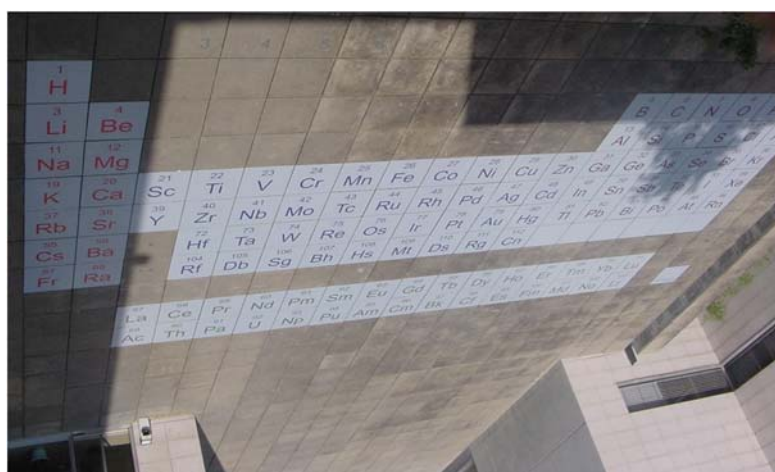




3

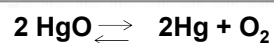
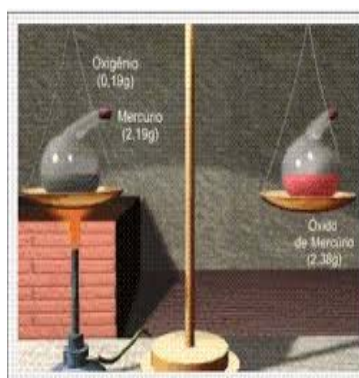


4

Lei de conservação da massa



Antoine Laurent de Lavoisier, 1743-1794



Nada se ganha, nada se perde, tudo se transforma



" Apenas levou uns segundos a tirarem-lhe a cabeça, e, talvez, um século não seja o tempo suficiente para aparecer outra cabeça como a dele (A. Lavoisier).

Joseph-Louis Lagrange, 1736-1813



9-12 Novembro 2014

Serra Negra- SP- Brasil

7



20/03/2017

<http://www.bipm.org>

8

Instituto Português da **Q**ualidade

IPQ SPQ Normalização Metrologia Temas Europeus

Notícias
11/1/2017 - Taxas Controlo Metroológico 2017
Consulte os valores atualizados...

27/1/2017 - Atividade Metroológica Legal

27/4/2016 - Taxímetros - Alteração de tarifário devido a reposição de feridos

EVENTOS



O IPQ é o instituto público que, integrado na administração indireta do Estado, tem por missão a coordenação do sistema português da qualidade, a promoção e a coordenação de atividades que visem contribuir para demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos, bem como o desenvolvimento das atividades necessárias às suas funções de Instituição Nacional de Metrologia e de Organismo Nacional de Normalização.



Ver exterior



IPAC - Instituto Português de Acreditação, I.P. ★ Website Direções

Escritório empresarial

Endereço: 4º 2829-513, R. António Gião 2, Caparica
Telefone: 21 294 8201

Following an international inquiry by the BIPM, which began in **1948**, the 10th CGPM, in **1954**, approved the introduction of the **ampere**, the **kelvin** and the **candela** as base units, respectively, for electric current, thermodynamic temperature and luminous intensity. The name *International System of Units*, with the abbreviation SI, was given to the system by the 11th CGPM in **1960**. At the 14th CGPM in **1971**, after lengthy discussions between physicists and chemists, the current version of the SI was completed by adding the **mole** as the base unit for amount of substance, bringing the total number of base units to seven.



Introdução à Metrologia Química

*Construção de uma sólida infraestrutura
de
medições químicas*

© European Communities, 2003- 2007

Este curso é destinado a...

