

## 1. OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO

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

## 2. REFERÊNCIAS

- ABNT NBR ISO/IEC 17025 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- ABNT NBR ISO 17034 - Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência
- ABNT ISO GUIA30 - Materiais de referência - Termos e definições selecionados
- VIM 2012 – Vocabulário Internacional da Metrologia.
- NIT-DICLA-012 - Relação Padronizada de Serviços Acreditados para Laboratórios de Calibração.
- NIT-DICLA-030 - Rastreabilidade Metrológica na Acreditação de Organismos de Avaliação da Conformidade e no Reconhecimento da Conformidade aos Princípios das BPL.
- DOQ-CGCRE-016 - Orientação para a seleção e uso de materiais de referência
- DOQ-CGCRE-022 - Orientação para aplicação dos requisitos técnicos da ABNT NBR ISO/IEC 17025 na acreditação de laboratórios de calibração para o grupo de serviço de físico-química.
- DOQ-CGCRE-033 - Orientações sobre análise crítica da documentação associada aos materiais de referência adquiridos
- DOQ-CGCRE-083 - Orientações Gerais sobre a Acreditação de Laboratórios que Realizam Calibração de Equipamentos com o Uso de Materiais de Referência Certificados (MRC)

## 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.
- **Erro de medição:** Diferença entre o valor medido de uma 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.
- **Instrumento de medição (Equipamentos):** Dispositivo utilizado para realizar medições, individualmente ou associado a um ou mais dispositivos suplementares.
- **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.
- **Padrão de Medição (Padrão):** Realização da definição duma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada, utilizada como referência.
- **Rastreabilidade metrológica (rastreabilidade):** Propriedade dum resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através duma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.
- **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. Generalidades

De acordo com a CIRCULAR 0122 – USO DAS NIT-DICLAS E DOC CGCRE NO PROCESSO DE AVALIAÇÃO DA RMRS, de maio de 2022, a Rede Metrológica do Rio Grande do Sul (RMRS) passa a adotar as

publicações da Cgcre chamadas de NIT-DICLA como sendo obrigatórias no processo de avaliação, quando aplicáveis à área técnica específica.

A NIT-DICLA-012 e NIT-DICLA-030 são documentos normativos que se aplicam aos laboratórios de ensaio e calibração, juntamente com critérios complementares estabelecidos neste documento, para reconhecimento de laboratórios e postulantes ao reconhecimento pela RMRS.

A NIT-DICLA-012 - padroniza a relação dos serviços de calibração e medição acreditados pela Cgcre, visando otimizar a divulgação dos serviços oferecidos pelos laboratórios de calibração e a NIT-DICLA-030 - define os laboratórios provedores externos de serviços de calibração, além de produtores de materiais de referência que podem assegurar rastreabilidade metrológica na acreditação de organismos de avaliação da conformidade e no reconhecimento da conformidade aos Princípios das Boas Práticas de Laboratório.

Visando assegurar a rastreabilidade metrológica das medições que realiza, os laboratórios de ensaio devem garantir que seus equipamentos de medição, que atendem às condições estabelecidas no item 6.4.6 da ABNT NBR ISO/IEC 17025, sejam calibrados externamente por laboratórios que possam demonstrar competência, capacidade de medição e rastreabilidade metrológica (NIT-DICLA-030).

Um laboratório de ensaio ou calibração que realize calibração interna de seus equipamentos de medição (setor de metrologia da empresa) deve atender à política de rastreabilidade metrológica estabelecida na norma NIT-Dicla-030, onde o laboratório deve ser acreditado para essas calibrações específicas como um laboratório de calibração. Para a RMRS o laboratório pode ser somente reconhecido pela RMRS para essas calibrações.

#### 4.2. Critérios para laboratórios de calibração

O reconhecimento de competência de laboratórios de calibração é concedido para um escopo constituído por serviços de calibração, faixas e capacidades de medição e calibração (CMC). A NIT-DICLA-012 apresenta a relação padronizada para os serviços de calibração para os quais a Cgcre acredita laboratórios de calibração e se aplica aos laboratórios reconhecidos pela RMRS. Na NIT-Dicla-012 estão mencionados alguns exemplos de maneiras de descrever métodos aplicáveis a vários serviços de calibração ou medição, mas não esgotam os métodos aplicáveis ao serviço de calibração ou medição. Esta norma contém uma tabela com exemplos de formato de escopo grupo de serviço a ser seguida.

