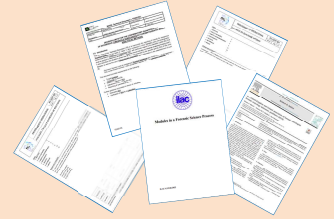


### INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

A garantia da qualidade dos resultados do Serviço de Química e Toxicologia Forenses (SQTF) do INMLCF/IP é assegurada pelo cumprimento do programa de controlo de qualidade interno (e, sempre que possível, pela participação em ensaios interlaboratoriais).

O Controlo de Qualidade em laboratórios forenses constitui uma ferramenta essencial para garantir a confiança com os seus clientes. Paralelamente, enquanto laboratório forense de carácter essencialmente analítico, o seu produto corresponde à execução de ensaios laboratoriais e à correspondente emissão dos resultados obtidos. Assim, para um produto deste tipo, as ações de Controlo da Qualidade dividem-se em ações de âmbito interno (vocacionadas para o controlo da precisão e cuja realização depende da vontade do laboratório) e externo (dirigidas para o controlo da exatidão, normalmente dependente duma intervenção externa).

Este trabalho pretende abordar as ações de âmbito interno, como são os conceitos de controlo de qualidade interno e de avaliação dos resultados, aplicadas a ensaios realizados por cromatografia, bem como a sua correspondente aplicação efetiva no Laboratório.



### METODOLOGIA

#### Receção e registo de amostras

Receção e verificação dos documentos e das amostras recebidas para exame toxicológico

#### Fase analítica - Assegurar a validade dos resultados

##### Aplicação dos critérios de Controlo de Qualidade Interno

O Controlo de Qualidade Interno deve definir um conjunto de mecanismos capazes de garantir a verificação da conformidade de parâmetros predefinidos para aceitação dos resultados dos ensaios e a sua metodologia deve ser adaptada aos diferentes tipos de procedimentos de ensaio.

##### Avaliação dos resultados

A avaliação e o correspondente cálculo dos resultados revelam-se tão importantes quanto analisar amostras representativas e executar adequadamente a técnica de análise selecionada. Avaliar e calcular corretamente os resultados e expressá-los de forma adequada tem uma influência crítica no valor probatório do resultado apresentado em cada relatório emitido.

##### Participação em ensaios de aptidão

#### Emissão do resultado

Validação técnica dos resultados analíticos obtidos

Emissão do relatório pericial

#### CONTROLO DE QUALIDADE INTERNO - CRITÉRIOS GERAIS EM CROMATOGRAFIA / ESPETROMETRIA DE MASSA

##### Sequência analítica

1. Branco de reagentes
2. Calibradores (se quantificação)
3. Amostra branca
4. Controlo(s) positivo(s)
5. Amostra branca
6. Duplicados de amostras para ensaio (se quantificação)
7. Controlo positivo

##### Controlos positivos

- Fortificação com materiais de referência cuja origem e/ou preparação seja independente relativamente à dos materiais utilizados nas curvas de calibração
- Garantia da presença dos sinais iónicos selecionados nas substância de referência
- Sinais iónicos  $\rightarrow S/R > 3$
- Analísados em duplicado ( $x1$  e  $x2$ ). Nos casos em que a diferença absoluta entre os replicados é inferior ao limite de repetibilidade aplicável o resultado final é a média aritmética das duas determinações  $((x1+x2)/2)$ . Em cada série analítica deve existir, no mínimo, para cada substância quantificada, um controlo em que a diferença entre os replicados é inferior ao limite de repetibilidade. Caso tal não seja possível a análise deve ser repetida para as substâncias afetadas. O resultado médio obtido para os controlos deve cumprir o seguinte critério de aceitação  $\pm 20\%$

##### Amostra branca

- Não deve ser detetada a presença das substâncias pesquisadas nem outros sinais interferentes significativos

##### Branco de reagentes

- Não deve ser detetada a presença das substâncias pesquisadas nem outros sinais interferentes significativos

##### Curva de calibração

- Mínimo de 5 pontos.  $r^2 \geq 0,99$
- 75%, num mínimo de 5 calibradores, devem cumprir o critério predefinido ( $\pm 20\%$ )
- Ponto de calibração anómalo se valor residual  $> 2 S_y/x$
- É permitido o uso de curvas de calibração ponderadas desde que suportadas por ferramentas validadas e controladas.

##### Notas importantes

- O percurso analítico começa pela aplicação de ensaios de rastreio, seguidos de procedimentos de confirmação e/ou quantificação em momentos distintos.
- Os procedimentos de ensaio devem incluir mecanismos que permitam monitorizar ao longo do tempo a validade dos limites de deteção e quantificação em vigor (Ex. cartas de controlo)

#### AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS



##### Métodos de Triagem e confirmação qualitativa

- A triagem e a confirmação qualitativa são efetuadas por comparação das intensidades relativas dos iões/transições selecionados

- Os iões são monitorizados nas amostras de ensaio e na amostra controlo, devendo ser respeitados os intervalos indicados na tabela 1.

Íon	Amostra	Controlo	Intervalo
1	100	100	±10%
2	100	100	±10%
3	100	100	±10%
4	100	100	±10%

- O  $t_{RR}$  ( $t_{RR} = t_{R \text{ AMOSTRA}}/t_{R \text{ REFERÊNCIA}}$ ) do sinal cromatográfico da substância a identificar deve ser idêntico ( $\pm 1\%$ ) ao da substância de referência presente na amostra controlo;

- A concentração estimada para o analito deve ser superior ao LD



##### Métodos de Quantificação

- As curvas de calibração são construídas a partir das áreas relativas (área do pico da substância de interesse/área do pico do PI) obtidas para cada um dos calibradores.

- A concentração é calculada por interpolação na curva de calibração da área relativa calculada para o pico da substância de interesse presente na amostra de ensaio.

- As amostras são analisadas em duplicado ( $x1$  e  $x2$ ). Nos casos em que a diferença absoluta entre os valores obtidos é inferior ao LR o resultado final é a média aritmética das duas determinações  $(x1+x2/2)$ .

- Nos casos em que a diferença absoluta entre os valores é superior ao LR a análise deve ser repetida.

### DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

O Instituto Nacional de Medicina Legal e Ciências Forenses, I. P. (INMLCF, I. P.), considerado instituição nacional de referência, tem a natureza de laboratório do Estado, estando integrado na administração indireta do Estado, dotado de autonomia administrativa e financeira e de património próprio, prosseguindo atribuições do Ministério da Justiça. Dentro da organização médico-legal, cabe ao SQTF a aplicação de métodos e práticas científicas para investigar os efeitos nocivos que drogas ou outras substâncias químicas tóxicas possam ter no indivíduo. Tendo o SQTF como principal objetivo a manutenção da qualidade dos serviços prestados, reconhecendo o impacto que têm para a sociedade em geral e para a Administração da Justiça em particular, tem implementado um Sistema de Gestão da Qualidade baseado na Norma NP EN ISO/IEC 17025 (Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração).

As principais medidas adotadas pelo SQTF para garantir a qualidade dos seus resultados, baseadas em referências internacionais, preveem a inclusão de controlos internos da qualidade. Paralelamente, todos os métodos analíticos possuem critérios de aceitação/rejeição de resultados, os métodos analíticos utilizam padrões internos e os controlos são representativos da matriz das amostras a analisar.

**Assim, a credibilidade do resultado emitido é garantida, contribuindo para uma Justiça baseada em decisão íntegra, pilar fundamental do nosso Estado de Direito.**