

3 Rastreabilidade de medição

O conceito de incerteza da medição está intimamente relacionado com o conceito de **rastreabilidade da medição**, visto que esta última envolve a definição da referência usada para a medição em relação à qual é estimado o resultado com incerteza.

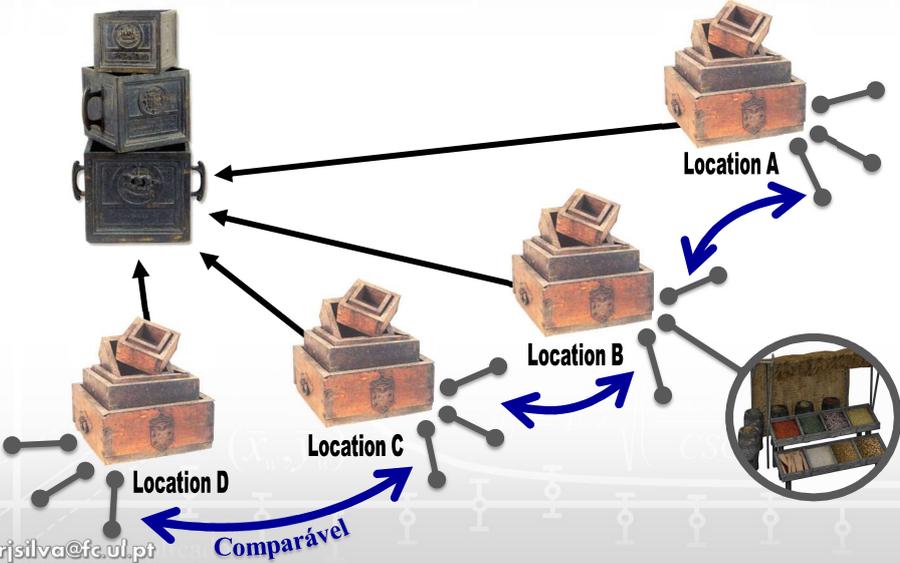
- Exemplo de uma cadeia de rastreabilidade nacional:



Medida padrão de volume de secos de D. Sebastião.

3 Rastreabilidade de medição

- Exemplo de uma cadeia de rastreabilidade nacional:



Location A

Location B

Location C

Location D

Comparável

rjsilva@fc.ul.pt

3 Rastreabilidade de medição

• Exemplo de uma cadeia de rastreabilidade nacional:

Padrão primário Nacional

Padrão secundário Nacional

Caixas usadas nos mercados

Medição “de raso”
(painel de azulejos, Alfândega de Lisboa)

rjsilva@fc.ul.pt Cadeia de Rastreabilidade

3 Rastreabilidade de medição

• Exemplo de uma cadeia de rastreabilidade nacional:

Padrão primário Nacional

As cadeias de rastreabilidade nacionais são adequadas para o mercado nacional

Padrão secundário Nacional

Caixas usadas nos mercados

Medição “de raso”
(painel de azulejos, Alfândega de Lisboa)

rjsilva@fc.ul.pt Cadeia de Rastreabilidade

3 Rastreabilidade de medição

- **Exemplo de uma cadeia de rastreabilidade internacional:**
As cadeias de rastreabilidade internacionais são adequadas ao Mercado internacional:



A cadeia de rastreabilidade deve ser selecionada considerando a disseminação da referência e a incerteza máxima admissível da medição (i.e. a incerteza alvo [1]):

1. IPQ, IMETRO, Vocabulário Internacional de Metrologia; 1ª Edição Luso-Brasileira, 2012 (www.ipq.pt).

rjsilva@fc.ul.pt

3 Rastreabilidade de medição

- **Referências do passado:**



Peso de balança de braço Romano

Pesos padrão da Confraria de Santo Elói, 1743

Peso padrão de duas arrobas, 1819

Padrão medieval do côvado e da vara, gravado no pórtico da Igreja da Madalena de Monforte

rjsilva@fc.ul.pt

C

3 Rastreabilidade de medição

O VIM¹ define rastreabilidade metrológica como a “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.”.

Todas as medições são rastreáveis a uma base (*i.e.*, referência) que pode ser desde local a internacional. Esta assegura a comparabilidade de todos os resultados que lhe são referenciados. Por vezes, a referência usada num ensaio não é satisfatória, não é estável ou não se encontra bem identificada. O objectivo da definição da rastreabilidade da medição é identificar esta referência e assegurar que é satisfatória.



1. IPQ, IMETRO, Vocabulário Internacional de Metrologia; 1ª Edição Luso-Brasileira, 2012 (www.ipq.pt).
rjsilva@fc.ul.pt

C

3 Rastreabilidade de medição

Comparabilidade metrológica de resultados de medição [1]: “Comparabilidade de resultados de medição que, para grandezas duma dada natureza, são rastreáveis metrologicamente à mesma referência.”

Exemplo:

Resultados de medição, para as distâncias entre a Terra e a Lua, e entre Paris e Londres, são comparáveis metrologicamente quando ambas são rastreáveis metrologicamente à mesma unidade de medida, por exemplo, o metro.



