

Aplicação da norma NIT-Dicla-030

**RASTREABILIDADE METROLÓGICA AO SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES NA
ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS E NO RECONHECIMENTO DA CONFORMIDADE AOS
PRINCÍPIOS DAS BPL**

Renata Martins Horta Borges

Olga Benário Leal

Divisão de Acreditação de Laboratórios

Coordenação Geral de Acreditação



Material de Referência

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

Material de referência acompanhado de uma documentação emitida por um organismo com autoridade, a qual fornece um ou mais valores de propriedades especificadas com as incertezas e as rastreabilidades associadas, utilizando procedimentos válidos.

Ref.: Vocabulário Internacional de Metrologia, Conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2008)..

Produtor de Materiais de Referência

Organismo (organização ou empresa, pública ou privada) que é completamente responsável pelo planejamento do projeto e gestão, atribuição e decisão dos valores de propriedade e incertezas associadas, autorização de valores de propriedade e emissão de certificado ou outras declarações para materiais de referência que produz.

- ✓ ABNT ISO GUIA 31:2000 – Conteúdo dos Certificados (em revisão no âmbito do ISO/REMCO)
- ✓ ISO GUIDE 35:2006 – *Reference materials – General and statistical principles for certification*

Ref.: ISO Guide 34:2009 – Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.



Informações a serem analisadas previamente à avaliação de um laboratório

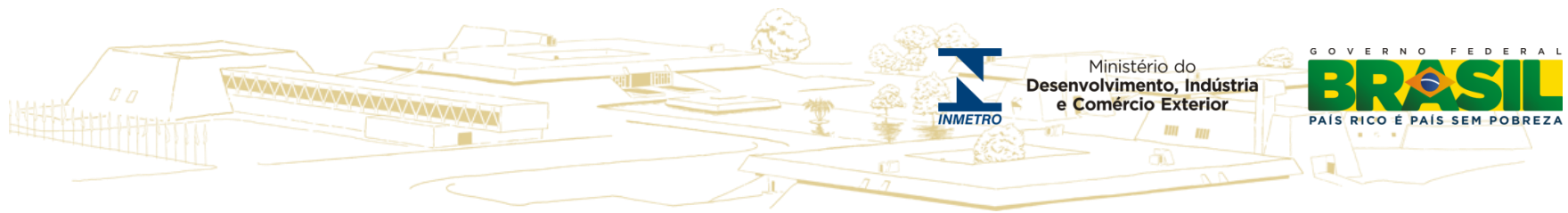
Para materiais de referência certificados

1. Verificar se o PMR atende aos requisitos descritos na NIT-Dicla-030, revisão 04:

- Laboratórios integrantes da Diretoria de metrologia Científica e Industrial do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro);
- Laboratórios brasileiros designados pelo Inmetro a serem signatários do acordo de reconhecimento mútuo do CIPM;
- Institutos Nacionais de Metrologia de outros países que sejam signatários do Acordo de Reconhecimento Mútuo do CIPM;
- Produtores de materiais de referência que sejam acreditados para essa modalidade específica, por Organismos de Acreditação de Laboratórios signatários dos Acordos de Reconhecimento Mútuo da ILAC e/ou da EA e/ou da APLAC.

Na falta de materiais de referência disponíveis pelas organizações citadas, o laboratório deve adquirir materiais de referência de produtores que disponibilizem informações relevantes quanto à incerteza associada e a rastreabilidade metrológica do material.

Caso nenhuma das alternativas acima seja tecnicamente possível, a solução deve ser estabelecida com a Dicla antes da solicitação da acreditação.

