtidos para o $CC\alpha$.

B) Resultados Obtidos

Tabela 8: Dados e cálculos utilizados para calcular o $CC\alpha$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

Desvio padrão da reprodutibilidade	LMR	$CC\alpha = \text{LMR} + 1,64 * \text{DP reprodutibilidade}$
4,71	50	57,72

V.9 DETERMINAÇÃO DE CC beta (para substância permitida, $\beta=5\%$)

A) Procedimento de determinação utilizado:

O $CC\beta$ foi calculado a partir do desvio padrão obtida no ensaio de precisão sob condições de reprodutibilidade. Como o analito em questão é de uso permitido, uma



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

curva de calibração foi criada seguindo as séries de normas da ISO 11843, sendo o $CC\beta$ determinado como o $CC\alpha$ mais 1,64 vezes o desvio padrão da reprodutibilidade. Abaixo são apresentados os resultados obtidos para o CC beta.

B) Resultados Obtidos

Abaixo é apresentado o cálculo de $CC\beta$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$):

$$CC\beta = CC\alpha + 1,64 * \text{Desvio padrão da reprodutibilidade}$$

$$CC\beta = 57,72 + 1,64 * 4,71$$

$$CC\beta = 65,44 \mu\text{g}/\text{kg}$$

V.10 ROBUSTEZ

O estudo de robustez avaliou as seguintes modificações, com as quais observou-se estabilidade no comportamento do método.

- [Variação de marca de reagentes](#)
- [Variação de marca de colunas cromatográficas](#)
- [Outros](#)

VI. CONCLUSÕES

A tabela abaixo resume os critérios avaliados e os confronta com os critérios de aceitação.

Parâmetro	Resultado Obtido	Critério	Avaliação
Seletividade	Ausência de interferentes no tempo de retenção do analito	Sinais < 30% do sinal do analito menor nível calibrado	Conforme
Linearidade	$R^2=0,993$	$R^2>0,98$	Conforme
Veracidade/Recuperação	Em $25\mu\text{g}/\text{kg}$, Rec=96,8%	Entre 80 e 110%	Conforme



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA ANIMAL

Repetitividade	Em 50µg/kg, Rec=100,8%	Entre 80 e 110%	Conforme
	Em 75µg/kg, Rec=97,9%	Entre 80 e 110%	Conforme
	Em 25µg/kg, CV=11,6%	CV<20%	Conforme
	Em 50µg/kg, CV=10,1%	CV<20%	Conforme
Reprodutibilidade	Em 75µg/kg, CV=7,8%	CV<20%	Conforme
	Em 25µg/kg, CV=11,1%	CV<20%	Conforme
	Em 50µg/kg, CV=9,3%	CV<20%	Conforme
	Em 75µg/kg, CV=4,8%	CV<20%	Conforme

O método referente ao estudo de validação nas condições descritas acima, comprovam que o mesmo é adequado ao uso pretendido, já que atende aos critérios estudados. Detalhes de cada parâmetro de validação constam no corpo desse relatório.

VII - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Manual de Garantia da Qualidade Analítica, 2011. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.
2. Instrução Normativa 24 de 14 de julho de 2009. Ministério da agricultura, Pecuária e Abastecimento.
3. Decisão da Comunidade Européia 657 de 17 de agosto de 2002, Jornal Oficial das Comunidades Européias, L221/8.
4. ISO 11843. Capability of detection

OBS: Os dados referentes ao LMR e demais parâmetros da validação, são fictícios e, portanto não refletem a realidade. Servem apenas para ilustração do modelo de relatório.



**RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE
RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL**

**RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE
RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS**
Em atendimento à Instrução Normativa Nº 01 de 16 de janeiro de 2007

Ensaio: *Multi-Resíduos de Agrotóxicos em Matrizes com alto teor de água*

Laboratório: *XXXXXXXXXX*

Elaboração/Revisão: Erick Soares Lins	Data: 29/08/11
Aprovação: Angelo de Queiroz Mauricio	Data: 29/08/11



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

VALIDAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE MULTI-RESÍDUOS DE AGROTÓXICOS EM MATRIZES COM ALTO TEOR DE ÁGUA

Denominação Técnica do Método:

Análise quantitativa multi-resíduos de agrotóxicos em matrizes com alto teor de água por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS) e por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas em *tandem* (LC-MS/MS), utilizando extração pelo método QuEChERS.

