

REMEQ-I
NOTA TÉCNICA 04/2021



INMETRO

1. Introdução

A necessidade de emissão desta Nota Técnica surgiu a partir de uma situação real apresentada por um laboratório Produtor de Material de Referência (PMR), membro da Rede de Metrologia Química do Inmetro (Remeq-I). A situação tem relação com a dificuldade do laboratório em atender a editais relacionados à aquisição de Materiais de Referência (MR). Na situação reportada pelo laboratório, o edital especificava que somente seriam aceitos MR com “rastreadabilidade ao NIST” (National Institute of Standards and Technology, que é o Instituto Nacional de Metrologia dos Estados Unidos). Apesar de o PMR em questão ser acreditado pela Coordenação Geral de Acreditação (CGCRE) do INMETRO para o produto objeto do edital, o seu MR não foi aceito pelo comprador.

A partir da análise desta situação, a primeira observação é que o uso da expressão “garantia de rastreadabilidade” vinculada a uma instituição específica (no caso apresentado, o NIST) não é adequada. Assim, com o objetivo de esclarecer o conceito de Rastreadabilidade Metrológica no contexto da produção de MR na área Química, a presente Nota Técnica busca resumir de forma simples e direta o que a define. Espera-se, com este documento, facilitar o entendimento entre os membros da Remeq-I e outros interessados (como compradores por meio de editais) em situações semelhantes que possam se apresentar no futuro.

2. Rastreadabilidade metrológica: como evidenciá-la?

Atualmente percebe-se uma crescente preocupação com a qualidade de produtos e serviços. Para que esta qualidade possa ser demonstrada, esses itens devem passar por processos de avaliação que envolve medições. Por definição, medição é o processo de determinação experimental de um ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza (INMETRO, 2012).

Uma das principais diretrizes da metrologia é a obtenção de resultados de medição confiáveis e comparáveis. Para que isto ocorra, é necessário estabelecer e demonstrar a rastreadabilidade metrológica dos resultados obtidos. A rastreadabilidade metrológica é a propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma referência através de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição (INMETRO, 2012). Estabelecer a rastreadabilidade metrológica envolve especificar o mensurando, uma cadeia documentada com métodos e referências apropriadas e evidência de competência técnica para execução da medição. A demonstração da rastreadabilidade metrológica pode ser evidenciada por mecanismos internacionalmente aceitos que envolvem o reconhecimento de terceira parte, avaliação externa ou autoavaliação (CIPM, 2003).

A rastreabilidade metrológica pode ser demonstrada por dois caminhos distintos: ao Sistema Internacional de Unidades (SI) e, quando não for tecnicamente possível ao SI, a uma referência aceita internacionalmente (Figura I).

Quando for demonstrada a rastreabilidade ao SI, três situações são possíveis:

- a) realização prática da unidade;*
- b) uso de um padrão de medição ou*
- c) por meio de um procedimento de medição.*

A primeira situação (a), realização prática das unidades do SI, deve ser consistente com a sua definição. Ela, normalmente, envolve os Institutos Nacionais de Metrologia (INM), que, em geral, têm capacidade e competência técnicas para realizar as sete unidades do sistema: o metro, o quilograma, o segundo, o kelvin, a candela, o ampere e o mol. Atualmente estas unidades estão baseadas em um conjunto de constantes físicas universais.

No segundo caso (b), o uso de padrões de medição pode ser observado nas calibrações providas por laboratórios competentes. Neste caso, são realizadas comparações diretas ou indiretas a padrões nacionais ou internacionais e nos valores certificados de materiais de referência (MRC), providos por um produtor competente, ambos com declaração de rastreabilidade metrológica ao SI (ABNT, 2017a).

Na área da Metrologia Química são utilizados, por exemplo, MRC para garantir a rastreabilidade metrológica. Segundo o Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM, 2018), eles podem ser obtidos:

- i) de Produtores de Materiais de Referência (PMR) com competência reconhecida (como os Institutos Nacionais de Metrologia - INM), signatários do Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA) do International Committee for Weights and Measures (CIPM) (CIPM, 2003);*
- ii) de laboratórios designados pelos INM, também signatários do MRA do CIPM;*
- iii) de produtores acreditados para essa modalidade específica por Organismos de Acreditação que sejam signatários dos Acordos de Reconhecimento Mútuo (MRA) da International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) (ILAC, 2015).*