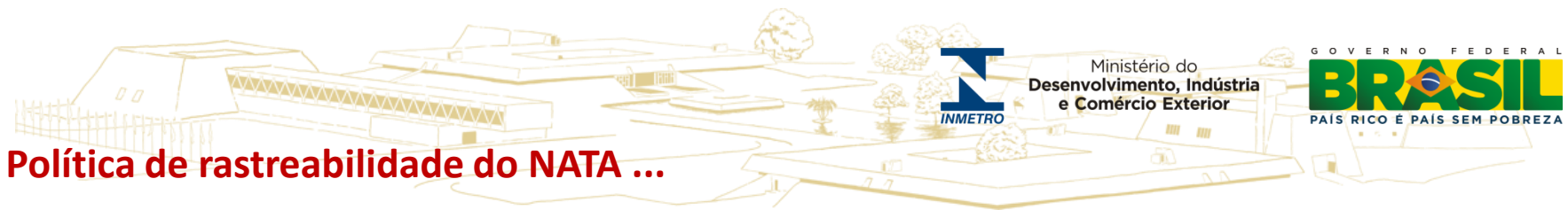


Política de rastreabilidade do NATA ...

1) Equipment or instruments

Have these calibrated by one (or more, if relevant) of the organisations included below:

- a) a NATA accredited calibration facility and the results reported on a NATA endorsed document;
- b) a calibration facility accredited by one of NATA's mutual recognition arrangement (MRA) partners, when the MRA recognition covers calibration and the results are reported on an endorsed document;
- c) Australia's National Measurement Institute (NMI) or a national metrology institute that is a signatory to the Comité International des Poids et Mesures (CIPM) MRA.

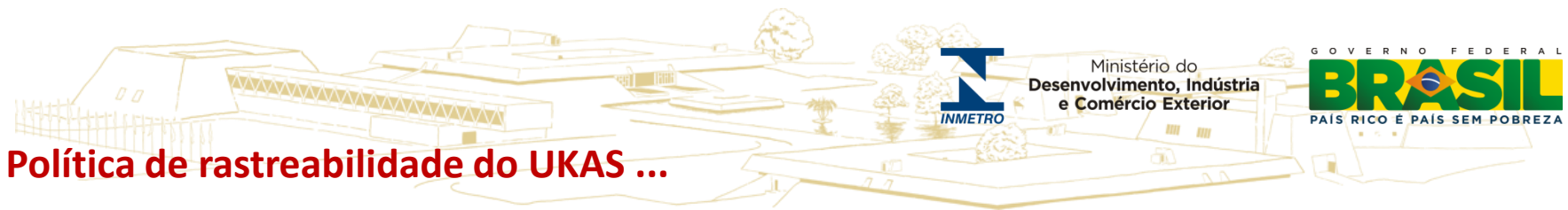


Política de rastreabilidade do NATA ...

2) Reference materials

Demonstrate suitable traceability of assigned values, through:

- a) a NATA accredited reference material provider and the results reported on a NATA endorsed document;
- b) a reference material provider accredited by one of NATA's mutual recognition arrangement (MRA) partners, when the MRA recognition covers reference material providers and the results are reported on an endorsed document;¹
- c) Australia's National Measurement Institute (NMI) or a national metrology institute that is a signatory to the Comité International des Poids et Mesures (CIPM) MRA.²
or where there are no readily available reference material providers as described in 2a) to c):
- d) a competent supplier who can demonstrate traceability of its reference material(s) using specified methods and/or consensus standards that are clearly described and agreed by all parties concerned.



Política de rastreabilidade do UKAS ...

2.1 National Measurement Institutes (NMIs) and intergovernmental and international organisations that participate in the CIPM/BIPM Mutual Recognition Arrangement.

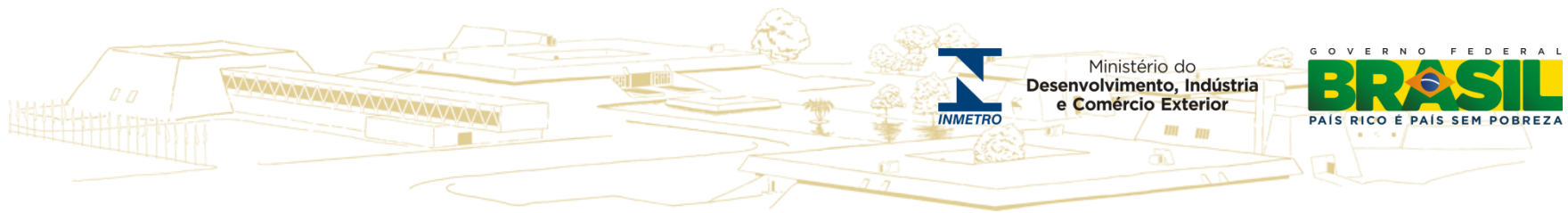
Acceptability is limited to the uncertainty levels published in the CIPM calibration measurement capability (CMC) tables that comprise an integral part of the MRA and can be viewed at www.bipm.org. In the UK the following national standards laboratories are designated NMIs in the MRA;