- **Executantes de medições** que
 - Se projectam para fora do laboratório (ex: bases de dados conjuntas/comuns)
 - Atravessam fronteiras (ex: comércio)
 - São usadas em contextos legais (ex: controlo do laboratório e organismos oficiais)
- **Vendedores** (ou candidatos a) de serviços de medição
- **Agentes de Ensino** de profissionais destas áreas
- **Audtores técnicos** (ex: 17025)

Sumário

- O que é a Metrologia Química?
- Por que é necessária?
- Quais são as diferenças para a Metrologia Física?

- Mostrar a sua importância
- Como pode ser implementada
 - Definir: Uma linguagem comum
 - Procedimentos comuns
- Evidenciar a relevância na melhoria da qualidade das medições

*A nova abordagem global do CIPM-MRA:
foco na metrologia & na integração*

O que é a Metrologia?

Metrologia = Ciência da Medição

Trata de fazer **compreender** o processo de medição

(não de como medir com a menor incerteza possível)

Por que é necessária?

As sociedades modernas utilizam medições

- em tecnologia
- em trocas comerciais
- no estabelecimento de regulamentos
(cerca de 40% das Directivas Europeias envolvem medições)

A Metrologia é importante

e a Comissão Europeia promove-a!

A Abordagem Metroológica

Abordagem da Química Analítica



Alguns princípios:

- mantêm-se...
- são melhorados!
- são modificados!

Algumas "crenças" vulgares

- ☒ O meu resultado está correcto, mas não preciso de provar porquê
- ☒ Não é necessário afirmar & demonstrar a rastreabilidade
- ☒ Não é possível escrever uma equação modelo
- ☒ Não é possível usar uma base comum para estimativa de incertezas
- ☒ Quanto mais pequeno for o número sob " \pm " melhor é o meu laboratório
- ☒ Faço assim há muito e sei muito bem como fazer!

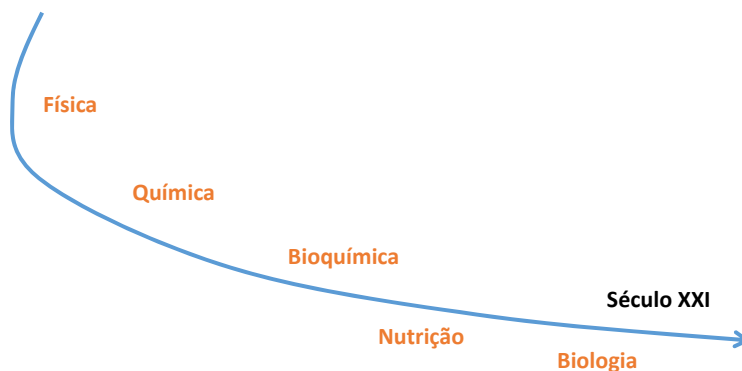
Algumas ideias-base em Metrologia

- **Informação limitada:** "a Verdade" só existe em teoria, pois apenas pode ser aproximada
- **Realismo:** faça-se como se fizer nunca estará perfeito
- **Transparência:** registe-se tudo com clareza, sem deixar nada de fora
- **Revisão crítica:** nunca se verão problemas se não se olhar de forma crítica
- Linguagem e práticas **normalizadas/unificadas** entre disciplinas & sectores

Progrida-se na senda da melhoria contínua

A Metrologia nas diferentes áreas da Ciência

O que é que se está a tentar medir?
Qual é a **Mensuranda**?



19

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

Metrologia, uma visão unificada

Os laboratórios dão os resultados aos Clientes

Resultado = valor ± incerteza **Trivial ?**

- Incerteza \square exprime confiança intrínseca no resultado
- ISO-GUM \square a forma corrente de avaliar a incerteza
- Vocabulário de Metrologia, VIM \square Terminologia Unificada

20

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

Metrologia Química

Tradicional

- É suficiente rastrear as medições a algum padrão de medição local
- Cada sector decide como exprimir a confiança
- A repetição de medições dá **toda** a informação necessária

Nova

- ✓ Explicitar, estabelecer e demonstrar a rastreabilidade
- ✓ Incerteza GUM \Rightarrow abordagem normalizada entre sectores
- ✓ A repetição de medições só dá **parte** da informação necessária

Metrologia Química

1. Está relacionada com os fundamentos da Química
Analítica
2. É necessária para obter resultados de medições de boa qualidade
3. É da responsabilidade do laboratório que executa medições

Metrologia Física/MiP vs. Química/MiC

MiP : Assenta geralmente em medições directas
 ☒ na grande maioria “**independente da amostra**” (*comprimento, massa, temperatura,...*)

MiC : Vários factores afectam a qualidade dos resultados ☒ fortemente
 “**dependentes da amostra**”

Concentração de Cádmio em...

