

## 2 Fundamentação teórica

### 2.1. A metrologia

#### 2.1.1. Definição e histórico

Etimologicamente, a palavra Metrologia vem do grego metro (medida) e logos (tratado), e é definida como a ciência da medição e suas aplicações, abrangendo todos os aspectos teóricos e práticos relativos às medições, qualquer que seja a incerteza, em quaisquer campos da ciência e da tecnologia [5], e tem como foco principal prover confiabilidade, credibilidade e uniformidade aos resultados das medições. Como as medições estão presentes, direta ou indiretamente, em praticamente todos os processos de tomada de decisão, a abrangência da metrologia é imensa, envolvendo a indústria, o comércio, a saúde e o meio ambiente, entre outras.

O uso da Metrologia [6] é que garante a qualidade do produto final favorecendo as negociações pela confiança do cliente, sendo um diferenciador tecnológico e comercial para as empresas. Reduz o consumo e o desperdício de matéria-prima pela calibração de componentes e equipamentos, aumentando a produtividade. E ainda reduz a possibilidade de rejeição do produto, resguardando os princípios éticos e morais da empresa no atendimento das necessidades da sociedade em que está inserida, evitando desgastes que podem comprometer a sua imagem no mercado.

No ano de 1795, durante a Revolução Francesa, se instituiu na França o Sistema Métrico Decimal que tinha como base o metro e o quilograma. Este sistema de medidas se estabeleceu com a finalidade de melhorar os dois grandes inconvenientes que apresentavam as antigas medidas, onde as unidades com igual nome variavam de uma província a outra, e as subdivisões das diferentes medidas não eram decimais, resultando em grandes complicações para o cálculo.

Em 20 de maio de 1875, 17 países, incluindo o Brasil, assinaram em Paris a Convenção do Metro, criando o *Bureau* Internacional de Pesos e Medidas

(BIPM), por ocasião da última seção da Conferência Diplomática do Metro. O Sistema Métrico Decimal evoluiu ao longo do tempo e em 1960 [7], a 11<sup>a</sup> Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM) decidiu que o sistema deveria ser chamado de Sistema Internacional de Unidades, SI (*Système international d'unités*, SI), envolvendo as unidades de base: metro, quilograma, segundo, ampère, kelvin, candela e mol. Era um sistema de unidades simples e único que podia ser reproduzido com exatidão em qualquer momento e em qualquer lugar, através de meios disponíveis para qualquer pessoa. Atualmente, o SI apresenta 7 unidades de base conforme observa-se na Tabela 1.

**Tabela 1** - Grandezas e unidades de base do SI [8].

GRANDEZA	UNIDADE SI	
	NOME	SÍMBOLO
Comprimento	Metro	M
Massa	Quilograma	Kg
Tempo	Segundo	S
Corrente Elétrica	Ampère	A
Temperatura Termodinâmica	Kelvin	K
Quantidade de Matéria	Mol	Mol
Intensidade Luminosa	Candela	Cd

### 2.1.2.

#### **Bureau Internacional de Pesos e Medidas (BIPM)**

O BIPM tem sua sede em Paris, nos domínios do Pavilhão *Bretuil*, posto à sua disposição pelo governo francês. A manutenção do BIPM é assegurada pelos Estados membros da Convenção do Metro, Institutos Nacionais de Metrologia (INM), que hoje é integrada por 51 países. O BIPM [9] tem por missão assegurar a unificação mundial das medidas físicas, sendo encarregado de:

- Estabelecer as unidades e os padrões internacionais das principais grandezas físicas, além de conservar os protótipos internacionais;
- Efetuar a comparação dos padrões nacionais e internacionais;
- Efetuar e coordenar as determinações relativas às constantes físicas que intervêm naquelas unidades.

O BIPM funciona sob fiscalização exclusiva do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM), sob autoridade da CGPM.

A CGPM é formada por representantes de todos os Estados membros da Convenção do Metro e reúne-se, atualmente, de quatro em quatro anos. Ela

recebe em cada uma de suas seções o relatório do Comitê Internacional sobre os trabalhos executados, e tem por finalidade:

- Discutir e provocar as medidas necessárias para assegurar a propagação do SI;
- Sancionar os resultados das novas determinações metroológicas fundamentais e as diversas resoluções científicas de cunho internacional;
- Adotar as decisões importantes concernentes à organização e ao desenvolvimento do BIPM.