Laboratório Responsável:

[Nome do Laboratório]

Identificação/Código do Estudo de Validação Original:

[identificação/código dado pelo laboratório]

Os dados brutos deste estudo de validação encontram-se arquivados na [identificar a unidade] do laboratório.

Autores / Responsáveis:

Data do início do(s) Estudo(s):

Data da conclusão do(s) Estudo(s):

Nome
Responsável Técnico pelo(s) Estudo(s) de Validação
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

DECLARAÇÃO DE CONFORMIDADE ANALÍTICA

Declaramos que o estudo aqui apresentado foi executado da exata maneira descrita neste relatório, sendo os resultados obtidos reprodutíveis. Estes resultados refletem fielmente as conclusões aqui apresentadas.

Todos os rascunhos e dados brutos obtidos encontram-se disponíveis e arquivados definitivamente em nossos *back-up's* por meio de [fitas DAT, p.ex], sob as codificações internas de nossos registros, com rastreabilidade garantida pelo sistema da qualidade.

Este relatório foi elaborado e redigido pelos autores/responsáveis técnicos que se responsabilizam pelos dados aqui apresentados.

Nome
Responsável Técnico pelo(s) Estudo(s) de Validação
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa

Nome
Responsável Técnico pelo Laboratório
Cargo/Função:

dd/mm/aaaa



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

I. OBJETIVO

Este estudo tem como objetivo validar o método de análise quantitativa multi-resíduos de agrotóxicos em matrizes com alto teor de água por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS) e por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas *tandem* (LC-MS/MS), utilizando extração pelo método QuEChERS.

II. APLICABILIDADE DO MÉTODO

II-1. Limites de Referência

Os Limites de Referência considerados foram aqueles estabelecidos pela Coordenação de Controle de Resíduos e Contaminantes do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (CCRC/MAPA), conforme **Instrução Normativa n° 26/2010**.

II-2. Matrizes Avaliadas

Perante o grupo de Matrizes com alto teor de água, a matriz tomada como referência foi **Tomate**. A resposta do método foi avaliada no estudo do **Parâmetro Efeito Matriz** para as seguintes matrizes dentro do grupo representado (ref. CAC/GL 40-1993 Rev.1-2003):

Maçã, Melão, Cenoura e Pimentão.

III. PADRÕES E SOLUÇÕES DE TRABALHO

Tabela 1. Padrões utilizados no estudo de validação.

Nome	Lote	Fabricante	Grau de pureza (%)

Inserir tantas linhas quanto for necessário.

III-1. Concentração das soluções padrão estoque

Analitos X, Y e Z – solução em concentração 1000µg/ml.

Analito W – 100µg/mL

III-2. Padrão Interno

Foi utilizado como padrão interno para a análise do LC-MS/MS o ¹³C₆-Carbaryl.



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

IV. PRINCÍPIO DO MÉTODO

O método possui como princípio de extração e clean-up o procedimento QuEChERS modificado [ref]. Os analitos foram extraídos de XXg de amostra homogeneizada com solução de acetonitrila/ácido acético (99:1). Foi adicionado tampão (4g MgSO₄, 1g NaCl, 1g Na₃ citrato dihidratado e 0,5g Na₂H citrato sesquihidratado). Após agitação e centrifugação, foi retirada uma alíquota de XXmL do sobrenadante e adicionados XXmg de PSA e YYmg de MgSO₄. Feita nova centrifugação, uma nova alíquota de YYmL do sobrenadante foi retirada e transferida para o vial, adicionando-se acetonitrila na proporção 1:1.

Para a análise por LC-MS/MS, foram adicionados ao extrato XXµL do padrão interno ¹³C₆-Carbaryl.

Na ausência de material de referência e material de referência certificado para todos os analitos estudados, foram empregadas para validação direta, amostras brancas de [tomate](#), [melão](#), [cenoura](#) e [pimentão adquiridos de produção orgânica](#), fortificadas com soluções padrão mistas contendo todos os analitos em concentrações conhecidas.

V. PARÂMETROS AVALIADOS

Abaixo são relacionados os parâmetros de validação avaliados e respectivos resultados e critérios de aceitabilidade.

Todos os parâmetros aqui informados foram determinados e avaliados em atendimento às determinações da Área de Resíduos e Contaminantes em Alimentos da CGAL/SDA, em cumprimento aos preceitos da Instrução Normativa nº 01, de 16 de janeiro de 2007 e do Manual de Garantia da Qualidade Analítica.