- ✓ água do mar
- ✓ solos
- ✓ sangue
- ✓ comida de bebés

Diferença

23

MiC-2

Novembro de 2014
 © European Communities, 2003- 2007

Metrologia Física/MiP vs. Química/MiC

MiP : Medição=comparação de uma quantidade (ex: *temperatura*) ☒ relacioná-la com uma unidade (ex: *K*) *Maior impacto* :
 calibração (equipamento)

MiC : Medição química=comparação da quantidade de um analito (ex: [*DDT*] *em leite*) ☒ relacioná-la com uma unidade (ex: *mol/kg; mg/kg*)
Maior impacto: amostragem, extracção de DDT, soluções de calibração, digestão da matriz, e... calibração (equipamento)

Semelhança

24

MiC-2

Novembro de 2014
 © European Communities, 2003- 2007

Glossário Básico

“**Medição**”: determinação de um valor de uma quantidade

“**Mensuranda**”: o que se tenta medir

“**Analito**”: o composto, ou a espécie que se mede

“**Modelo**”: a equação usada para calcular o resultado final (*use sempre uma!*)

Este modelo é uma descrição *aproximada* da realidade

A definição completa destes termos pode ser encontrada no VIM 3. 2007

Termos correntes

Grandeza	Analito	Mensuranda	Unidade	Referência determinada
Fracção mássica w	DDT	$w(\text{DDT})$ no solo	ng/kg	SI
Concentração c	Pb	$c(\text{Pb})$ em água residual	ng/L	SI
Contagem	<i>E. Coli</i>	Número de <i>E. Coli</i> por unidade de superfície	m^{-2}	SI
Actividade	amilase	$A(\text{amilase})$	Katal	SI
pH	Iões H^+	$a(\text{H}_3\text{O}^+)$ em água residual	unidades de pH	Escala de pH
Dureza da água	CaCO_3	Concentração CaCO_3	Grau	Escala da dureza da água
Número de octanas		Número de octanas	Nº de octanas	Escala do número de octanas

Uma medição química envolve...

- ☑ Preparação da amostra no laboratório (*sub-amostragem, digestão, pré-concentração, separação, diluição,...*)
- ☑ Calibração
- ☑ Medição (Instrumental)
- ☑ Avaliação crítica dos resultados
- ☑ Apresentação dos resultados: valor \pm incerteza

Tenha os cuidados adequados de armazenamento e manipulação da amostra !

27

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

MIC-2

A qualidade dos resultados de medições químicas na actualidade

- * Uma afirmação não é uma prova!
- * Não olhar só para o *sistema & processo* (ex: gestão de qualidade de um sistema, normas escritas); mas também para os **RESULTADOS**

28

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

Conclusões ERRADAS

- ...se se tem um sistema de gestão de qualidade no laboratório, os resultados têm *automaticamente* melhor qualidade...
- se se têm procedimentos escritos, os resultados têm *automaticamente* melhor qualidade...
- se se usa um Material de Referência Certificado/CRM, os resultados têm *automaticamente* melhor qualidade...