O CIPM [10] é composto de dezoito representantes de Estados-Membros sob a Convenção do Metro. Sua função principal é promover a uniformidade mundial das unidades de medida e isto é implantado por ação direta ou submetendo resoluções à CGPM.

O CIPM reúne-se anualmente no BIPM e, dentre outros encargos, discute os relatórios apresentados por seus Comitês Consultivos.

O CIPM também deve:

- Discutir o trabalho do BIPM sob a autoridade delegada pela CGPM;
- Publicar um relatório anual sobre a posição financeira e administrativa do BIPM para os governos dos Estados membros da Convenção do Metro;
- Discutir trabalhos de metrologia realizados em comum pelos Estados-Membros e estabelecer diretrizes e coordenar atividades entre especialistas em Metrologia;
- Estabelecer recomendações apropriadas.

Os 10 Comitês Consultivos da Conferência Geral de Pesos e Medidas são:

1. Comitê Consultivo de Eletricidade e Magnetismo (CEEM);
2. Comitê Consultivo de Fotometria e Radiometria (CCPR);
3. Comitê Consultivo de Termometria (CCT);
4. Comitê Consultivo de Comprimento (CCL);
5. Comitê Consultivo de Tempo e Frequências (CCTF);
6. Comitê Consultivo de Radiações Ionizantes (CCRI);
7. Comitê Consultivo de Unidades (CCU);
8. Comitê Consultivo para a Massa e Grandezas Aparentes (CCM);
- 9. Comitê Consultivo para a Quantidade da Matéria (CCQM);**
10. Comitê Consultivo de Acústica, Ultra-Som e Vibrações (CCAUUV).

### **2.1.3. Estrutura da metrologia mundial**

Quando se observa a Metrologia nas grandes economias do mundo, pode-se identificar uma estrutura básica com três principais componentes [11]:

- Sistema de controle metrológico de caráter compulsório, em áreas sujeitas à regulamentação do Estado - a Metrologia Legal;

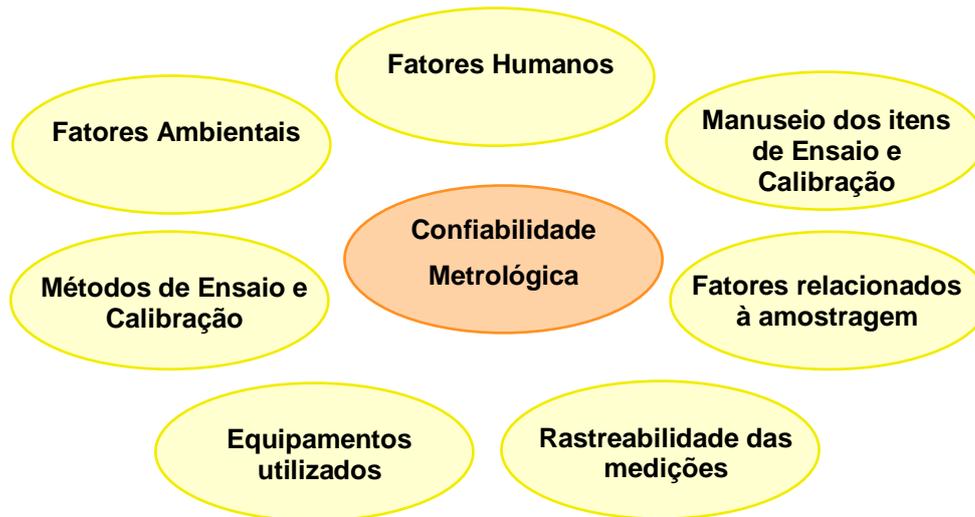
- Redes de laboratórios de calibração e de ensaios, compostas por entidades privadas e públicas, de elevada capilaridade, organizadas em função das necessidades do mercado, no que se refere aos serviços demandados pelos diversos setores da economia, e das demandas sociais, no que se refere aos setores sob a responsabilidade do Estado. Em quaisquer dos casos, esses serviços devem operar dentro de regras que assegurem sua credibilidade, sua qualidade e garantam as condições de concorrência e os direitos do cliente final. Neste ponto, a existência de um sólido sistema de acreditação é fundamental;

- Instituto metrológico nacional de direito público (em alguns poucos países é uma instituição privada, mas com controle e subvenção do Estado), que se responsabiliza pelos padrões nacionais e pela gestão e operação das funções estratégicas inerentes ao início da cadeia de rastreabilidade metrológica no País.