#### 4.3. Critérios para laboratórios de ensaios

Os laboratórios de ensaios, que atendem áreas de atuação distintas em diversas matrizes, utilizam inúmeros instrumentos de medição. Neste documento trataremos dos instrumentos de medição mais

usuais para os laboratórios de ensaios e suas diretrizes para frequência de calibração, checagem e garantia da validade dos resultados.

#### 4.3.1. Calibração, qualificação e checagem de instrumentos de medição

O DOQ-CGCRE-083 categoriza alguns equipamentos em três grupos: Casos A, B e C de calibração de equipamentos com o uso de materiais de referência certificados (MRC) e fornece orientações gerais sobre a acreditação de laboratórios que realizam calibração de equipamentos com o uso de MRC.

A calibração dos instrumentos de medição (equipamentos) deve ser realizada por laboratório competente (calibração externa). A RMRS considera como competente os laboratórios de calibração acreditados pela Cgcre e/ou com reconhecimentos de competência pela RMRS.

Instrumentos de medição	Exigência	Calibração interna pelo próprio usuário	Checagem	Documentos correlacionados
pHmetro	Calibração externa elétrica e com MRC	MRC usados em diferentes faixas para a calibração.  Exemplo: pH 4,0; 7,0; 10,0. Usar MRC para montar a curva.	Realizar com MR ou MRC na faixa de trabalho do equipamento  Controlar a precisão – exemplo: Carta controle.	DOQ-CGCRE-083 DOQ-CGCRE-022
Condutímetro	Calibração externa Elétrica e com MRC	Usar MRC na calibração interna.  Exemplo: Valor de condutividade baixa, média ou alta.	Realizar com MR ou MRC na faixa de trabalho do equipamento  Controlar a precisão – exemplo: Carta controle.	DOQ-CGCRE-083 DOQ-CGCRE-022
Medidor de Oxigênio Dissolvido	Calibração externa	Calibrar a sonda de acordo com as instruções do fabricante  Calibração Interna com MRC	Verificação do zero de oxigênio com MR  Execute duplicatas de amostra.	SMWW 24ed 2023 – Capítulo 4020
Medidor de Íon Seletivo	Calibração externa elétrica e com MRC	Usar MRC para montar a curva.	Utilização de MR ou MRC para checagem	-
Espectrofotômetro UV/VIS	Calibração externa	Usar MRC para montar a curva de	Checagem intermediária	DOQ-CGCRE-083 DOQ-CGCRE-096

Instrumentos de medição	Exigência	Calibração interna pelo próprio usuário	Checagem	Documentos correlacionados
		calibração.	conforme DOQ-CGCRE-096	
Turbidímetro	Calibração interna utilizando MRC.	Usar MRC para montar a curva de calibração.	Realizar com MR ou MRC (diferente do utilizado na curva de calibração) na faixa de trabalho do equipamento  Controlar a precisão – exemplo: Carta controle.	DOQ-CGCRE-083
Medidor de cloro				
Absorção Atômica				
Cromatografia a Gás / Espectrometria de Massa (GCMS), Cromatografia Líquida (HPLC), Cromatógrafo de Íons.				
ICP OES (espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente), ICP-MS (espectrometria de massa com plasma acoplado indutivamente)				
Microscópio	Calibração da régua utilizada na lente (área dimensional) – se usar régua.	-	Análise da limpeza das lentes. Para microscópios da área de ensaios metalográficos, recomenda-se a utilização de softwares que executam checagens intermediárias deste tipo de equipamento.	DOQ-CGCRE-004
Estufas / Incubadoras (Câmaras Térmicas)	Calibração externa das temperaturas internas (perfil térmico – estabilidade, uniformidade e desvio da temperatura de controle (setpoint)).	-	Deve-se monitorar a estufa com equipamento calibrado na faixa de trabalho (termômetro ou controlador de temperatura).	DOQ-CGCRE-028
Banho-Maria	-	-	Deve-se monitorar a temperatura com equipamento calibrado na faixa de trabalho (termômetro ou controlador de temperatura).	-