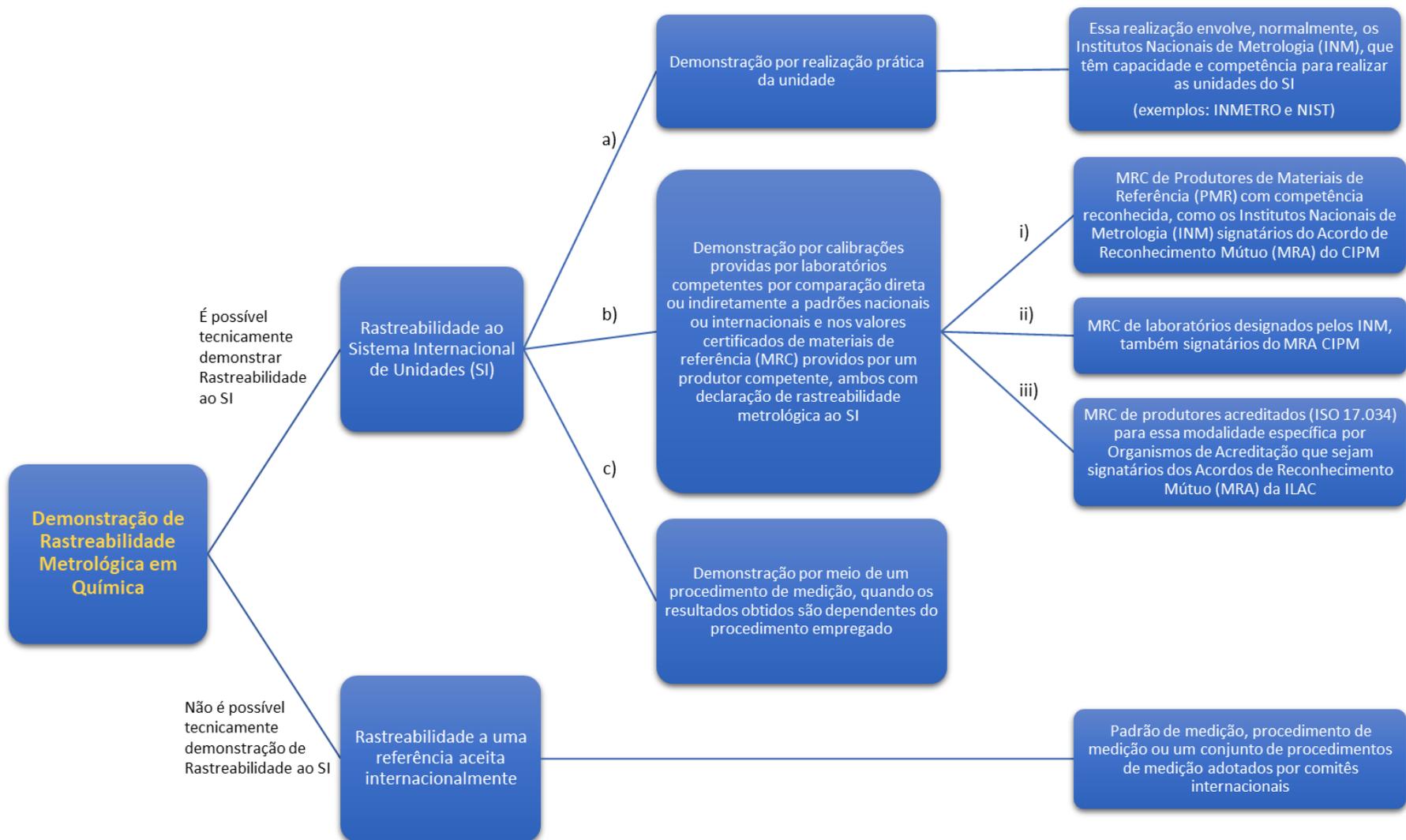


Figura I: Representação esquemática das possibilidades de demonstração da Rastreabilidade Metrológica, conforme descrito no texto.
 Fonte: adaptado das normas ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017 (ABNT, 2017a) e NIT Dicla 30 rev.13 (INMETRO, 2021).

Podemos citar como exemplo do segundo caso (b), de Rastreabilidade Metrológica ao SI, o Material de Referência Certificado (MRC) do Inmetro, de etanol em água com declaração de rastreabilidade ao mol. Neste, a Rastreabilidade Metrológica foi avaliada por meio da pureza do etanol que, no caso, é o mensurando (INMETRO, 2019) (Figura 2).

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado possui rastreabilidade metrológica garantida por meio do uso da gravimetria, método primário de medição, e pela determinação da pureza do etanol comercial utilizado para o preparo das soluções de calibração.