É justamente essa instituição metrológica, responsável principalmente por manter e conservar os padrões metrológicos de referência nacional, bem como pela realização ou reprodução e disseminação (disseminação é o processo de provimento de rastreabilidade a um grande número de usuários, via uma cadeia metrológica) das unidades de medida do SI, e sua harmonização em nível mundial, que constitui a essência do INM de cada país. A realização dessas tarefas, por sua vez, requer elevado conhecimento científico e tecnológico, além de reconhecimento internacional, o que implica em permanente atividade de pesquisa científica e tecnológica, na fronteira do conhecimento.

### **2.1.4. Confiabilidade metrológica**

De acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2], os laboratórios devem assegurar a rastreabilidade das medições ao SI. Quando não for possível, deve-se fornecer confiança às medições pelo estabelecimento da rastreabilidade a padrões apropriados, tais como, o uso de materiais de referência certificados (MRC), uso de métodos especificados e/ou padrões consensados (claramente descritos e acordados).



**Figura 2** - Esquema dos diversos fatores que contribuem a confiabilidade metrológica em laboratórios de ensaio e calibração [12].

Em uma pesquisa realizada [13] verificou-se que as principais não-conformidades impeditivas para realizar a avaliação de laboratório de ensaio e calibração são a falta de rastreabilidade, dentre outras, a falta de políticas e procedimentos requeridos, procedimentos inadequados para calibração e ensaios bem como o cálculo da incerteza de medição, como podemos observar na Figura 2. A falta de rastreabilidade está em torno de 70% das não-conformidades observadas nas avaliações realizadas pela Cgcre/Inmetro.

### 2.1.5. Importância da rastreabilidade na metrologia

A confiabilidade das medições está fortemente associada à rastreabilidade metrológica que, segundo o VIM [5], é definida como “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”.

A rastreabilidade visa à comparabilidade dos resultados de medição entre os diversos níveis hierárquicos.

A pirâmide da Figura 3 representa a cadeia de padrões que possibilita rastrear as medições usadas nas indústrias (laboratórios em geral) de acordo com as definições das unidades do SI. As relações hierárquicas dessa cadeia são estabelecidas com base nos níveis de incerteza envolvidos. O topo é

constituído pelas definições fundamentais das unidades de medida do SI. No segundo nível, estão os padrões internacionais, mantidos pelo BIPM, nível mais alto na hierarquia da Metrologia e de mais alta exatidão. Esta estrutura piramidal se estende aos padrões nacionais mantidos pelos INM, os quais comparam-se entre si no âmbito do BIPM, assegurando que todos os países possuem a mesma competência para uma determinada medição, aos padrões de referência de laboratórios de calibração e ensaios e aos padrões de trabalho, chegando às medições realizadas por usuários finais [14].



**Figura 3** - Hierarquia do Sistema Metrológico

### 2.1.6. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial

O Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro) [15] é uma autarquia federal, vinculada ao Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior (MDIC), que atua como Secretaria Executiva do Conselho Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Conmetro), colegiado interministerial, que é o órgão normativo do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Sinmetro).

O Sinmetro, o Conmetro e o Inmetro foram criados pela Lei 5.966, de 11 de dezembro de 1973, com o objetivo de integrar uma estrutura sistêmica articulada, cabendo ao Inmetro substituir o então Instituto Nacional de Pesos e

Medidas (INPM) e ampliar significativamente o seu raio de atuação a serviço da sociedade brasileira.

O Conmetro é um colegiado interministerial, do mais alto nível, responsável por traçar as políticas e diretrizes nacionais da metrologia, normalização e qualidade industrial no País. Integram o Conmetro os ministros do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior; da Ciência e Tecnologia; da Saúde; do Trabalho e Emprego; do Meio Ambiente; das Relações Exteriores; da Justiça; da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento; da Defesa; o Presidente do Inmetro e os Presidentes da Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT, da Confederação Nacional da Indústria - CNI e do Instituto de Defesa do Consumidor - IDEC.