- National Physical Laboratory (physical quantities)
- National Engineering Laboratory (flow)
- National Weights and Measures Laboratory (volume)
- Laboratory of the Government Chemist (chemical quantities)

2.2 Calibration laboratories that are accredited to the requirements of ISO/IEC 17025, either by UKAS or by another accreditation body that meets the requirements of this policy and is part of the ILAC Mutual Recognition Arrangement (MRA).

2.3 Other calibration laboratories that can be shown to the satisfaction of UKAS to demonstrate competence, measurement capability and traceability with appropriate measurement uncertainty. (Calibration laboratories that fulfil the requirements of ISO/IEC 17025 are considered to be competent.)

2.4 Where traceability to SI units is not technically possible, traceability may be to **certified reference materials or consensus standards agreed by UKAS and by the client.**



Informações a serem analisadas previamente à avaliação de um laboratório Para materiais de referência (certificados ou não certificados)

2. Verificar que em uma dada medição, um dado material de referência pode ser utilizado apenas para calibração ou para garantia da qualidade (NIT-Dicla-030, revisão 04 e VIM 03).

3. Verificar o uso pretendido do material de referência por parte do laboratório (DOQ-Cgcre-016, revisão 02)

- **Validação de Métodos e Incerteza de Medição**
- **Verificação do Uso Correto de um Método**
- **Calibração**
- **Controle de Qualidade e Garantia da Qualidade (CQ&GQ)**

Apenas para lembrar do Vim 03 ...



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



2.28 avaliação do Tipo A da incerteza de medição

Avaliação de uma componente da incerteza de medição por uma análise estatística dos valores medidos, obtidos sob condições definidas de medição.

NOTA 1 Para diversos tipos de condições de medição, ver condição de repetitividade, condição de precisão intermediária e condição de reprodutibilidade.

NOTA 2 Ver, por exemplo, o Guia ISO/IEC 98-3 para informações sobre análise estatística.

NOTA 3 Ver também o Guia ISO/IEC 98-3:2008, 2.3.2, a ISO 5725, a ISO 13528, a ISO/TS 21748 e a ISO 21749.

2.29 avaliação do Tipo B da incerteza de medição

Avaliação de uma componente da incerteza de medição determinada por meios diferentes daquele adotado para a avaliação do Tipo A da incerteza de medição.

EXEMPLOS:

Avaliação baseada na informação

- associada a valores publicados por autoridade competente,
- associada ao valor de um **material de referência certificado**,
- obtida a partir de um certificado de calibração,
- relativa à deriva,
- obtida a partir da classe de exatidão de um instrumento de medição verificado,
- obtida a partir de limites baseados na experiência pessoal.

Apenas para lembrar do Vim 03 ...



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



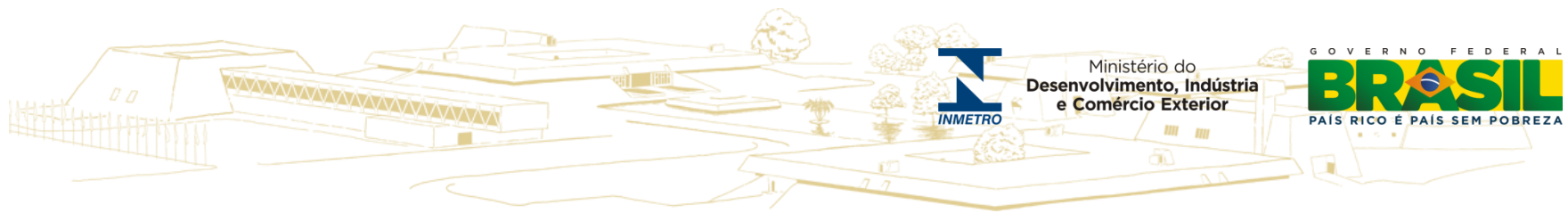
2.45 Validação

Verificação na qual os requisitos especificados são adequados para um uso pretendido.