Instrumentos de medição	Exigência	Calibração interna pelo próprio usuário	Checagem	Documentos correlacionados
Bloco digestor / Banho de gelo	Calibração externa de Temperatura (Parâmetros: Desvio da Temperatura de Controle, Estabilidade, Uniformidade)	-	Deve-se monitorar a temperatura com equipamento calibrado na faixa de trabalho (termômetro ou controlador de temperatura).	DOQ-CGCRE-032
Termômetros	Calibração externa	-	Verificação intermediária do equipamento Ex: banho de ponto de gelo; comparação entre um termopar de trabalho e o termopar de referência; entre outros	DOQ-CGCRE-009
Termociclador	Calibração externa	-	-	NIT-DICLA-012
Balanças	Calibração externa efetuada nas instalações do cliente	-	Checagens intermediárias com pesos padrão calibrados na faixa de trabalho.	DOQ-CGCRE-097 DOQ-CGCRE-036
Micropipeta, microseringa, repipetadores, dispensadores, buretas digitais	Calibração externa	-	Checagens intermediárias pelo método gravimétrico - recomendável que a checagem seja realizada em, pelo menos, três pontos bem distribuídos (ex: 10 %, 50 % e 100 %) na faixa de medição.	DOQ-CGCRE-027

A periodicidade das calibrações junto a laboratórios competentes deve ser definida pelos laboratórios e levar em consideração o desempenho do instrumento de medição, a importância da contribuição do instrumento para a incerteza geral do resultado do ensaio, a frequência/tempo de utilização dele. Quando o laboratório não conhece o perfil do equipamento, a melhor prática é calibrar esse equipamento uma vez por ano. Esta periodicidade pode ser modificada, com embasamento e evidências que permitam tal ação.

A qualificação do equipamento pelo fabricante não é um requisito obrigatório. Esta pode ser realizada 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 ISO 17034. 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 vidrarias, centrífugas, cronômetros, entre outros, que são facilmente rastreáveis ao SI, não fazem parte do escopo deste procedimento e devem ser calibrados por laboratórios competentes, quando pertinente.

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 este 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

$$\text{Critério: } ET \leq EMA$$

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

#### 4.3.2. *Uso de Materiais de Referência*

Visando assegurar a rastreabilidade metrológica das medições que realiza, o laboratório deve primar pelo uso de materiais de referência certificados (MRC) produzidos por organizações apontadas no item 8.3.1 da NIT-DICLA-030 (exemplo: Produtores de Materiais de Referência que sejam acreditados segundo a ABNT NBR ISO 17034 pela Cgcre ou segundo a ISO 17034 por outros Organismos de Acreditação membros da ILAC, IAAC, EA ou APAC).

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 utilizá-lo para garantia da rastreabilidade e exatidão do seu ensaio.

Na falta de materiais de referência certificados disponíveis pelas Organizações citadas em 8.3.1, visando assegurar a rastreabilidade metrológica, o laboratório deve adquirir materiais de referência de produtores que disponibilizem informações relevantes quanto à incerteza associada aos valores certificados e à rastreabilidade metrológica do valor atribuído ao material de referência.

Apenas materiais de referência com valores atribuídos e incerteza associada podem ser utilizados para a calibração ou para o controle da veracidade, e, portanto, podem prover rastreabilidade metrológica. Materiais de referência com ou sem valores atribuídos podem ser utilizados para controlar a precisão de medição, atividade para a qual não é requerido que o material de referência seja fornecido por produtores que atendam aos requisitos 8.3.1 e 8.3.2 da NIT-DICLA-030.

Numa dada medição, um dado material de referência pode ser utilizado apenas para calibração ou para garantia da qualidade.

O documento DOQ-Cgcre-016 apresenta outras orientações para a seleção e uso de materiais de referência.

O documento DOQ-Cgcre-033 contém orientações sobre análise crítica da documentação associada aos materiais de referência.

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.

O certificado de um MRC deve conter informações detalhadas, assim como são necessárias informações mínimas a serem incluídas na ficha de informação de produto dos materiais de referência não certificados (MR). De forma a facilitar a visualização do que deve ser verificado em um documento de MR, a tabela 1 do DOQ-CGCRE-033, dá uma visão geral do que o usuário deve buscar e avaliar num documento, durante a aquisição de um MR.

## 5. 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
07	JUN/25	Revisão geral com reestruturação do conteúdo para melhor organização e clareza das informações. Inclusão dos itens 4.3 e 4.3.1.	Márcia Cardoso	