Figura 2: Material de Referência Certificada (MRC) de Etanol em Água, com Concentração Nominal 0,5 g etanol/100 g solução. Fonte: recorte do certificado do INMETRO (2019) disponível em <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/mrc-descricao/mrc-8852-Certificado.pdf>

Finalmente, o terceiro caso (c), envolve a rastreabilidade metrológica a um procedimento de medição, quando os resultados obtidos são dependentes do procedimento empregado. Este tipo de demonstração, por exemplo, pode ser aplicado no caso da produção de um material de referência certificado pelo IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) para fração mássica de fibra crua (expressa em g/kg), que foi determinada por um estudo interlaboratorial no qual todos os participantes utilizaram o procedimento descrito na Diretiva Europeia 92/89/CEE (CEE, 1992) para determinação deste parâmetro. Todas as condições de medição (temperatura, volume, massa, etc.) foram adequadamente calibradas. Assim, o mensurando é definido operacionalmente (de maneira método dependente) e os resultados são rastreados ao SI (IRMM, 2004) (Figura 3).

1.2 Choice of the material for a CRM

The analysis of Crude protein, Crude oils and fats, Crude fibre and Crude ash, known as “*Proximate Analysis*” is the basis for the official control of nutrients in feeding stuffs. The proximate analysis consists of a series of empirical analyses, which, for legal purposes are defined by the methods described in the following Directives: 71/250/EEC (Crude ash) [1], 92/89/EEC (Crude fibre) [2], 93/28/EEC (Crude protein) [3] and 94/64/EEC (Crude oils and fats) [4]. The empirical nature of these analyses emphasises the need for relevant matrix CRMs. Since feeding stuffs for dairy cows and growing pigs differ in composition and ingredients those two types of compound feeding stuffs, referred to as “*dairy feed*” and “*pig feed*” respectively, were prepared within this project.

Table 7.5 - Certified values of mass fractions of nutrients in BCR-708 and BCR-709

Analyte	BCR-708 a synthetic dairy feed	BCR-709 a synthetic pig feed
	Mass fraction \pm Uncertainty*	Mass fraction \pm Uncertainty*
Crude Protein (N \cdot 6.25)	240 \pm 12 g/kg	199 \pm 5 g/kg
Crude Oils & Fats	65 \pm 8 g/kg	51 \pm 14 g/kg
Crude Fibre	93 \pm 14 g/kg	56 \pm 12 g/kg
Crude Ash	50.0 \pm 3.0 g/kg	42 \pm 4 g/kg
Calcium	4.8 \pm 0.5 g/kg	1.05 \pm 0.16 g/kg
Copper	37 \pm 4 mg/kg	173 \pm 25 mg/kg
Magnesium	1.47 \pm 0.22 g/kg	1.89 \pm 0.30 g/kg
Phosphorus	4.7 \pm 0.4 g/kg	5.4 \pm 0.7 g/kg

*Expressed as expanded uncertainties with a coverage factor $k=2$ according to the GUM.

Figura 3: Material de Referência Certificado (MRC) de alimento animal em que a propriedade fibra crua foi determinada por estudo interlaboratorial em que todos os participantes utilizaram procedimento descrito na Diretiva Europeia 92/89/CEE. Fonte: recortes do certificado do IRMM (2004) disponível em: <https://op.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/a89d92a4-fddd-4ce3-ac0c-c610d0b928f0>

Enfim, quando a rastreabilidade ao SI não for tecnicamente possível, ela deve ser demonstrada por meio de uma referência adotada por consenso: um padrão de medição, um procedimento de medição ou um conjunto de procedimentos de medição reconhecido por comitês internacionais. Um exemplo de padrão de medição reconhecido internacionalmente pela Organização Mundial da Saúde (OMS), sem rastreabilidade ao SI, é o Antígeno Específico Prostático (PSA) produzido pelo NIBSC (National Institute for Biological Standards and Control, no Reino Unido) (NIBSC, 2019), conforme detalhe na Figura 4.

Preparation	Contents
1 st IS for PSA (90:10), coded 96/670	1 µg total PSA per vial
Candidate standard, coded 17/100	Nominally, 0.5 µg total PSA per ampoule
ATD samples of 17/100	Nominally, 0.5 µg total PSA per ampoule
Human serum samples (n=15)	Volumes of 0.5 – 1.2 ml are provided according to assay requirements. The serum samples contain 0.4 to 80 µg/L total PSA

Table 1: Preparations to be provided to participants

[Note: Not all participants will receive accelerated thermal degradation (ATD) samples.

Participants receiving ATD samples will receive ampoules coded 17/100 Sample A to 17/100 Sample E]

1st IS for PSA (90:10), coded 96/670

The 1st IS contains the residue, after freeze-drying, of 2 ml of a solution of 20 mM Phosphate buffered saline, pH 7.4 which contained 10 g/L bovine serum albumin, 450 µg/L PSA-ACT and 50 µg/L PSA (free). The 1st IS has been tested and found to be negative for HBsAg, anti-HIV and HCV RNA.