Verificação (confirmação) do método é tipicamente um estudo menos extensivo que o requerido para a validação de um método.

Como poderíamos avaliar a recuperação ou a tendência de um método analítico sem o emprego de um material de referência certificado?

Como estabeleceríamos a curva analítica? Teríamos um método relativo como uma cromatografia gasosa, sem a utilização de valores conhecidos a serem atribuídos aos pontos da curva? Como poderíamos garantir a rastreabilidade metrológica em uma situação como essa?



Informações a serem analisadas previamente à avaliação de um laboratório Para materiais de referência (certificados ou não certificados)

4. Verificar a adequação de um material de referência em relação aos detalhes da especificação analítica. Os fatores a serem considerados incluem (DOQ-Cgcre-016, revisão 02) :

- **Mensurando, incluindo o analito**
- **Faixa de medição (concentração)**
- **Compatibilidade com a matriz e potenciais interferências**
- **Tamanho da amostra**
- **Homogeneidade e estabilidade**
- **Incerteza de medição**
- **Procedimentos de atribuição de valor de propriedade**

Qualidade não necessariamente equivale a uma baixa incerteza e assim critérios de adequação ao uso precisam ser utilizados.

Define requisito analítico (Nota 1)

Seleciona MR candidato e obtém informação de suporte

As características relatadas do MR são completamente similares

Não

Limitações, porém o MR é o melhor disponível e preenche os requisitos mínimos.

Sim

Sim

Evidência de suporte no que se refere à qualidade é satisfatória

Não

Limitações, porém o MR é o melhor disponível e preenche os requisitos mínimos.

Sim

Sim

MATERIAL DE REFERÊNCIA ADEQUADO

MR INADEQUADO, BUSCAR ALTERNATIVA OU REBAIXAR REQUISITO.

Nota 1: Convém que a especificação dos requisitos analíticos inclua detalhes relativos ao mensurando, concentração, rastreabilidade, incerteza de medição, etc.

Não

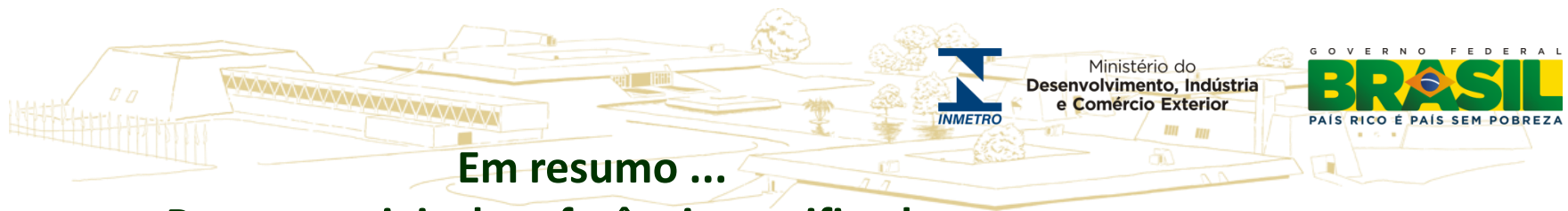
Não

DOQ-Cgcre-016 !!!



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior





Em resumo ...
Para materiais de referência certificados

Verificar procedência do material de referência certificado

Verificar endereços de INM, organismos de acreditação que disponibilizam a modalidade de acreditação de PMR

Avaliar o conteúdo de certificado

Verificar informações relevantes para a correta descrição de uma possível não conformidade

Verificar se o Laboratório utiliza corretamente o MRC

Uso de MRC para validação de métodos, como calibradores do processo de medição, por exemplo.

Verificar DOQ-Cgcre-016.

Elementos importantes para consideração sobre um material de referência certificado



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Identificação do PMR Nº de lote do MRC

Avaliação da homogeneidade (ISO Guide 34: 2009, 5.13.3):

- quantidade de material analisado sob a qual a homogeneidade do MRC foi avaliada.
- quantidade mínima de amostra para uso do MRC.