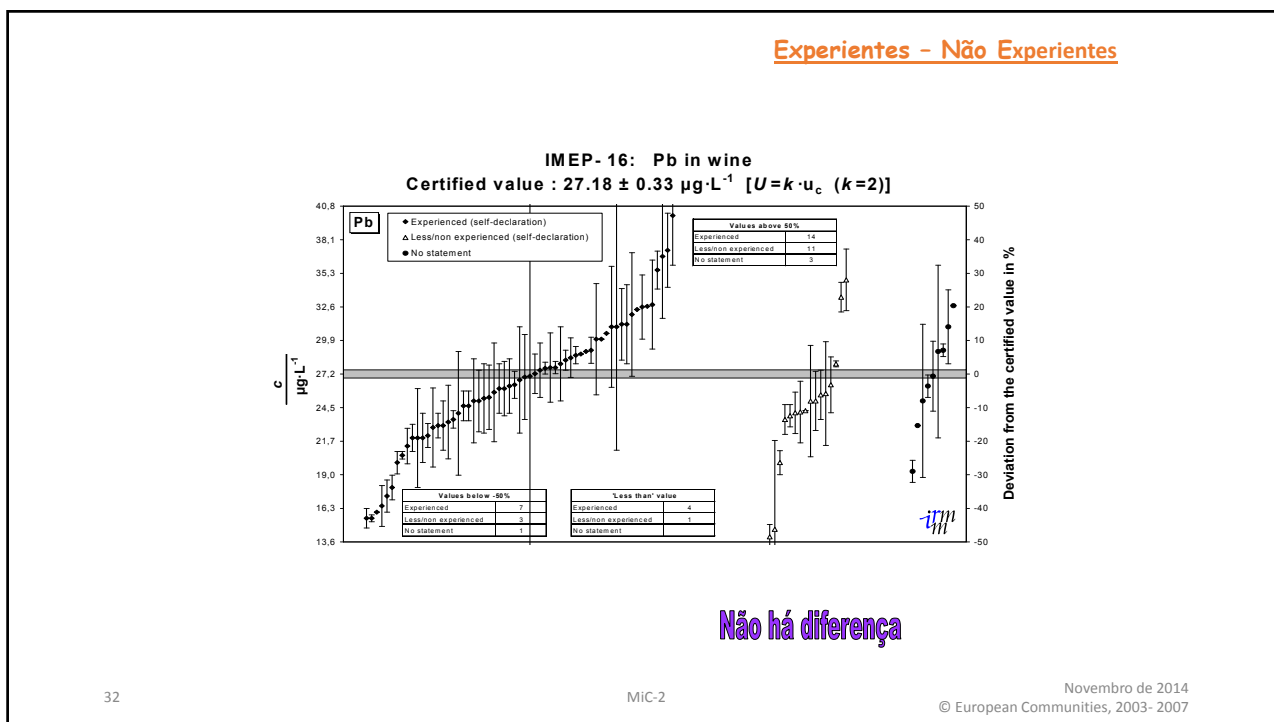
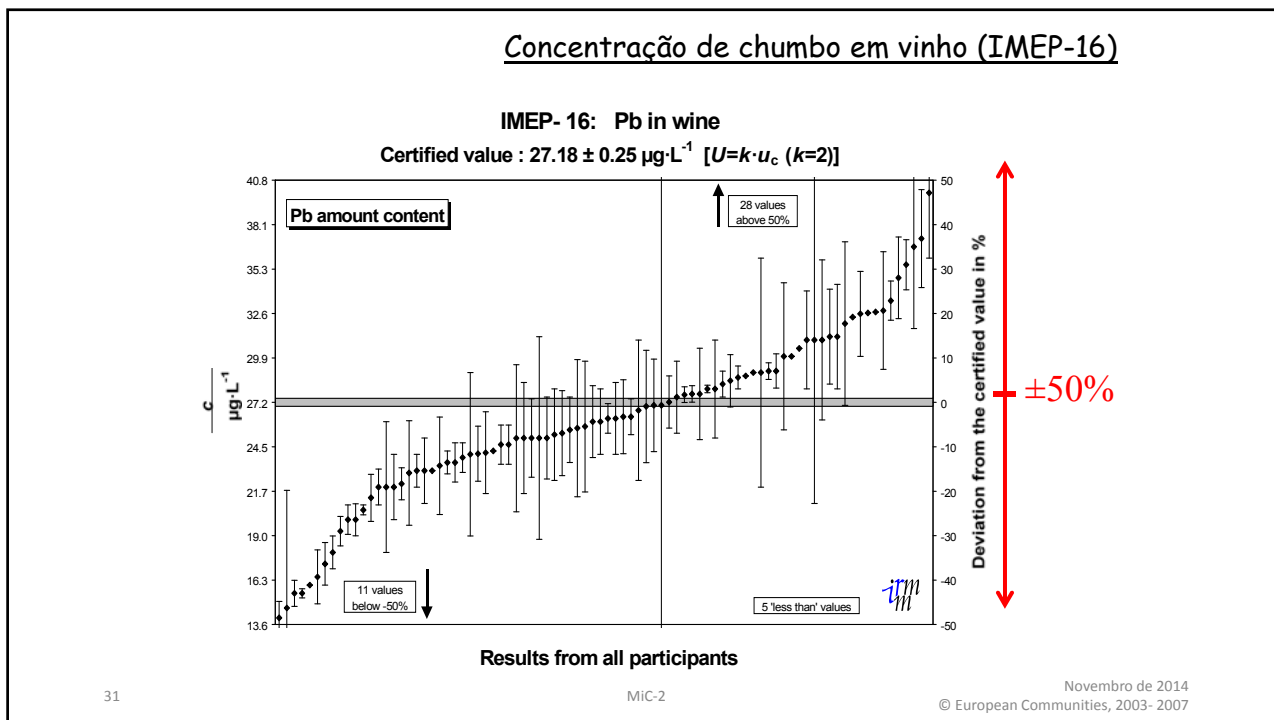
... alguns conceitos simplistas no percurso para resultados de medições com melhor qualidade!