Entre as competências do Conmetro, de interesse para este estudo, destacam-se:

- Formular, coordenar e supervisionar a política nacional de metrologia, normalização industrial e certificação da qualidade de produtos, serviços e pessoal, prevendo mecanismos de consulta que harmonizem os interesses públicos, das empresas industriais e dos consumidores;
- Assegurar a uniformidade e a racionalização das unidades de medida utilizadas em todo o território nacional;
- Estabelecer regulamentos técnicos referentes a materiais e produtos industriais;
- Fixar critérios e procedimentos para certificação da qualidade de materiais e produtos industriais;
- Coordenar a participação nacional nas atividades internacionais de metrologia, normalização e certificação da qualidade.

O Inmetro por sua vez, no âmbito de sua ampla missão institucional, através da metrologia e da qualidade, objetiva fortalecer as empresas nacionais, principalmente, quanto a sua competitividade por meio da adoção de mecanismos destinados à melhoria da qualidade de produtos e serviços, bem como promover a qualidade de vida do cidadão.

Dentre as competências e atribuições do Inmetro, também de interesse para este estudo, ressaltam-se:

- Executar as políticas nacionais de metrologia e da qualidade;
- Verificar a observância das normas técnicas e legais, no que se refere às unidades de medida, métodos de medição, medidas materializadas, instrumentos de medição e produtos pré-medidos;

- Manter e conservar os padrões das unidades de medida, assim como implantar e manter a cadeia de rastreabilidade dos padrões das unidades de medida no País, de forma a torná-las harmônicas internamente e compatíveis no plano internacional, visando, em nível primário, à sua aceitação universal e, em nível secundário, à sua utilização como suporte ao setor produtivo, com vistas à qualidade de bens e serviços;

- Fortalecer a participação do País nas atividades internacionais relacionadas com metrologia e qualidade, além de promover o intercâmbio com entidades e organismos estrangeiros e internacionais;

- Planejar e executar as atividades de acreditação de laboratórios de calibração e de ensaios, de provedores de ensaios de proficiência, de organismos de certificação, de inspeção, de treinamento e de outros, necessários ao desenvolvimento da infra-estrutura de serviços tecnológicos no País;

- Coordenar, no âmbito do Sinmetro, a certificação compulsória e voluntária de produtos, de processos, de serviços e a certificação voluntária de pessoal.

### **2.1.7.**

#### **Acordo de reconhecimento mútuo**

No encontro realizado em Paris, 14 de outubro de 1999, os diretores dos INM de 38 Países Membros da Convenção do Metro e representantes de 2 organizações internacionais, assinaram o Acordo de Reconhecimento Mútuo (*Mutual Recognition Arrangement - CIPM MRA*) para referências nacionais de medição e para certificados de calibração e de medição. Um grande número de institutos se agregou desde então.

Este comitê já surgiu com a grande responsabilidade de atingir o reconhecimento mútuo internacional na área de Metrologia Química (MQ). Assim, medidas químicas aprovadas pelos órgãos de metrologia serão incluídas no banco de dados do BIPM de intercomparações.

Este Acordo de Reconhecimento Mútuo é responsável pela crescente necessidade de um sistema aberto, compreensível e transparente para fornecer aos usuários, informações quantitativas confiáveis sobre a comparabilidade de serviços e resultados de medições dos INM e fornecer base técnica para acordos visando comércio internacional e regulamentações.

## 2.2.

### A metrologia química

O desenvolvimento da MQ [16] ocorreu, no cenário mundial, a partir de 1993 com a criação do CCQM, no fórum do BIPM, na França.

As principais atividades do CCQM se concentram nos métodos primários de medição, comparações internacionais e o estabelecimento da equivalência entre os INM e aconselhar o CIPM a respeito de questões referentes à MQ.

No País, o marco da MQ surgiu no Seminário "Metrology in Chemistry - A New Challenge for the Americas", que ocorreu no Rio de Janeiro, de 3 a 4 de novembro de 1997.

Reconhecendo essa área como de extrema importância estratégica para a competitividade dos produtos e serviços brasileiros, o Inmetro criou em junho de 2000 a Divisão de Metrologia Química (Dquim), no âmbito da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial (Dimci), atuando nas áreas da Metrologia em Eletroquímica, Química Orgânica, Química Inorgânica, Química do Estado Gasoso, Motores a Combustão, Combustíveis e Lubrificantes.

#### 2.2.1.

##### Rastreabilidade na metrologia química

Na MQ [11] a rastreabilidade desempenha o mesmo papel relevante, para a confiabilidade das medições, que nas demais áreas da metrologia.