Caracterização (ISO Guide 34: 2009, 5.15):

- Técnicas válidas de caracterização
 - um método (primário) único em um laboratório único;
 - dois ou mais métodos de referência independentes em um laboratório;
 - rede de laboratórios empregando um ou mais métodos com exatidão demonstrável;
 - abordagem com método específico que fornece apenas os valores de propriedade específicos do método, utilizando uma rede de laboratórios.

Declaração sobre a rastreabilidade metrológica do MRC (ISO Guide 31)

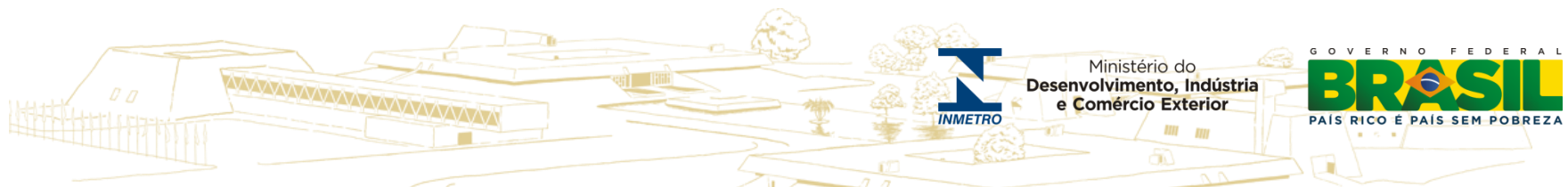
Validade do certificado do MRC (ISO Guide 34: 2009, 5.14.4)

- clareza sobre o início do período de validade (data da certificação, data de envio do MRC ou data de abertura da embalagem do MRC)
- o nível de estabilidade (ISO Guide 34: 2009, 5.14.2)

Declaração sobre a aplicação e condições de armazenamento apropriadas (ISO Guide 34: 2009, 5.17)

Declaração da incerteza associada ao valor de propriedade (ISO Guide 34: 2009, 5.16.2)

Distinção entre valores certificados e não certificados (ISO Guide 34: 2009, 5.17)



Elementos importantes para consideração sobre um material de referência não certificado

Identificação do PMR

Avaliação da homogeneidade (ISO Guide 34: 2009, 5.13.3):

- quantidade mínima de amostra para uso do MRC.

Valores atribuídos, por exemplo: valores indicativos ou valores informativos (ISO Guide 34: 2009, 5.16.1)

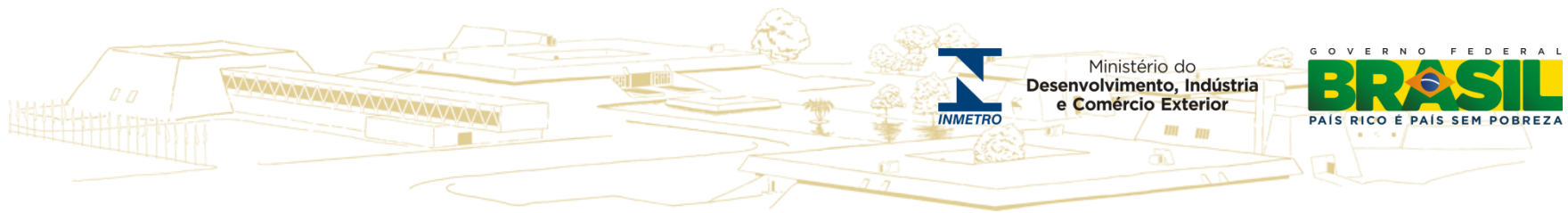
- Declaração da incerteza associada ao valor atribuído é extremamente recomendada para ampliar o uso do MR.