V.1 EFEITO MATRIZ



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

Conhecendo-se a existência de efeito matriz para uma série de padrões de agrotóxicos a partir de dados da literatura, optou-se por realizar a validação do método assumindo-se a presença deste efeito. Assim, todas as curvas construídas na validação foram curvas matrizadas.

(Obs. Caso o laboratório opte por utilizar curva de calibração em solvente, deve demonstrar ausência de efeito matriz)

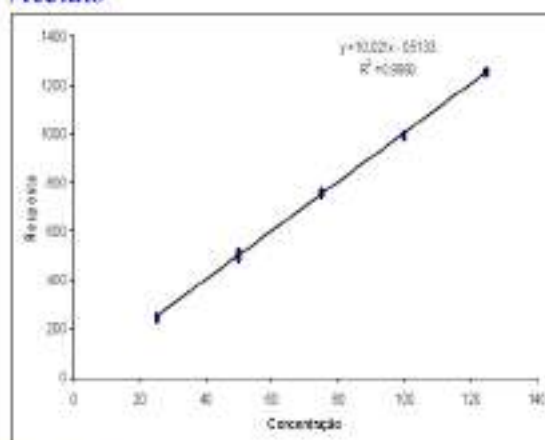
V.2 FAIXA LINEAR DE TRABALHO E LINEARIDADE

Foram analisados cinco níveis diferentes de concentração para a calibração, conforme planilha do anexo 1, a saber, 0,005, 0,010, 0,050, 0,100 e 0,150mg/kg.

Para realizar este estudo, foram realizadas 5 replicatas em cada uma das concentrações e determinado o coeficiente de correlação quadrático para a curva de calibração. Abaixo são apresentadas as curvas de cada analito, na matriz representativa (tomate) e nas matrizes representadas (Maçã, Melão, Cenoura e Pimentão), inclusive o respectivo coeficiente de correlação quadrático.

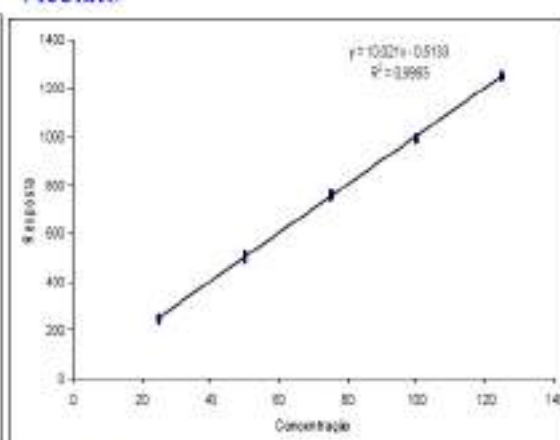
[inserir gráficos]

Matriz: Tomate
Acefato



Matriz: Tomate
Alacloro

Matriz: Melão
Acefato



Matriz: Melão
Alacloro



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

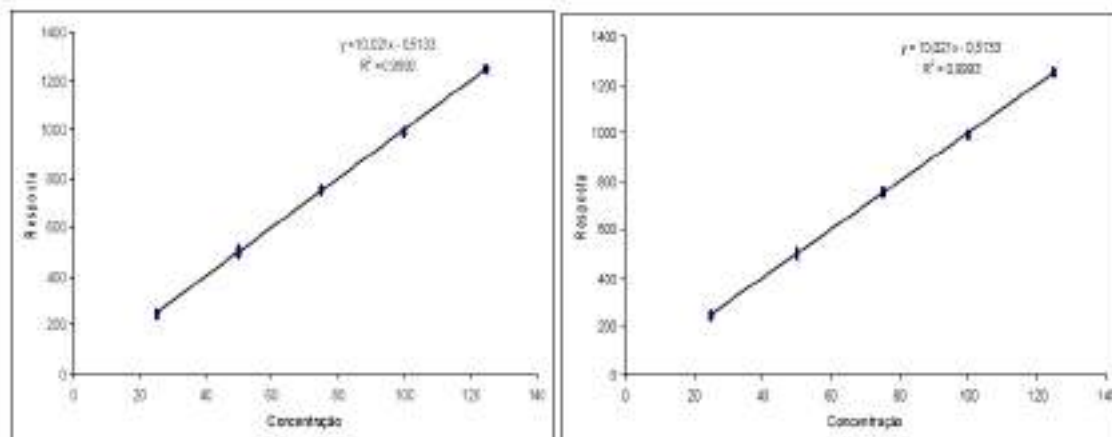


Figura 1: Representação gráfica da curva de calibração do ensaio.