Concentração de chumbo em vinho (IMEP-16)

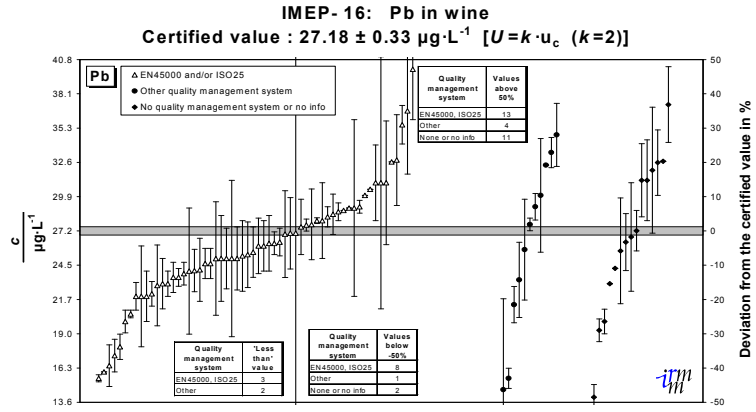


Directiva EC 2001/22
 Regulamento EC 2676/90
 Regulamento EC 466/2001

☑ Valor limite de 0,2 mg Pb /kg

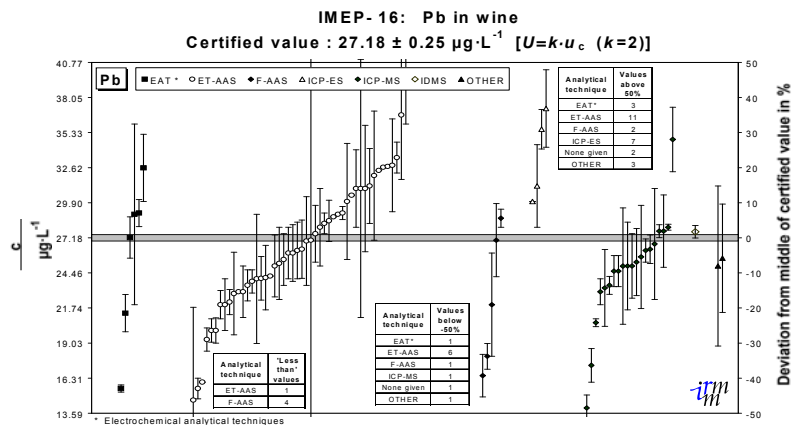


Com - Sem Sistema de Qualidade



Não há diferença

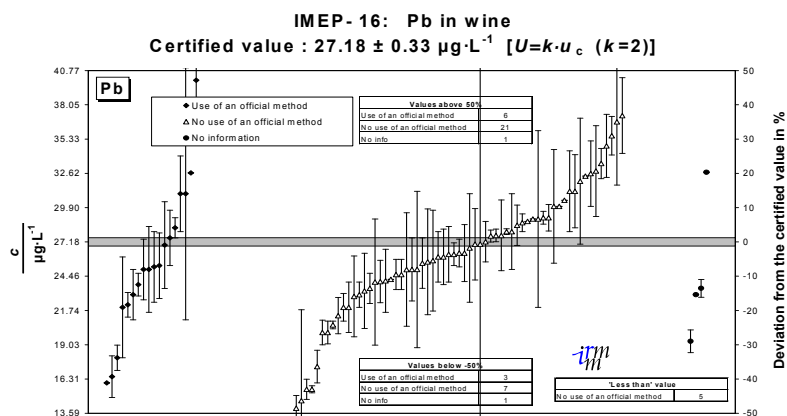
Dependência da técnica analítica utilizada?



Results from all participants according to analytical techniques used.

Não há diferença

**Com-Sem
Procedimento Oficial Escrito**



Não há diferença

35

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

Alguns conceitos melhores...

- Há coisas básicas que se aplicam a toda e qualquer medição (incluindo as medições químicas)
- Isto tem consequência na forma como os cientistas se organizam (de preferência NÃO por níveis sectoriais)
- Um laboratório também necessita de agir “em bloco”, como uma organização
- Nada se sobrepõe à evidência experimental para substanciar uma afirmação de competência

36

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

ISO/IEC 17025Requisitos de Gestão

- Controlo de documentos
- Controlo de Registos
- Recepção de equipamento
- Responsabilização

Requisitos Técnicos

- Funcionários com formação/competência
- Procedimentos validados
- Utilização de CRM
- Balanço de incertezas
- Calibração de instrumentos
- Rastreabilidade de resultados
- Comparações Inter-Laboratoriais

