

SUMÁRIO

- 1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO**
- 2 REFERÊNCIAS**
- 3 DEFINIÇÕES**
- 4 METODOLOGIA**

1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO

O presente documento tem o objetivo estabelecer os critérios para calibração de equipamentos complexos (descritos neste documento) e as exigências no processo de reconhecimento pela Rede Metrológica RS em relação à calibração, checagem, qualificação e garantia da qualidade dos mesmos, bem como orientar sobre o uso e avaliação de materiais de referência e materiais de referência certificados.

2 REFERÊNCIAS

- NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- NBR ISO 17034 - Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência
- VIM – Vocabulário Internacional da Metrologia.
- DOC CGCRE 33 - Orientações sobre análise crítica da documentação associada aos materiais de referência adquiridos

3 DEFINIÇÕES

- **Calibração:** Operação que estabelece, sob condições especificadas, num primeiro passo, uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e as indicações correspondentes com as incertezas associadas; num segundo passo, utiliza esta informação para estabelecer uma relação visando à obtenção de um resultado de medição a partir de uma indicação.
- **Equipamentos Complexos:** Equipamentos que não possuem grandezas facilmente rastreadas ao SI. Os equipamentos complexos descritos neste documento são os que podem ser considerados nas avaliações de laboratórios. Caso o equipamento não esteja citado neste documento, ele deve ser calibrado diretamente em um laboratório pertencente à RBC ou que seja reconhecido pela Rede Metrológica RS segundo a norma NBR ISO/IEC 17025.
- **Erro de medição:** Diferença entre o valor medido duma grandeza e um valor de referência. Usualmente relacionado com o Erro Sistemático.
- **Garantia da Validade dos Resultados:** Manutenção e monitoramento da qualidade do ensaio/calibração ao longo do tempo, com a precisão e exatidão requerida.
- **Incerteza de Medição:** Parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando, com base nas informações utilizadas. Usualmente relacionado com o Erro Aleatório.

- Material de Referência (MR): Material, suficientemente homogêneo e estável em relação a propriedades específicas, preparado para se adequar a uma utilização pretendida numa medição ou num exame de propriedades qualitativas.
- Material de Referência Certificado (MRC): Material de referência acompanhado de uma documentação emitida por uma entidade reconhecida, a qual fornece um ou mais valores de propriedades especificadas com as incertezas e as rastreabilidades associadas, utilizando procedimentos válidos.
- Qualificação do Provedor Externo: Equipamento que possui uma aprovação formal do provedor externo (antigo termo usado era fornecedor), realizada mediante processo in loco, onde o instrumento é verificado e considerado apto ao uso. A qualificação pressupõe e emissão de um certificado/laudo/relatório do provedor externo. Qualificação não pode ser considerada uma calibração.
- Checagem: Uso de padrões de checagem ou padrões de trabalho em cartas de controle ou outros procedimentos de garantia da qualidade, quando aplicável. Também podem ser realizadas checagens intermediárias nos equipamentos de medição (termo anterior era verificação).

4 METODOLOGIA

4.1 Calibração, qualificação e checagem de equipamentos

A tabela abaixo apresenta os equipamentos considerados complexos pela Rede Metrológica RS e suas diretrizes para frequência de calibração, checagem e garantia da validade dos resultados.

Equipamento	Exigência	Montagem da Curva Analítica	Checagem
pHmetro e Condutivímetro	Calibração mínima anual por laboratório competente*	No pH e condutividade os MRC devem ser usados em diferentes faixas para a calibração. Exemplo: pH 7,0; 4,0; 10,0. Valor de condutividade baixa, média ou alta. Usar MRC para montar a curva.	Carta controle com MR ou MRC (pode-se controlar a precisão apenas com MR).
Turbidímetro	calibração por laboratório competente, se houver.	Usar MRC para montar a curva.	Carta controle com amostras de trabalho e/ou cartas de controle com MR ou MRC (pode-se controlar a precisão apenas com MR).
Absorção Atômica			Carta controle com MR ou MRC (pode-se controlar a precisão apenas com MR).
Cromatografia a Gás / Espectrometria de Massa (GCMS), Cromatografia Líquida (HPLC), Cromatógrafo de Íons.			
Espectrômetros T-IR, FT-NIR, Espectroscopia U.V./Visível			
ICP OES (espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente), ICP-MS (espectrometria de massa com plasma acoplado indutivamente)			
	Calibração da	-	Análise da limpeza das lentes.

Microscópio	régua utilizada na lente (área dimensional) – se usar régua.		Para microscópios da área de ensaios metalográficos, recomenda-se a utilização de <i>softwares</i> que executam checagens intermediárias deste tipo de equipamento.
Estufas	Calibração das temperaturas internas da estufa por laboratório competente (perfil térmico).	-	Verificar se atende aos critérios de homogeneidade estipulados para o perfil térmico (usualmente constam no método de ensaio). Após verificação inicial, deve-se checar a estufa com equipamento calibrado por laboratório competente.

*Esta periodicidade pode ser modificada, com embasamento em evidências que permitam tal ação.