Obs.: O laboratório pode inserir gráficos com curvas sobrepostas de matrizes para cada analito.

A análise de resíduos das curvas de calibração é apresentada abaixo. O critério de aceitabilidade é que seja menor do que $\pm 20\%$.

[inserir figura da análise dos resíduos]

Foi considerada a faixa de 0,005 a 0,150mg/kg como faixa de trabalho linear para todos analitos, exceto Ciflutrina, Etion e Pirimicarbe. Para estes a linearidade observada se encontrava nas seguintes faixas:

Ciflutrina: 0,005-0,1mg/kg

Etion: 0,01-0,150mg/kg

Pirimicarbe: 0,01-0,150mg/kg

[inserir respectivos gráficos]

V.3 DEMAIS MATRIZES

Nesse estudo, as variâncias para as replicatas com matriz de referência e outra matriz são relacionadas pelo Teste F (Snedecor) com o objetivo de verificar a homogeneidade das variâncias. Uma variância é dividida pela outra (com a maior variância no numerador) e o



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

valor é comparado com a tabela de valores F para n-1 graus de liberdade e índice de confiança de 95%, pelo menos.

Para este método, a calibração é feita em curva matrizada. Os valores de F calculados para cada nível de concentração estão apresentados na tabela B do anexo 1. A matriz utilizada como referência foi **Tomate**, e cada nível foi analisado em 5 replicatas.

Para avaliar a aplicabilidade do método para as outras matrizes propostas, foram comparadas as curvas de calibração, e estudos de recuperação. Os resultados encontrados, bem como os resultados de teste F são mostrados na tabela B do Anexo 1 deste documento.

Com os resultados apresentados, assume-se que o uso de calibração em matrizes brancas de Tomate é suficiente para as demais matrizes do grupo.

V.4 LIMITES DE DETECÇÃO E DE QUANTIFICAÇÃO (LOD E LOQ)

O nível mais baixo estudado para todo o pool de analitos no qual os critérios de acurácia e precisão foram atendidos é apresentado na tabela A do anexo 1 (obtido do nível mais baixo calibrado).

[Descrever cálculo do LOD e do LOQ]

V.5 ESPECIFICIDADE

Obs.: O laboratório deve investigar em literatura científica a existência de estudos que apresentem substâncias que possam ser potenciais interferentes para o analito em questão, como: isômeros, metabólitos, produtos de degradação, substâncias endógenas, constituintes da matriz etc., e descrever o procedimento executado para contornar esta interferência.

Abaixo são apresentados cromatogramas das amostras não fortificadas, a fim de demonstrar que não há sinais da matriz que interfiram na região cromatográfica de interesse.

[inserir cromatogramas representativos]



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

Foram abordados dois parâmetros para esta avaliação, apresentados na tabela abaixo: denominação dos íons quantificador/qualificador e tempo de retenção, apresentados na tabela abaixo:

Tabela 1. Parâmetros de fragmentação dos agrotóxicos estudados:

ID	Agrotóxico	Tempo de Retenção (min)	DP (V)	1ª transição (quanti)		2ª transição (quali)	
				Q1/Q2	CE (V)	Q1/Q2	CE (V)
1	Acefato	1,9	50	184,1/143,1	15	184,1/113,0	35
2	Alacloro	17	40	270,1	30	270,1/238,1	15

Inserir quantas linhas forem necessárias

DP: Potencial de declustering para os íons precursores

CE: Energia de colisão

V.6 VERACIDADE

O cálculo da veracidade foi feito a partir do parâmetro **RECUPERAÇÃO**, já que não estava disponível um MRC (Material de Referência Certificado).

V.7 EXATIDÃO/ RECUPERAÇÃO

Para o estudo de recuperação, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em 3 níveis diferentes, conforme descrito abaixo.

- 5 fortificações no menor nível calibrado.
- 5 fortificações no nível do LMR (ou LMDR, ou Limite de Referência Default).
- 5 fortificações em 0,1mg/kg

O cálculo da recuperação foi baseado na seguinte fórmula:



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

$$\text{Recuperação (\%)} = \frac{\text{Conc. determinada na amostra} \times 100}{\text{Conc. adicionada na amostra}}$$

O critério de aceitação (faixa de 70% a 120%) está apresentado no documento SANCO 10684/2009.

Os resultados são apresentados na tabela A do Anexo I.

O analito **Carbossulfan** apresentou recuperação menor que 70%, e o analito **Trifluralina** apresentou recuperação maior que 120%. No entanto, dadas as características destes dois analitos e os bons resultados de ambos nos estudos de precisão, foram considerados satisfatórios para o método multiresíduos.