A "culinária" da Metrologia

- ✓ Escolher o sistema de medição correcto, adoptar um procedimento validado e demonstrá-lo/confirmá-lo
- ✓ Descrever correctamente o sistema de medição (lei/equação analítica)
- ✓ Indicar a referência a que os resultados são rastreáveis e demonstrar como o são
- ✓ Avaliar a incerteza dos resultados
- ✓ Escolher os CRM adequados e usá-los de forma apropriada

A nova abordagem global

- Iniciativa mundial das organizações metrológicas
- Observando a Convenção do Metro
- Abordagem global: implementação de um sistema geral (em vez de sector-a-sector !)

Metrologia : incidindo de novo nas competências básicas da medição!

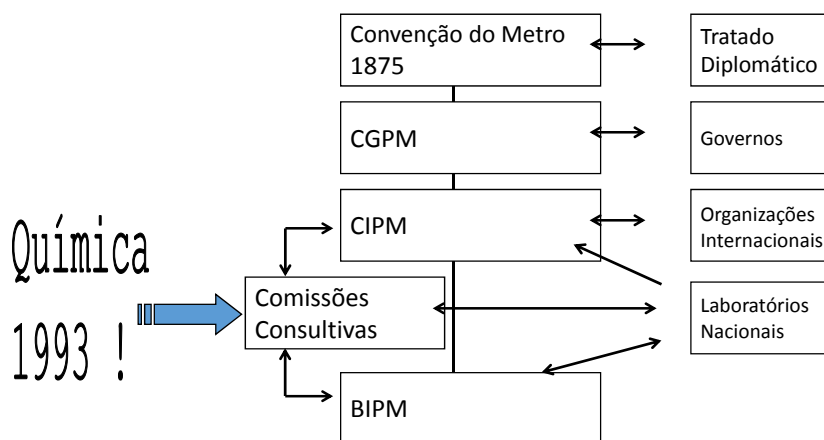
39

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

A nova abordagem global

Organização de medições à escala internacional



40

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

O Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA)

Os países industrializados acordaram

*'uma vez medidos,
todos os resultados de medições são
aceites em qualquer lado''*

[assinado na CIPM, Paris (Outubro 1999)]

Fácil de dizer, difícil de fazer

41

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007



Download from
www.bipm.fr

Mutual recognition
of national measurement standards
and of calibration and measurement certificates
issued by national metrology institutes