Entretanto, em função das especificidades da grandeza de base da MQ, a Quantidade de Matéria, e de sua unidade básica, o mol, na MQ os Métodos Primários de Medição (MPM) e os MRC são de extrema (ou fundamental relevância) para a rastreabilidade.

De modo a garantir os meios que assegurassem padronização e confiabilidade às medições em MQ, na falta do padrão físico primário do mol o CCQM, baseado nos precedentes estabelecidos nas demais áreas da metrologia, definiu o uso de MPM como o único caminho para se estabelecer medidas confiáveis (primárias) de "quantidade de matéria".

Em 1998 o CCQM definiu MPM do seguinte modo:

"Um método primário de medição é um método que possui as mais altas qualidades metrológicas, cuja operação pode ser completamente descrita e compreendida, para o qual uma completa declaração de incertezas pode ser feita em termos de unidades do SI, e cujos resultados são, portanto, aceitos sem referência a um padrão da grandeza sob medição" [17].

A expressão “as mais altas qualidades metrológicas” está presente na definição para enfatizar alguns aspectos, como, por exemplo, que o método primário deve ter incertezas que sejam suficientemente pequenas para que os resultados possam ser usados para estabelecer a rastreabilidade ao SI. Na prática, ter as mais altas qualidades metrológicas significa ter sido realizado utilizando as técnicas mais avançadas disponíveis.

A definição de método primário é complementada pelo CCQM: “medições de quantidade de matéria, para serem consideradas primárias, devem ser feitas utilizando-se um método que é específico para uma substância definida e para o qual os valores de todos os parâmetros, ou correções que dependem de outras espécies ou da matriz, são conhecidos ou podem ser calculados com incerteza apropriada”.

O CCQM também definiu os métodos primários a serem utilizados para medição de “quantidade de matéria”:

- Espectrometria de Massas por Diluição Isotópica;
- Coulometria;
- Gravimetria;
- Titrimetria;
- Determinação do Ponto de Congelamento;
- Análise por Ativação Neutrônica.

Existem também os Sistemas Primários de pH e Condutividade Eletrolítica, que apesar de não estarem relacionados acima (sua unidade não é reportada em mol, e sim, em mV ou pH e S/m, respectivamente) são considerados Métodos Primários, pois se encontram no mais alto nível hierárquico (menor incerteza) para as respectivas medições.

Assim, em princípio, toda medição em Química, para estar rastreada ao SI, deveria ser feita utilizando-se métodos primários. Entretanto, se por um lado o uso desses métodos tem um altíssimo custo em equipamentos, recursos humanos especializados e conhecimento, além de serem poucos os métodos disponíveis, por outro lado, o número e a complexidade das análises químicas crescem continuamente, pois é praticamente infinito o número de combinações de substâncias químicas, em diferentes matrizes (águas, tecidos humanos, solo, etc.), que precisam ser analisados pelos mais diversos motivos.

Desse modo, o alto custo da utilização dos métodos primários inviabilizaria, na prática, a disseminação do uso de padrões metrológicos de medição, da MQ, nos diversos setores da economia e da sociedade que deles

necessitam. É, principalmente, para superar este problema, e viabilizar amplamente a padronização e a rastreabilidade das medições de “quantidade de matéria” (MQ), que os MRC são produzidos e utilizados.

A compreensão do conceito de MRC em MQ envolve o exame de outros conceitos, começando pelo de 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” [5].

MRC é um “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” [5].

Assim, o MRC é um 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 [5].

Logo, uma das características mais importantes dos MRC, é que eles oferecem rastreabilidade à unidade na qual se expressam os valores das propriedades de interesse naquele MR.

A unidade mencionada na definição de MRC é uma das unidades de base das grandezas de base do SI (ver Tabela 1). Desse modo, em MQ os MRC oferecem rastreabilidade ao mol, unidade de base de sua grandeza “Quantidade de matéria”. Isto significa que quando um MRC for utilizado “na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou atribuição de valores a materiais” os resultados desses procedimentos terão confiabilidade metrológica, pois estarão rastreados ao mol.

Entretanto, o mol não tem um padrão físico primário e, por isto, a rastreabilidade direta de uma medição ao mol depende de esta ter sido realizada por meio de um daqueles métodos primários de medição já definidos. Logo, é fácil perceber que os MRC, em MQ, só podem oferecer rastreabilidade ao mol se forem produzidos com os processos adequados, certificados por meio de métodos analíticos também adequados e, sempre que possível com base na utilização de algum “padrão primário”.