V.8 PRECISÃO SOB CONDIÇÕES DE REPETIBILIDADE

Para o estudo de repetibilidade, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em três níveis diferentes, conforme descrito abaixo, e analisadas sob as mesmas condições de medição. Este procedimento foi realizado mais duas vezes.

- 6 fortificações no nível 0,005mg/kg (menor nível calibrado),
- 6 fortificações no nível 0,01mg/kg,
- 6 fortificações no nível 0,1mg/kg.



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

Em seguida foram calculados a média global, desvio padrão e os coeficientes de variação. Os resultados obtidos no ensaio de precisão sob condições de repetibilidade são apresentados na tabela A do anexo 1.

V.9 PRECISÃO SOB CONDIÇÕES DE REPRODUTIBILIDADE

Para o estudo de reprodutibilidade, amostras brancas na mesma matriz foram fortificadas em três níveis diferentes, conforme descrito abaixo, e analisadas em diferentes condições. As variáveis determinantes foram: dia de análise, analista de preparo da análise e analista de quantificação da análise.

- 6 fortificações no nível 0,005mg/kg (menor nível calibrado).
- 6 fortificações no nível 0,01mg/kg.
- 6 fortificações no nível 0,1mg/kg.

Nº Amostras	Níveis	Dia	Analista Preparo	Analista Instrumental
18	3	01	Eriedna Conceição	Hellen Almeida
18	3	02	Hellen Almeida	Fernanda Brandão
18	3	03	Eriedna Conceição	Fernanda Brandão

Em seguida foram calculados a média global, desvio padrão e os coeficientes de variação. Os resultados obtidos no ensaio de precisão sob condições de repetibilidade são apresentados na tabela A do anexo 1.

V.10 INCERTEZA DE MEDIÇÃO

O cálculo de incerteza do método analítico considerou as seguintes fontes, como fatores que podem afetar o resultado da análise:

1. Pureza do padrão de Referência Certificado
2. Pesagem dos padrões e das amostras
3. Materiais volumétricos envolvidos



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

4. Curva de Calibração
5. Reprodutibilidade parcial (CV%)

Apenas dois destes fatores contribuem de forma significativa para a incerteza do método (curva de calibração e reprodutibilidade parcial), tendo as demais contribuição desprezível. Para o cálculo da incerteza da curva de calibração, utilizou-se o procedimento [descrever procedimento e cálculos], e para a incerteza associada à reprodutibilidade parcial, foi utilizado o valor de CV no nível 0,01mg/kg.

Para combinação dessas incertezas, foi utilizado o procedimento [descrever procedimento e cálculos], chegando-se assim ao valor de incerteza expandida do método para cada analito/matriz, descritos na tabela A do Anexo 1.

V.11 ROBUSTEZ

O estudo de robustez é feito por meio do monitoramento dos resultados das Amostras Controle e verificações de desempenho do sistema ao longo da rotina.

Obs. O laboratório deve descrever outros mecanismos de avaliação da robustez, caso opte por tal.

VI. CONCLUSÕES

A tabela abaixo resume a avaliação dos parâmetros de validação inicial do método:



RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

Tabela 10: Parâmetros estudados e conclusões a respeito dos critérios de aceitação

Parâmetro	Critério de Aceitação	Avaliação
Linearidade	Resíduos $\leq \pm 20\%$ na curva de calibração	Conforme
Efeito Matriz	Comparação entre a curva em solvente e curva na matriz: $F_{calc} < F_{tab}$ e $t_{calc} < t_{tab}$	Conforme
LOQ	Nível mais baixo \leq LMR observado, que atenda os critérios de acurácia e precisão.	Conforme
Especificidade	Resposta obtida da amostra não fortificada, $< 30\%$ do LOQ.	Conforme
Acurácia	Recuperação média nos dois níveis fortificados, entre 70 e 120%.	Conforme
Precisão (Repetibilidade)	$CV \leq 20\%$	Conforme
Precisão (Reprod. intralaboratorial)	$CV \leq 20\%$	Conforme

O método referente ao estudo de validação nas condições descritas acima, comprovam que o mesmo é adequado ao uso pretendido, já que atende aos critérios estudados. Detalhes de cada parâmetro de validação constam no corpo desse relatório.

VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Manual de Garantia da Qualidade Analítica, 2011. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.
2. Instrução Normativa 24 de 14 de julho de 2009. Ministério da agricultura, Pecuária e Abastecimento.
3. Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed, SANCO No 10684/2009.





MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO
SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA
COORDENAÇÃO GERAL DE APOIO LABORATORIAL – CGAL
RESÍDUOS E CONTAMINANTES EM ALIMENTOS

POP/RCA/CGAL nº 03

Página 014 de 014

Data: 29/08/2011

Versão 01

RELATÓRIO DE VALIDAÇÃO DE MÉTODOS DE ANÁLISE DE RESÍDUOS QUÍMICOS EM ALIMENTOS – ÁREA VEGETAL

OBS: Os dados referentes ao LMR e demais parâmetros da validação, são fictícios e, portanto não refletem a realidade. Servem apenas para ilustração do modelo de relatório.

Tabela A: Resultados dos estudos de Linearidade, Recuperação, Repetitividade e Reprodutibilidade e Incerteza de medição

Matriz:	Tomate														
	Analito	LD (mg/kg)	LQ (mg/kg)	Linearidade		[menor nível calibrado] (mg/kg)			[próximo ao LMR default, ou 0.01] (mg/kg)			outro nível (0,1mg/kg, p. ex)			Incerteza (%)
				Intervalo (mg/kg)	R ²	Recuperação Média (%)	Repe CV(%)	Repro CV(%)	Recuperação Média (%)	Repe CV(%)	Repro CV(%)	Recuperação Média (%)	Repe CV(%)	Repro CV(%)	
1	Acefato	0,0027	0,01	0,010-0,150	0,9946	86,76	7,3	7,43	77,63	9,19	11,3	70,62	6,95	6,97	22,29
2															
3															
4															
5															
6															
7															
8															
9															
10															
11															
12															
13															
14															
15															
16															
17															
18															
19															
20															
21															
22															
23															
24															
25															
etc															

Tabela B: Resultados obtidos para teste do efeito da matriz no método analítico, comparando as variâncias entre a matriz de referência Tomate e as demais.

B-1. Tomate x Maçã

Analito	R ²		[menor nível calibrado] mg/kg			[próximo ao LMR default, ou 0,01] (mg/kg)			outro nível (0,1mg/kg, p. ex)			Efeito matriz	
			Tomate	Maçã		Tomate	Maçã		Tomate	Maçã			
			Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)		
1 Acefato	0.9946	0.9955										inserir Fcalc	Ftab
2													
3													
4													
5													
6													
7													
8													
9													
10													
11													
12													
13													
14													
15													
etc													

Nº de replicatas de cada nível = 5

B-2. Tomate x Melão

Analito	[menor nível calibrado] mg/kg		[próximo ao LMR default, ou 0,01] (mg/kg)			outro nível (0,1mg/kg, p. ex)			Efeito matriz			
	R ² Tomate	R ² Melão	Tomate		Melão		Tomate				Melão	
			Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Recuperação Média (%)			Área do Pico	Recuperação Média (%)
1 Acefato	0,9946	0,9955									inserir Fcalc	Ftab
2												
3												
4												
5												
6												
7												
8												
9												
10												
11												
12												
13												
14												
15												
etc												

Nº de replicatas de cada nível = 5

B-3. Tomate x Cenoura

Analito	[menor nível calibrado] mg/kg		[próximo ao LMR default, ou 0,01] (mg/kg)			outro nível (0,1mg/kg, p. ex)			Efeito matriz				
	R ² Tomate	R ² Cenoura	Tomate	Cenoura		Tomate	Cenoura				Tomate	Cenoura	
			Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)			Área do Pico	Área do Pico	Recuperação Média (%)
1 Acetato	0,9946	0,9955										inserir Fcalc	Ftab
2													
3													
4													
5													
6													
7													
8													
9													
10													
11													
12													
13													
14													
15													
etc													

Nº de replicatas de cada nível = 5

B-4. Tomate x Pimentão

Analito			[menor nível calibrado] mg/kg			[próximo ao LMR default, ou 0,01] (mg/kg)			outro nível (0,1mg/kg, p. ex)			Efeito matriz		
	R ²	R ²	Tomate		Pimentão	Tomate		Pimentão	Tomate		Pimentão			
	Tomate	Pimentão	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico	Recuperação Média (%)	Área do Pico			Recuperação Média (%)
1 Acetato	0,9946	0,9955											inserir Fcalc	Ftab
2														
3														
4														
5														
6														
7														
8														
9														
10														
11														
12														
13														
14														
15														
etc														

Nº de replicatas de cada nível = 5