Paris, 14 October 1999

Comité international des poids et mesures

Bureau international des poids et mesure	Organisation intergouvernementale de la Convention du Mètre
---	--

42

MIC-2

Novembro de 2014
© European Communities, 2003- 2007

http://www.bipm.fr/enus/8_Key_Comparisons/welcome2.html

Acordo de Reconhecimento Mútuo(MRA)
Base de dados de comparações-chave JRCB e BIPM

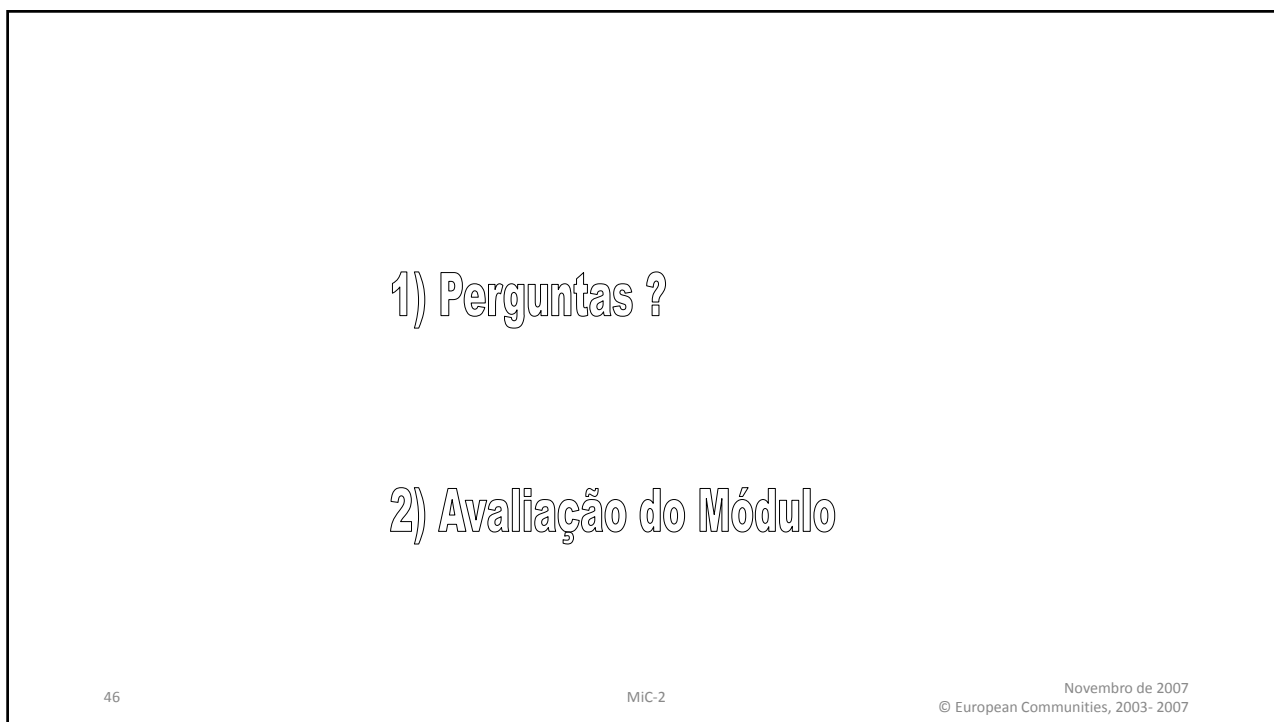
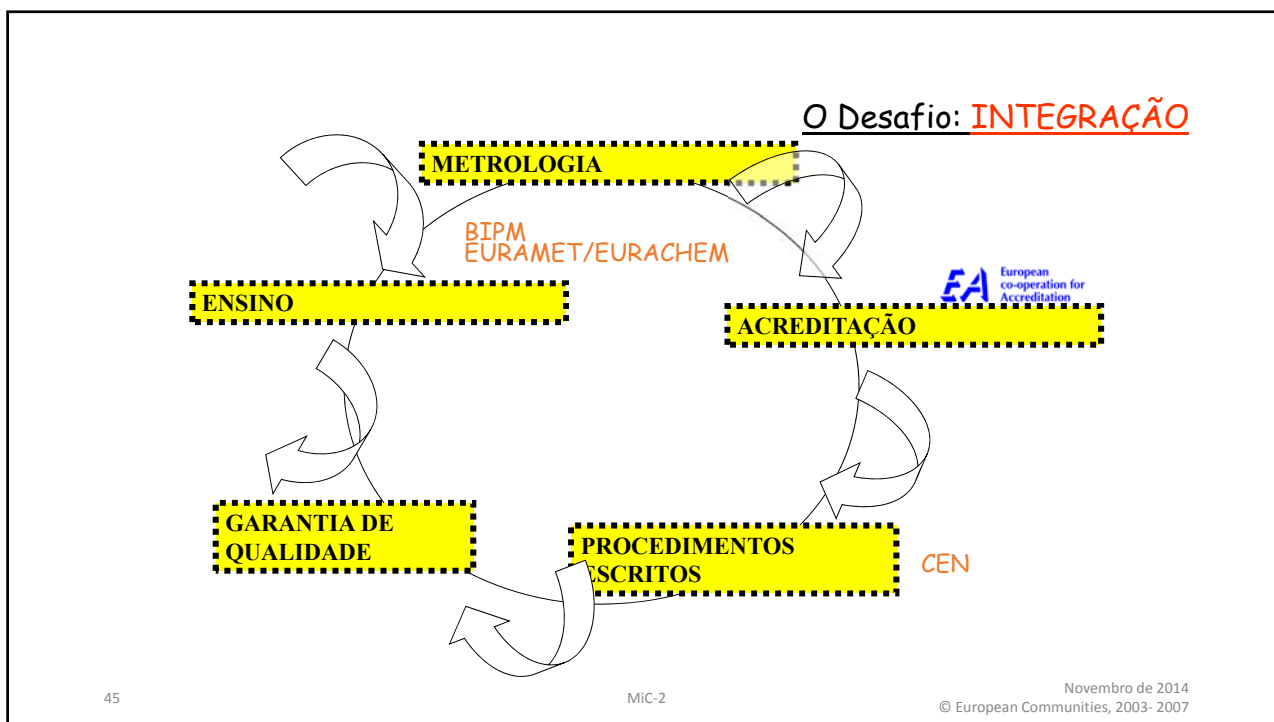
Num encontro em Paris a 14 de Outubro de 1999, os directores dos institutos metroológicos nacionais (NMI) de 33 Estados Membros da Convenção do Metro e representantes de duas organizações internacionais assinaram o Acordo de Reconhecimento Mútuo(MRA) de padrões nacionais de medição e de certificados de calibração e medição emitidos pelos institutos metroológicos nacionais.