O CCQM, em sua primeira reunião, em 1995, definiu que “um material de referência primário é aquele que possui as mais altas qualidades metrológicas e cujo valor é determinado por meio de um método primário” [18].

Assim, dizer que um MRP possui as mais altas qualidades metrológicas significa dizer que foi produzido com as tecnologias mais avançadas disponíveis e que foi certificado por meio de métodos primários de medição, uma vez que são essas condições que garantem a um MR as qualidades necessárias para estar no topo da cadeia metrológica, e assim poder ser classificado de “primário”.

Conforme apresentado anteriormente, existem poucos MPM por isso, a certificação de MR também pode ser realizada através da análise por dois ou mais métodos independentes ou ainda pela comparação interlaboratorial realizada por um determinado número mínimo de laboratórios de competência reconhecida [19].

### **2.2.2.**

#### **A Importância dos materiais de referência certificados para as economias nacionais**

Ao longo dos últimos anos a MQ e os MRC assumiram papel de grande relevância, tanto no plano nacional como no internacional. Em consequência, nas últimas décadas do século passado este ramo da metrologia se estruturou, em nível mundial, no âmbito do BIPM.

Este processo se deu como resposta à forte demanda por qualidade e confiabilidade das medições em Química, gerada pelo expressivo desenvolvimento da ciência, da tecnologia e da economia mundial. Essa demanda se originou, entre outros fatores, das necessidades específicas da indústria, do comércio mundial, e da necessidade de gestão dos impactos, causados pelo desenvolvimento industrial, sobre o meio-ambiente e a saúde, humana e animal.

Por um lado, as próprias necessidades das indústrias, como, por exemplo, as da área Química e as de semicondutores, ampliaram aceleradamente a necessidade de medições confiáveis e em níveis de expressão cada vez menores, evoluindo, por exemplo, de “porcentagens” a “partes por bilhão”.

Do mesmo modo, o forte incremento das relações de troca também ampliou significativamente esta demanda por qualidade e confiabilidade das medições dos compostos químicos, principalmente em função da necessária comparabilidade e confiabilidade das características metrológicas dos objetos das trocas comerciais, intra e entre países [20].

Mais recentemente, essa necessidade de qualidade e confiabilidade das medições em Química tornou-se ainda mais premente, em função das barreiras técnicas ao comércio internacional.

Barreiras técnicas, considerando o estipulado pela Organização Mundial do Comércio (OMC), são barreiras comerciais derivadas da utilização de normas ou regulamentos técnicos não transparentes ou não embasados em normas internacionalmente aceitas ou, ainda, decorrentes da adoção de procedimentos de avaliação da conformidade não transparentes e/ou demasiadamente dispendiosos, bem como de inspeções excessivamente rigorosas [21].

Outro importante fenômeno que ampliou continuamente a exigência de qualidade e confiabilidade das medições em química foi o próprio desenvolvimento das indústrias dessa área.

Ao longo dos últimos 25 anos, o desenvolvimento científico e tecnológico propiciou um forte crescimento das indústrias químicas e da participação destas nas economias nacionais.

Os países desenvolvidos perceberam mais rapidamente a importância da MQ e seu impacto na qualidade dos seus produtos comercializados que teriam que atender as exigências cada vez maiores do mundo globalizado. Por isso, a implantaram em seus institutos nacionais de metrologia há pelo menos 10 anos.

### **2.2.3.**

#### ***Code d'Indexation des Matériaux de Référence***

Existe atualmente uma base de dados internacional via Internet, o COMAR (*Code d'Indexation des Matériaux de Référence*), com informações sobre MRC. São cerca de 11.000 MRC cadastrados, produzidos em diversos países do mundo. A COMAR possui atualmente informações de cerca de 250 produtores de 26 países e, apesar de existirem outras bases de dados, é a única que não possui vínculo com produtores de MRC. Os campos de aplicação definidos para cadastro na COMAR são: ferrosos, não ferrosos, inorgânicos, orgânicos, propriedades físicas, biológicos, qualidade de vida e indústria [22].

Do Brasil constam MR produzidos pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT) e CETEM, classificados nos campos de aplicação ferrosos, não ferrosos, inorgânicos, orgânicos, propriedades físicas e indústria. Não há MRC brasileiros cadastrados nos campos biológico e qualidade de vida.