Nº de lote do MR

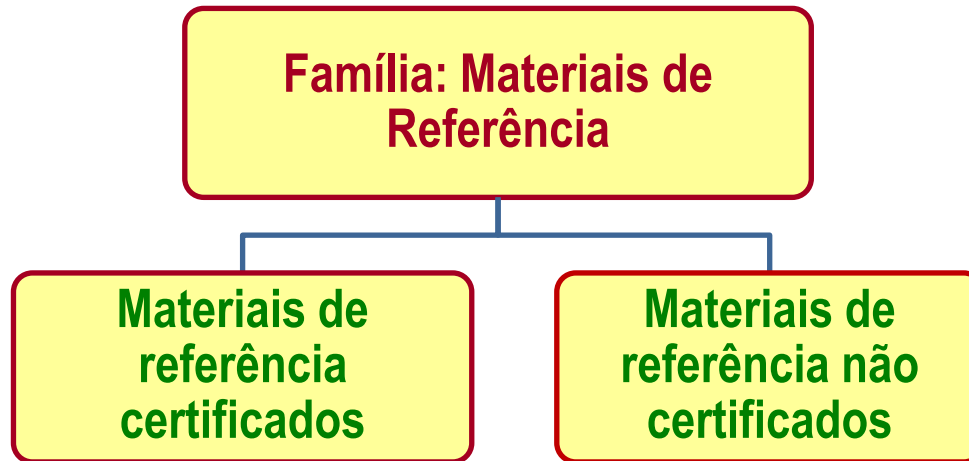
Validade do MR (ISO Guide 34: 2009, 5.14.4)

- o nível de estabilidade (ISO Guide 34: 2009, 5.14.2)

Declaração sobre a aplicação e condições de armazenamento apropriadas (ISO Guide 34: 2009, 5.17)



Escopo do ISO Guide 34: 2009



- ❖ Discussões foram feitas sobre o termo “não certificados”, propondo termos como: *in-house materials*, *quality control materials*, *laboratory control materials*. Mas o termo “não certificados” foi mantido;
- ❖ Possibilidade de conflito com o ISO Guide 80 (ainda em fase de elaboração);
- ❖ Dificuldade de se avaliar a competência de um PMR com dois Guides, um para MR não certificado outro para MR certificado.

Sobre o processo de revalidação de materiais de referência certificados...

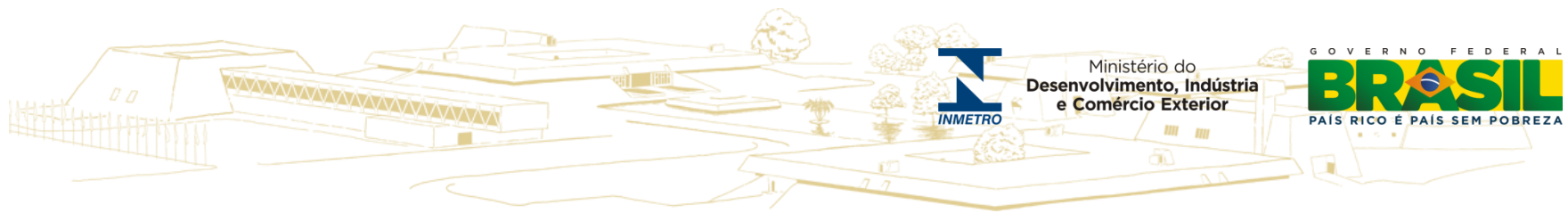


Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



8.3.1 O (s) valor (es) de propriedade (s) certificado (s) é (são) de responsabilidade e competência exclusivas da organização que assina o certificado do material de referência, não sendo cabível qualquer procedimento de recertificação por parte de terceiros, para revalidar o (s) valor (es) de propriedade (s) certificado (s). (Cunha *et al.*, 2009)

8.3.2 No caso de materiais de referência que não sejam materiais de referência certificados, a utilização destes por períodos superiores ao estabelecido pela organização que o produza ou o comercialize pode ser feita pelo laboratório que os adquiriu, desde que seja comprovada a homogeneidade e a estabilidade do material em relação à (s) propriedade (s) relacionada (s) ao seu uso no processo de medição. (Cunha *et al.*, 2009)