Nota 2: A comparabilidade metrológica não necessita que os valores medidos e as incertezas de medição associadas sejam da mesma ordem de grandeza.

1. IPQ, IMETRO, Vocabulário Internacional de Metrologia; 1ª Edição Luso-Brasileira, 2012 (www.ipq.pt).
rjsilva@fc.ul.pt

3 Rastreabilidade de medição | Unidades SI

- Rastreabilidade de Medições Químicas**
 Idealmente, a comparabilidade da medição, deve ser assegurada por um sistema hierárquico de procedimentos e padrões, capaz de assegurar a rastreabilidade das medições a unidades do Sistema Internacional.
- Todas as comparações envolvidas Devem ser da responsabilidade de diferentes níveis de laboratórios e ser realizadas com uma incerteza conhecida que mede a intensidade das ligações da cadeia de rastreabilidade.

The pyramid diagram illustrates the hierarchy of measurement traceability. It is divided into two main sections: laboratory levels and reference levels. The top section, labeled 'Laboratórios de Metrologia', includes 'Unidades do Sistema Internacional' and 'Padrões Internacionais (kg, massas atómicas, etc.)'. The middle section, labeled 'Laboratórios de Metrologia Química', includes 'Materiais de Referência Químicos Puros' and 'Métodos Primários'. The bottom section, labeled 'Laboratórios de Referência e Produtores de Materiais de Referência', includes 'Materiais de Referência Primários em Matriz', 'Métodos e Materiais de Referência Secundários', and 'Métodos e Materiais de Referência de uso corrente'. The base of the pyramid is labeled 'Laboratório de Ensaio'.

rjsilva@fc.ul.pt

3 Rastreabilidade de medição | Unidades SI

- Rastreabilidade de Medições Químicas**
 Idealmente, a comparabilidade da medição, deve ser assegurada por um sistema hierárquico de procedimentos e padrões, capaz de assegurar a rastreabilidade das medições a unidades do Sistema Internacional.

The pyramid diagram is annotated with arrows pointing to specific levels from a list of measurement examples. The list includes: 'Liga de Pb com pureza rastreada às unidades do SI 1', 'ICP-IDMS (Calib. com 1) 2', 'MRP - Água de Rio A 3 (Quantificada usando 2)', 'ICP-OES (Calib. com 3) - Quantificação de Água de Rio B 4', and 'EAAET (Calib. Com 4)'. The arrows indicate the traceability path for each measurement: the lead alloy is traced to SI units; ICP-IDMS is traced to primary reference materials; MRP is traced to primary reference materials in matrix; ICP-OES is traced to secondary reference materials; and EAAET is traced to current use methods.

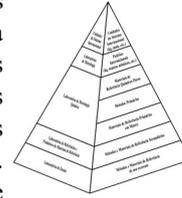
rjsilva@fc.ul.pt

C

3 Rastreabilidade de medição | Unidades SI

• Rastreabilidade de Medições Químicas

Junto ao topo desta cadeia de rastreabilidade devem ficar os procedimentos analíticos primários cujos princípios físico-químicos e cuja qualidade de desempenho asseguram a obtenção de resultados de elevada qualidade. Estes procedimentos devem ser usados para calibrar procedimentos secundários que, por sua vez, são usados para calibrar os procedimentos usados nos laboratórios de ensaio. Normalmente, os procedimentos primários são caros e demorados e os procedimentos correntemente usados nos laboratórios são mais simples mas também mais incertos.



rjsilva@fc.ul.pt

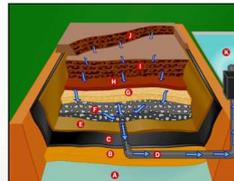
C

3 Rastreabilidade de medição | Valor definido por procedimento

• Rastreabilidade de Medições Químicas

Quando o problema analítico assim o permite, esta longa cadeia de rastreabilidade é substituída pela rastreabilidade ao valor definido por um procedimento empírico ou operacionalmente definido:

Exemplo: (1) Determinação do teor de metais extraíveis de um resíduo industrial com uma mistura de ácidos fortes segundo o procedimento EPA 3050B [5] com o objectivo de quantificar o teor de metais do resíduo que podem ter impacto ambiental por lixiviação pela chuva.



5 U. S. Environmental Protection Agency, Method 3050B – Acid digestion of sediments, sludges and soils, Revision 2, December 1996 (www.epa.gov).

6 NP 2096: 1986, Esmalte vitrificado em contacto com alimentos – Determinação de chumbo e cádmio no extracto acético. Método de absorção atómica, IPQ, Dezembro 1986.

rjsilva@fc.ul.pt

C

3 Rastreabilidade de medição | Valor definido por procedimento

- **Rastreabilidade de Medições Químicas**

Quando o problema analítico assim o permite, esta longa cadeia de rastreabilidade é substituída pela rastreabilidade ao valor definido por um procedimento empírico ou operacionalmente definido:

Exemplo: (...)

- (2) Determinação do teor de chumbo e cádmio no extracto acético de loiça cerâmica vitrificada segundo a Norma NP 2096 [6] com vista a avaliar o risco de contaminação dos alimentos.