Figura 4: Padrão Internacional adotado pela Organização Mundial da Saúde (World Health Organization International Standard, WHO IS) de antígeno específico de próstata (PSA). Fonte: recortes do documento do NIBSC (2019) disponível em: https://www.who.int/biologicals/BS.2018.2340_PSA_Total.pdf

Retornando ao problema inicial e resumindo o exposto, temos que não é possível a demonstração da Rastreabilidade Metrológica a uma instituição em particular (como era o exemplo de “rastreabilidade ao NIST”). Devemos considerar, como forma correta, a demonstração da “rastreabilidade ao SI”, lembrando que existe para esta demonstração várias alternativas como, por exemplo, o uso de: MRC de um INM, MRC de laboratório designado por um INM, MRC de laboratório acreditado pela ABNT ISO/IEC 17034:2017 (ABNT, 2017b) ou, ainda, um procedimento de medição quando os resultados obtidos forem método dependentes. Não podemos esquecer ainda que, mesmo quando não for possível tecnicamente demonstrar rastreabilidade ao SI, é possível demonstrar a rastreabilidade a padrões internacionalmente aceitos.

Concluindo, sugere-se que, quando buscarem garantir a rastreabilidade metrológica dos resultados obtidos através dos ensaios que executam, mantenham em mente as particularidades desses ensaios e as possibilidades de demonstração da rastreabilidade aqui expostas. Lembrem-se disto também ao especificarem a compra de MRC ou a descrição de um MRC produzido.

3. Referências

ABNT, 2017a. ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração

ABNT, 2017b. ABNT NBR ISO 17034:2017: Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência

CEE, 1992. DIRECTIVA 92/89/CEE DA COMISSÃO de 3 de novembro de 1992 que altera o anexo I da Quarta Diretiva 73/46/CEE, que estabelece métodos de análise comunitários para o controlo oficial dos alimentos para animais. Jornal Oficial das Comunidades Europeias No. L 344/36. Disponível em: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/PDF/?uri=CELEX:31992L0089&from=EN>

CIPM, 2003. Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes Paris, 14 October 1999 Technical Supplement revised in October 2003 (pages 38-41). Disponível em: <https://www.bipm.org/en/cipm-mra/cipm-mra-documents>

JCGM, 2018. Joint BIPM, OIML, ILAC and ISO Declaration on Metrological Traceability. Disponível em: <https://www.bipm.org/documents/20126/42177518/BIPM-OIML-ILAC-ISO+joint+declaration+%282018%29.pdf/7f1a4834-da36-b012-2a81-fc51a79b0726?version=1.2&download=true>

ILAC, 2015. The ILAC Mutual Recognition Arrangement. Disponível em: <https://ilac.org/?download=891>

INMETRO, 2012. Vocabulário Internacional de Metrologia - Conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012). Traduzido por grupo de trabalho luso-brasileiro, Inmetro, Rio de Janeiro, Edição Luso-Brasileira, 2012. Disponível em http://www.inmetro.gov.br/inovacao/publicacoes/vim_2012.pdf

INMETRO, 2019. Certificado de Material de Referência DIMCI I001/2019 - MRC: Etanol em Água – Concentração Nominal 0,5 g etanol/100 g solução. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/mrc-descricao/mrc-8852-Certificado.pdf>

INMETRO, 2021. NIT-Dicla-030 ver. I3 – Rastreabilidade metrológica na acreditação de organismos de avaliação da conformidade e no reconhecimento da conformidade aos princípios das BPL. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/pesquisa_link.asp?seq_tipo_documento=4&cod_uo_numeracao=00778&num_documento=030

IRMM, 2004. Certification of the mass fractions of crude protein, crude oils and gats, crude fibre, crude ash and phosphorous (according to method specifications laid down in EU-legislation) and of copper, calcium and magnesium. Report EUR 21070 EN. Disponível em: <https://op.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/a89d92a4-fddd-4ce3-ac0c-c610d0b928f0>

NIBSC, 2019. WHO International Standard Prostate specific antigen (human) (free) NIBSC code: I7/102 Instructions for use (Version 2.0, de 29/01/2019). Disponível em: <https://www.nibsc.org/documents/ifu/I7-102.pdf>

4. Autoria e Revisão

Os autores e revisores desta Nota Técnica são integrantes da Coordenação e/ou do Conselho Executivo da Remeq-I.

Autores:

VANDERLEA DE SOUZA

SILVIO FRANCISCO DOS SANTOS

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO

AUREA VALADARES FOLGUERAS FLATSCHART

Revisores:

ELAINE BATISTA DE SANTANA

ROBERTO BECHT FLATSCHART

HERCULES ANTONIO DA SILVA SOUZA

EVELINE DE ROBERTIS