Se considerarmos agora a importância fundamental dos MRC para a metrologia química, fica evidente porque o domínio desta e sua estruturação, bem como a produção de MRC, se tornaram elementos estratégicos de grande

importância para o progresso das economias nacionais e o bem-estar de suas populações.

#### **2.2.4.**

#### **Programa de acreditação de produtores de materiais de referência no Brasil**

A acreditação de produtores de MR está ocorrendo segundo o ABNT ISO GUIA 34 [23], em combinação com a Norma ABNT ISO/IEC 17025 [2].

Os produtores de MR devem: demonstrar a qualidade das matérias-primas utilizadas para o desenvolvimento dos MR, prover treinamento de pessoal, elaboração de relatórios de análise dos materiais de referência desenvolvidos, emissão de certificados, entre outros parâmetros visando demonstrar a competência técnica na produção dos MR [24].

Os principais objetivos deste programa são:

- Efetuar o levantamento da demanda por acreditação de produtores de MR;
- Efetuar o levantamento da disponibilidade e necessidades de treinamento de avaliadores;
- Implantar um programa de acreditação de produtores de materiais de referência a ser executado pela Divisão de Acreditação de Laboratórios (Dicla) da Cgcre/Inmetro.

Atualmente, o programa de acreditação de produtores de MR está realizando um estudo piloto com produtores de MR, o qual visa acreditar os Produtores de Materiais de Referência (PMR) candidatos. [12].

#### **2.2.5.**

#### **Uso de materiais de referência certificados**

Os MRC são uma das principais ferramentas na determinação de muitos aspectos da qualidade de medição e são usados para fins de validação de métodos, no desenvolvimento de metodologias, nas incertezas de medição, na calibração de instrumentos analíticos, no acompanhamento e avaliação do desempenho de analistas, no controle e garantia da qualidade, no controle de processos, na avaliação da proficiência laboratorial, bem como no controle e atribuição de valores a outros materiais e principalmente, manter e estabelecer rastreabilidade a escalas convencionais (ex.: escalas de dureza e pH) [19].

### **2.2.5.1. Calibração de instrumentos analíticos**

Este é o caso onde padrões de elementos químicos puros são utilizados para construir curvas de calibração para uma determinada técnica analítica [25].

### **2.2.5.2. Validação de métodos analíticos**

Neste caso o MRC é utilizado para realizar estudos que visam determinar as seguintes características de um procedimento analítico: limite de detecção, limite de quantificação, faixa de trabalho, sensibilidade, precisão, exatidão, linearidade, robustez e seletividade [25].

### **2.2.5.3. Controle de qualidade**

Neste caso o MR é utilizado como amostra de controle, para verificar se os resultados obtidos em um determinado dia estão em conformidade com os resultados obtidos nos ensaios de validação do procedimento analítico [25].

### **2.2.5.4. Desenvolvimento de material de referência secundário**

Em alguns casos utiliza-se o MRP, que por definição foi caracterizado utilizando-se um procedimento de medição de referência primário para certificar uma propriedade em um material de referência secundário (MRS) [25].

## **2.3. Características dos materiais de referência certificados**

A ISO Guia 33 [26] define como sendo 6 as principais características dos MRC.

Quanto ao nível: O MRC deve ter propriedades certificadas em um nível compatível (ou apropriado) em relação a sua utilização. Ex.: faixa de concentração compatível.

Quanto à matriz: O MRC deve estar numa matriz o mais compatível possível em relação aquela que está sendo utilizada no procedimento de medição. Ex.: colesterol do soro.

Quanto à forma: O MRC deve estar no mesmo estado físico e forma do que o material que está sendo medido no processo de medição. Ex.: sólido (HPA's no solo).

Quanto à quantidade: A quantidade adquirida do MRC deve ser suficiente para todo o processo de medição. A aquisição de MRC de lotes diferentes para a aplicação em um mesmo processo de medição deve ser evitada.

Quanto à estabilidade: As propriedades certificadas no MRC em uso num processo de medição devem ser estáveis no decorrer do experimento. O certificado do MRC deve estabelecer os parâmetros referentes à estabilidade.

Quanto à incerteza: A incerteza do valor certificado deve ser compatível com a exatidão e a confiabilidade requeridas no processo de medição.