5 U. S. Environmental Protection Agency, Method 3050B – Acid digestion of sediments, sludges and soils, Revision 2, December 1996 (www.epa.gov).

6 NP 2096: 1986, Esmalte vitrificado em contacto com alimentos – Determinação de chumbo e cádmio no extracto acético. Método de absorção atómica, IPQ, Dezembro 1986.

C

3 Rastreabilidade de medição | Valor definido por procedimento

- **Rastreabilidade de Medições Químicas**

Quando o problema analítico assim o permite, esta longa cadeia de rastreabilidade é substituída pela rastreabilidade ao valor definido por um procedimento empírico ou operacionalmente definido:

Exemplo: (...)

- (2) Determinação do teor de chumbo e cádmio no extracto acético de

A definição da rastreabilidade da medição ao valor definido pelo procedimento analítico só permite a comparabilidade de medições obtidas pelo mesmo procedimento.



5 U. S. Environmental Protection Agency, Method 3050B – Acid digestion of sediments, sludges and soils, Revision 2, December 1996 (www.epa.gov).

6 NP 2096: 1986, Esmalte vitrificado em contacto com alimentos – Determinação de chumbo e cádmio no extracto acético. Método de absorção atómica, IPQ, Dezembro 1986.

3 Rastreabilidade de medição | Material de referência

- **Rastreabilidade de Medições Químicas**

Por vezes assegura-se a comparabilidade de medições obtidas por procedimentos analíticos diferentes através da calibração com o mesmo material de referência (MR); *i.e.*, **rastreando as medições ao valor materializado pelo material de referência.**

No entanto, nem sempre o valor do MR está rastreado a unidades de medição SI.



(...)

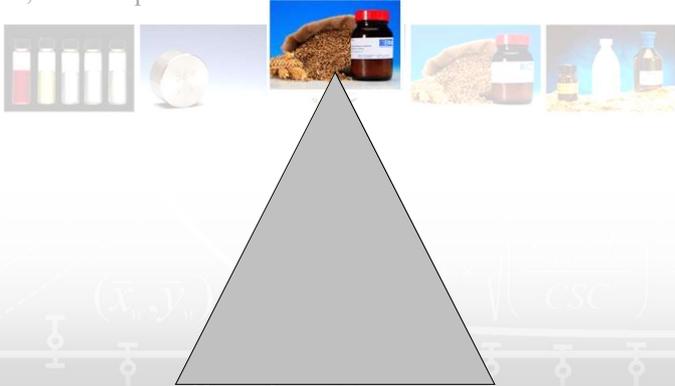
rjsilva@fc.ul.pt

3 Rastreabilidade de medição | Material de referência

- **Rastreabilidade de Medições Químicas**

Por vezes assegura-se a comparabilidade de medições obtidas por procedimentos analíticos diferentes através da calibração com o mesmo material de referência (MR); *i.e.*, **rastreando as medições ao valor materializado pelo material de referência.**

No entanto, nem sempre o valor do MR está rastreado a unidades de medição SI.



(...)

rjsilva@fc.ul.pt

Cadeia de Rastreabilidade

C

3 Rastreabilidade de medição | Material de referência

• Rastreabilidade de Medições Químicas

Por vezes assegura-se a comparabilidade de medições obtidas por procedimentos analíticos diferentes através da calibração com o mesmo material de referência (MR); *i.e.*, rastreando as medições ao valor materializado pelo material de referência.

No entanto, nem sempre o valor do MR está rastreado a unidades de medição SI.



Ao utilizar-se uma cadeia de rastreabilidade mais estável (e.g. unidades SI), é possível assegurar-se uma **maior comparabilidade dos resultados no espaço e no tempo** ...



A extensão da cadeia de rastreabilidade das medições não afecta o dia-a-dia dos laboratórios...

rjsilva@fc.ul.pt

C

3 Rastreabilidade de medição | Material de referência

• Rastreabilidade de Medições Químicas

Uma das limitações da generalização do desenvolvimento de sistemas hierárquicos de procedimentos e referências capazes de assegurar a rastreabilidade das medições químicas a unidades do Sistema Internacional é a não existência de procedimentos primários ou de substâncias de referência primárias adequadas.



Substâncias de referência da farmacopeia europeia

rjsilva@fc.ul.pt

C

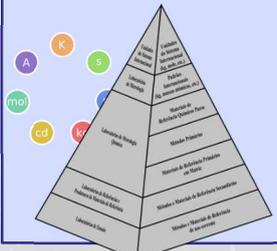
3 Rastreabilidade de medição | Síntese

• Tipos de rastreabilidade de medições em química:

Rastreabilidade a unidades SI

(e.g. “mg L⁻¹”, “mg kg⁻¹”, “mol L⁻¹”, “cg g⁻¹” e “cL L⁻¹”)

O Sistema de medição tem de ser calibrado com referência com valores rastreados a unidades SI.



Rastreabilidade ao valor definido pelo procedimento

Aplicável a procedimentos operacionalmente definidos; e.g. determinação de metais extraíveis em condições específicas



Rastreabilidade ao valor materializado num material de referência

(valor não rastreável a unidades SI)



rjsilva@fc.ul.pt