Produtores de Materiais de Referência

Inmetro - Acreditação - Windows Internet Explorer

http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/

Arquivo Editar Exibir Favoritos Ferramentas Ajuda

Search the web Search

Inmetro - Acreditação

Desenvolvimento
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior

Carta de Serviços

Acreditação

Procurando algo

● Página Inicial >> Acreditação >> Introdução

- Introdução
- + Sobre acreditação
- Conselho de acreditação - Conac
- + Organismo de acreditação
- + Acreditação de Laboratórios
- + **Acreditação de Produtores de Materiais de Referência**
- + Acreditação de organismos de certificação
- + Acreditação de organismos de inspeção

.: Coordenação Geral de Acreditação - Cgcre .:

A Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (Cgcre) é o organismo de acreditação de avaliação da conformidade reconhecido pelo Governo Brasileiro.

O Decreto nº 6.275, de 28 de novembro de 2007, estabelece que compete à Cgcre atuar como organismo de acreditação de avaliação da conformidade. A Cgcre é, portanto, dentro da estrutura organizacional do Inmetro, o organismo principal que tem total responsabilidade e autoridade sobre toda a acreditação, incluindo as decisões de acreditação.

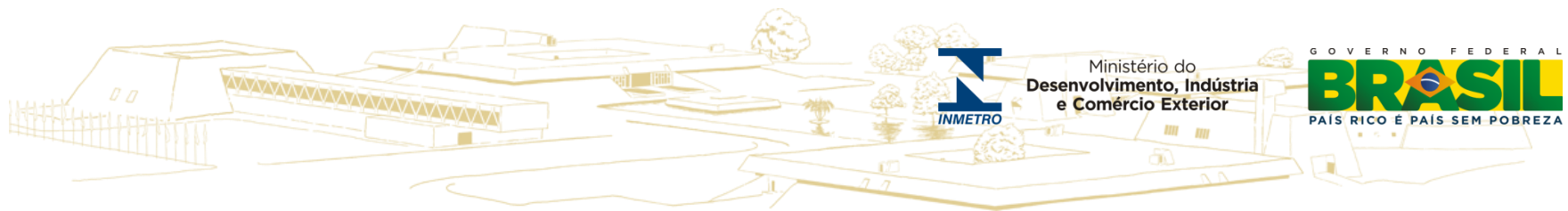
http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/acred_prod_mr.asp



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Produtor de materiais de referência	Número da acreditação	Responsável Técnico	Contatos	Endereço	Escopo da Acreditação
Centro Tecnológico de Polímeros (Senai/CETEPO)	PMR 0001	Viviane Meyer Hammel Lovison	(51) 3589-4100 vlovison@senairs.org.br genilson.pacheco@senairs.org.br http://cetepo.rs.senai.br	Serviço nacional de aprendizagem industrial - Senai. Avenida Presidente João Goulart, 682 - Morro do Espelho, São Leopoldo - RS	FOR-CGCRE-137 PDF
Centro de Tecnologia Mineral - CETEM	PMR 0002	Maria Alice Cabral de Goes	(21) 3855-7310 aagoes@cetem.gov.br http://www.cetem.gov.br	Avenida Pedro Calmon, 900 - Ilha da Cidade Universitária. Rio De Janeiro - RJ	FOR-CGCRE-137 PDF
DIGICROM ANALÍTICA LTDA - EPP	PMR 0003	Eduardo Medina	(11) 5633-2200 emedina@digimed.ind.br fmedina@digimed.ind.br http://www.digimed.ind.br	Rua Marianos, 227 - Campo Grande - Santo Amaro. São Paulo - SP	FOR-CGCRE-137 PDF
Visomes Comercial Metrológica Ltda.	PMR 0004	Rodoval Raimundo Filho	(11) 5662-9911 rodoval@visomes.com.br silvio.farias@visomes.com.br http://www.visomes.com.br	Rua Joaquim dos Santos, 325 - Cidade Dutra. São Paulo - SP	FOR-CGCRE-137 PDF
Laboratório de Referências Metrológicas	PMR 0005	Ricardo Rezende Zucchini	(11) 3767-4575 zucchini@ipt.br http://www.ipt.br	Instituto de Pesquisas Tecnológicas	FOR-CGCRE-137 PDF



Obrigada!