A qualificação do equipamento pelo fabricante não é um requisito obrigatório. A mesma pode ser feita pelo laboratório, caso considere pertinente. O laboratório deve garantir a rastreabilidade ao SI nos ensaios realizados. Usualmente isso é obtido através da calibração por laboratório externo e/ou com o uso de MRC acreditado com base na ISO17034. Para a calibração dos equipamentos acima deve-se utilizar laboratórios que possuam reconhecimento ou acreditação segundo a NBR ISO/IEC 17025 (laboratório competente).

Como itens adicionais de Garantia da Validade dos resultados são recomendados estudos internos de repetibilidade e reprodutibilidade, linearidade e análise do Limite de Quantificação (quando aplicável) e participação em ensaios de proficiência. A tendência de resultados deve ser analisada.

Nota: demais equipamentos como balança, termômetros, vidrarias, cronômetros, entre outros, que são facilmente rastreáveis ao SI, não fazem parte do escopo deste procedimento e devem ser calibrados por laboratórios competentes.

Para análise crítica da calibração de equipamentos deve-se comparar o Erro Total (ET) da calibração, sendo este calculado pela soma em módulo do Erro Sistemático (ES) e do Erro Aleatório/Incerteza (EA), do equipamento calibrado (em cada ponto calibrado) e verificar se o mesmo é inferior ao Erro Máximo Admissível (EMA) estipulado pelo laboratório, por normas, pelo fabricante, entre outros.

Destaca-se que o laboratório tem a possibilidade de corrigir o ES se considerar conveniente e necessário. Desta forma, o cálculo do ET fica relacionado somente com a incerteza do instrumento de medição utilizado.

Lógica:

$$ET = |ES| + |EA|$$

ES = usualmente apresentado como o erro do certificado de calibração

EA = incerteza de medição expandida do certificado de calibração

Critério: $ET < EMA$

Nota: o laboratório também poderia utilizar o critério do ET se menor ou igual ao EMA.

4.1 Uso de Materiais de Referência

O laboratório deve primar pelo uso de um MRC que foi produzido de acordo com as diretrizes da norma NBR ISO 17034. O Material de Referência é considerado certificado quando a sua rastreabilidade metrológica for declarada, o que não é mandatório para o MR não certificado. Caso exista MRC disponível, o laboratório deve utilizar o mesmo para garantia da rastreabilidade e exatidão do seu ensaio.

A definição do MRC contida no ABNT ISO Guia 30 requer que o valor da propriedade certificada seja caracterizado por um procedimento metrologicamente válido, com sua incerteza associada e o estabelecimento da rastreabilidade metrológica. A rastreabilidade metrológica é definida como a propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência por meio de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza da medição. A caracterização de um MRC deve ser idealmente rastreável ao SI ou a uma escala internacionalmente aceita.

No caso de Materiais de Referência Certificados para propriedades físicas, é normalmente possível estabelecer uma cadeia ininterrupta de calibrações instrumentais que relacionam a medição às unidades de base do SI, realizada em um Instituto Nacional de Metrologia. O problema é maior no caso de medições químicas, onde os métodos usados podem abranger desde métodos primários de medição, que são os métodos que possuem as mais altas qualidades metrológicas para o qual uma declaração completa de incerteza pode ser feita em termos de unidades do SI (ex. espectrometria de massas de diluição isotópica, coulometria e gravimetria) e cujos resultados são, portanto, aceitos sem referência a um padrão ou grandeza, até métodos bem definidos para os quais pode ser demonstrada rastreabilidade a uma escala de medição aceita internacionalmente (ex. escala de pH). Cada certificado, entretanto, deve conter uma declaração onde os princípios dos procedimentos de medição são claramente definidos, com evidências de sua validade e a escala de medição à qual eles são rastreáveis.

O certificado de um MRC deve conter as seguintes informações: nome e endereço do produtor do material de referência, título do documento, identificação do material, código e lote do material, descrição do material de referência, instruções para utilização e armazenamento, qualquer situação de risco referente ao uso do material de referência, nível de homogeneidade, valores atribuídos e incertezas associadas, declaração da rastreabilidade metrológica, métodos empregados para a obtenção de valores de propriedade, valores obtidos por laboratórios ou métodos individuais, valores não certificados (indicativos ou informativos), data da certificação, prazo de validade, nome e assinatura dos responsáveis.

Histórico de Revisões do Documento:

Rev.	Data	Alteração	Elaboração	Análise e Aprovação
04	AGO/18	Ajuste nos termos da nova versão da norma ISO/IEC 17025:2017. Inclusão da norma ISO17034. Mudança na coluna "Montagem da Curva Analítica" colocando o uso do MRC neste processo que estabelece a exatidão da análise.	Filipe Albano	João Lerch
05	DEZ/19	Ajuste nos critérios da qualificação de equipamentos, uso de MRC para curva analítica e uso obrigatório de MRC, quando disponível.	Filipe Albano	João Lerch
06	SET/21	Exclusão da exigência da qualificação de equipamentos. Ênfase maior na garantia de rastreabilidade dos resultados ao SI.	Márcia Cardoso	João Lerch