Este **Acordo de Reconhecimento Mútuo** é uma resposta à necessidade crescente de um esquema transparente e compreensivo para dar aos utilizadores informação quantitativa credível sobre a comparabilidade dos serviços metroológicos nacionais e para fornecer uma base técnica para um acordo mais amplo negociado para o comércio internacional e questões de regulamentação.

Actualmente (2007) o CIPM MRA foi assinado por representantes de 67 institutos –de 45Estados Membros, 20 Associados da CGPM e 2 organizações internacionais–e cobre ainda mais 115 institutos designados pelas instituições signatárias.

Organizações Metroológicas

- Institutos Nacionais de Medições (e os seus parceiros em medições químicas)
- Organização Metroológica Regional (EURAMET, SIM, APMP ...)
- Fornecedores de produtos “já prontos” para a disseminação da rastreabilidade (ex: o valor atribuído a um material de referência certificado, CRM ou a uma medição de referência)
- Redes organizadas (ex: www.euromet.org) (podem ser contactadas para informações)
- Transparência: necessidade de documentar e demonstrar a capacidade para a execução da medição)



Copyright notice
© European Communities, 2003-2007

A reprodução ou tradução de qualquer parte deste trabalho sem autorização das Comunidades Europeias é ilegal. A reprodução ou uso de qualquer parte deste trabalho está sujeita a autorização prévia. Os pedidos de autorização ou informações adicionais devem ser dirigidos a JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu.