

Suzanna Marques Ferreira

Revisão e melhoria do controlo dos recursos de monitorização e medição num laboratório de análises físico-químicas

**Trabalho de Projeto**

Mestrado em Qualidade e Tecnologia Alimentar



---

Setembro, 2018

Suzanna Marques Ferreira

Revisão e melhoria do controlo dos recursos de monitorização e medição num laboratório de análises físico-químicas

**Trabalho de Projeto**

Mestrado em Qualidade e Tecnologia Alimentar

Trabalho efetuado sob orientação na ESAV  
Professora Doutora Edite Teixeira de Lemos  
Professor Doutor João Carlos Gonçalves

Trabalho co-orientado em empresa  
Dr.<sup>a</sup> Liliana Martins

Setembro, 2018





**“As doutrinas expressas neste trabalho são da exclusiva responsabilidade do autor.”**

**A aluna está obrigada a respeitar o termo de confidencialidade da empresa onde realizou o Projeto.**

# AGRADECIMENTOS

---

A formação acadêmica, profissional e individual é conseguida pela partilha de experiências, conhecimentos, apoio, dedicação e disponibilidade, portanto, quero agradecer a todos aqueles que fizeram parte do meu percurso até aqui e que contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional.

Em primeiro lugar, tenho de agradecer aos meus pais, pois foram os seus ensinamentos que fizeram de mim a pessoa que sou hoje e, para eles, todas as palavras de agradecimento serão insignificantes tendo em conta a importância do seu contributo.

Ao meu companheiro, por toda a paciência que tem tido comigo, pelo apoio incondicional em todas as decisões e por nunca deixar que desistisse. Obrigada!

Em seguida, quero agradecer aos meus orientadores, à Professora Doutora Edite Teixeira de Lemos, ao Professor Doutor João Carlos Gonçalves e à Dr.<sup>a</sup> Liliana Martins, por todo o apoio, orientação, disponibilidade e paciência, auxiliando-me sempre que possível.

O meu próximo agradecimento é dirigido a toda a equipa do laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet, por terem suportado o meu mau humor ultimamente, por terem sido compreensivos e por terem sempre uma palavra de apoio e de encorajamento.

Fundamentalmente, este trabalho reflete o envolvimento de um conjunto de pessoas que em muito influenciaram na minha formação, não só neste momento, mas também na construção do meu futuro.

Agradeço também a todos aqueles que, não estando aqui mencionados, de alguma forma me apoiaram na realização deste trabalho e na conclusão do mestrado.

**A todos um muito obrigada!**

A Metrologia é, por definição, a ciência da medição. Enquadra todos os aspetos teóricos e práticos relacionados com a medição, sendo exequível através da operacionalidade entre instrumentos/sistemas de medição e processos.

No setor da química analítica, mais concretamente da análise alimentar e ambiental, as medições e os instrumentos de medição desempenham um papel fundamental no quotidiano dos cidadãos. Variadíssimas decisões são fundamentadas por resultados de medições e suportadas na evidência dos mesmos. Torna-se, assim, fundamental estabelecer critérios de aceitação, tipos de controlo e sua periodicidade, dependendo da função e do equipamento.

O trabalho de projeto que deu origem à presente dissertação foi desenvolvido no âmbito do curso de Mestrado em Qualidade e Tecnologia Alimentar, em colaboração com a ALS Controlvet, laboratório de análises físico-químicas, e teve como objetivo principal melhorar um *software* preexistente para uma nova funcionalidade, nomeadamente, a gestão dos recursos de monitorização e medição, tornando assim o processo mais eficiente. A importância do desenvolvimento de uma nova “ferramenta” no âmbito desta empresa advém do facto de se tratar de um laboratório de ensaios acreditado pelo Instituto Português de Acreditação, de acordo com a Norma NP EN ISO/IEC 17025. Esta norma exige uma escolha e qualificação apropriadas dos equipamentos a ser utilizados nos ensaios, sendo necessários controlos e calibrações antes e durante a utilização e, se necessário, verificações intermédias. Atualmente, estes controlos e verificações são feitos pelos técnicos, que mantêm a maior parte dos processos registados em papel.

Ao longo da dissertação é explanada a forma como foi desenvolvido o trabalho de melhoria de uma ferramenta informática de gestão dos recursos de monitorização e medição designada “*ClickTurbo*”. Este *software*, após os desenvolvimentos e melhorias introduzidas, permitirá substituir os anteriores registos em papel, automatizando todo o processo da metrologia e da gestão de equipamentos, com a possibilidade de gerar alertas de aviso prévio acerca de manutenções, calibrações ou verificações a realizar. Ainda no sentido de

complementar e melhorar o programa inicial foi associado ao “*ClickTurbo*” o módulo “*HACCP*”. A implementação deste último *software* permite a monitorização em tempo real das temperaturas de alguns equipamentos, assegurando assim o controlo rigoroso em conformidade com as especificações.

No âmbito da estratégia de melhoria contínua da qualidade, são ainda abordados os procedimentos adotados no que concerne aos documentos referentes ao controlo dos recursos de monitorização e medição. Estes foram revistos, com o intuito de clarificar e completar informação relevante, tal como pontos de controlo de calibração e/ou verificação, critérios de aceitação e periodicidades. Também o procedimento de análise de certificados de calibração foi revisado, resultando na criação de um modelo para a sua avaliação, que já pode ser feita de forma automática.

A implementação do sistema agora desenvolvido traduz-se num processo mais rápido, num aumento da eficiência e do rigor nos processos de medição e de gestão dos equipamentos de medida, contribuindo assim para a prossecução da qualidade e dos padrões de qualidade de uma empresa multinacional como a ALS Controlvet.

**PALAVRAS-CHAVE:** Metrologia, Medição, Monitorização, Equipamento, Calibração, Verificação e Software.

## ABSTRACT

---

Metrology is, by definition, the science of measurement. It covers all the theoretical and practical aspects related to the measurement, being feasible through the operability between instruments / measurement systems and processes.

In the analytical chemistry sector, more specifically in food and environmental analysis, measurements and measuring instruments play a key role in citizens' daily lives. Several decisions are based on measurement results and supported by the evidence. It is essential to establish acceptance criteria, types of control and periodicity, depending on the function and the equipment.

The project work that led to this dissertation was developed in the scope of the Master Course in Food Quality and Technology, in collaboration with ALS Controlvet in their laboratory of physical and chemical analysis. The main objective of the present project work was to improve a pre-existing software for a new functionality for the management of the monitoring and measurement resources, therefore making the process more efficient. The importance of developing a new "tool" within the scope of this company stems from the fact that it is a laboratory of tests accredited by the Portuguese Institute of Accreditation, according to the standard NP EN ISO / IEC 17025. This standard requires an appropriate choice and qualification of the equipment to be tested and calibrated, required before and during use and, if necessary, intermediate checks. At present, these checks and verifications are done by the technicians, who keep most of the processes recorded on paper.

Throughout the dissertation it is explained the different stages for management of the monitoring and measurement resources in order to develop an improvement of the computer tool denominated "*ClickTurbo*". This software, after the developments and improvements introduced, will replace the previous records in paper, automatizing the whole process of metrology and equipment management, with the possibility of generating early warning alerts about maintenance, calibration or verification. Also in the sense of complementing and improving the initial program was associated with the "*ClickTurbo*" the module "HACCP". The implementation of this latest software allows the real-time monitoring of the temperatures of some equipment, thus ensuring strict control in accordance with specifications.

Within the scope of the continuous quality improvement strategy, the procedures adopted with regard to the documents relating to the monitoring and measurement resources are also addressed. These have been reviewed in order to clarify and complete relevant information, such as calibration and/or verification control points, acceptance criteria and periodicities. Also, the calibration certificate analysis procedure was revised, resulting in the creation of a model for its evaluation, which can already be done in an automated way.

The implementation of the system now developed means a faster process, an increase in efficiency and accuracy in the measurement and management of measurement equipment, thus contributing to the improvement of the continuous quality and quality standards of a multinational company such as ALS Controlvet.

**KEYWORDS:** Metrology, Measurement, Monitoring, Equipment, Calibration, Verification and *Software*.

# ÍNDICE GERAL

---

<b>AGRADECIMENTOS</b> .....	<b>v</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>vi</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>viii</b>
<b>ÍNDICE GERAL</b> .....	<b>x</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	<b>xii</b>
<b>ÍNDICE DE QUADROS</b> .....	<b>xiv</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS</b> .....	<b>xv</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS</b> .....	<b>xvii</b>
<b>1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS</b> .....	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>4</b>
2.1. Metrologia .....	4
2.2. Vocabulário Internacional de Metrologia .....	5
2.3. Institutos de Metrologia .....	7
2.3.1. Sistema Português da Qualidade .....	11
2.4. Padrões de Medição .....	14
2.4.1. Padrões Internacionais .....	15
2.4.2. Padrões Nacionais.....	16
2.4.3. Padrões Primários .....	16
2.4.4. Padrões Secundários .....	17
2.4.5. Padrões de Referência .....	17
2.4.6. Padrões de Trabalho .....	17
2.5. Gestão dos Instrumentos de Medição.....	18
2.5.1. Critérios para aquisição dos instrumentos.....	20
2.5.2. Receção e entrada ao serviço .....	21
2.5.3. Acompanhamento da utilização dos instrumentos de medição .....	22
2.6. Fatores de influência na medição .....	30
2.6.1. Erro Sistemático .....	31

2.6.2. Erro Aleatório.....	32
2.6.3. Erro Grosseiro .....	34
2.6.4. Exatidão e Precisão.....	35
2.6.5. Origem dos erros de medição .....	36
2.7. Incerteza das medições .....	37
<b>3. RECURSOS DE MONITORIZAÇÃO E MEDIÇÃO NA ALS CONTROLVET .....</b>	<b>39</b>
3.1. Requisitos dos recursos de monitorização e medição de acordo com a <i>NP EN ISO/IEC 17025</i> .....	40
<b>4. AÇÕES DE REVISÃO E MELHORIA .....</b>	<b>48</b>
4.1. Revisão e atualização de documentos.....	49
4.1.1. Recursos de Monitorização e Medição .....	50
4.1.2. Atualização das IOL e IGL .....	64
4.2. Procedimentos de gestão dos RMM .....	68
4.2.1. ClickTurbo .....	68
4.2.2. Estrutura do ClickTurbo .....	77
4.3. Procedimentos de Monitorização dos RMM .....	78
4.3.1. “ClickTurbo” módulo “HACCP” .....	79
4.4. Procedimentos de calibração dos RMM.....	82
4.4.1. Análise de certificados de calibração .....	82
4.5. Princípio de funcionamento.....	87
<b>5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....</b>	<b>90</b>
<b>6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>93</b>
<b>7. ANEXOS .....</b>	<b>99</b>
ANEXO A – Cálculo de Incertezas.....	100
ANEXO B – Ficha de Equipamento.....	109
ANEXO C – Siglas de Equipamentos.....	111
ANEXO D – Ficha de Manutenção.....	113
ANEXO E – Erros Máximos Admissíveis para dispensadores de um único curso	115

## ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 1. Representação esquemática da relação entre os principais organismos com atividade no âmbito da Metrologia.....	9
Figura 2. Regiões de atuação das Organizações Regionais de Metrologia.....	10
Figura 3. Representação esquemática das principais áreas de atuação do Sistema Português da Qualidade.....	12
Figura 4. Hierarquia de Padrões de Medição.....	15
Figura 5. Representação esquemática da sequência de acções na aquisição e gestão dos instrumentos de medição.....	19
Figura 6. Esquematização de um processo de calibração e/ou verificação.....	23
Figura 7. Calibração direta e Calibração indirecta.....	25
Figura 8. Distribuição Normal.....	33
Figura 9. Representação da precisão e exactidão em medidas experimentais.....	36
Figura 10. Etiqueta identificativa de um RMM sujeito a controlo metrológico.....	42
Figura 11. Etiqueta identificativa de um RMM que não requer controlo metrológico.....	42
Figura 12. Etiqueta identificativa de um RMM Fora de serviço.....	44
Figura 13. Etiqueta de Controlo Metrológico.....	45
Figura 14. Metodologia para executar os objetivos.....	49
Figura 15. Pipeta de pistão de canal único, de deslocamento de ar.....	51
Figura 16. Dispensador.....	55
Figura 17. Logótipo da aplicação “ClickTurbo”.....	68
Figura 18. Siglas e Tipos de Equipamentos carregados no “ClickTurbo”.....	70
Figura 19. Esquema ilustrativo da atribuição de um código interno a um RMM, no “ClickTurbo”.....	70
Figura 20. Exemplo de Registo de um RMM – Dados Gerais.....	72
Figura 21. Campos previstos no Registo de um RMM – Manutenção.....	73
Figura 22. Exemplo de Registo de um RMM – Controlo Metrológico, sem alterações.....	74
Figura 23. Exemplo de Registo de um RMM – Controlo Metrológico, com as alterações previstas.....	74

Figura 24. Plano Geral de Calibração/Verificação de Condições de Funcionamento e Manutenção.....	75
Figura 25. Fluxograma da estrutura e funcionalidades do “ClickTurbo” .....	78
Figura 26. Computador de monitorização das temperaturas em tempo real.....	79
Figura 27. Gráfico referente às leituras de temperatura (°C) do FR.00, durante o dia 20-03-2018.....	80
Figura 28. Registo detalhado da monitorização de temperaturas (°C) do FR.00, durante o dia 20-03-2018 .....	81
Figura 29. Modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num ponto (legendado) .....	84
Figura 30. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de volume, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura. ....	85
Figura 31. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de massa, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura. ....	85
Figura 32. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num ponto, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura. ....	86
Figura 33. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num conjunto de pontos, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura. ....	86
Figura 34. Fluxograma do procedimento de gestão dos RMM.....	88
Figura 35. Mod. 213 – Ficha de Equipamento.....	110
Figura 36. Mod. 244 – Siglas de equipamentos .....	112
Figura 37. Mod. 214 – Ficha de Manutenção.....	114

# ÍNDICE DE QUADROS

---

Quadro 1. Organizações responsáveis pelos Sistemas de medição a nível internacional e europeu.....	8
Quadro 2. Procedimento de calibração .....	26
Quadro 3. Distribuição Normal .....	34
Quadro 4. Número total de equipamentos dos laboratórios da ALS Controlvet .....	48
Quadro 5. Condições ambientais recomendadas para calibrações e/ou verificações de RMM de controlo de volume.....	50
Quadro 6. Erros Máximos Admissíveis para pipetas do Tipo A.....	52
Quadro 7. Capacidades, Subdivisões e EMA para buretas Classes A e AS.....	54
Quadro 8. Capacidades,Subdivisões e EMA para material volumétrico classes A e AS .....	56
Quadro 9. Características das classes de precisão de balanças .....	59
Quadro 10. Divisão de verificação (e) em função da divisão real (d) da balança.....	60
Quadro 11. Erros máximos admissíveis na verificação inicial de uma balança .....	60
Quadro 12. Cálculo dos erros máximos admissíveis para as balanças do laboratório .....	61
Quadro 13. Critérios de aceitação de frigoríficos e arcas congeladoras .....	64
Quadro 14. Principais alterações e atualizações das instruções laboratoriais .....	67
Quadro 15. Comparação de variâncias das distribuições normal, triangular e rectangular de $\chi^2$ .....	106
Quadro 16. Erros Máximos Admissíveis para dispensadores de um único curso ...	116

# LISTA DE ABREVIATURAS

---

<b>AFRIMETS</b>	<i>Intra-Africa Metrology System</i>
<b>ALS</b>	<i>Australian Laboratory Services</i>
<b>APMP</b>	<i>Asia Pacific Metrology Programme</i>
<b>BIPM</b>	<i>Bureau International des Poids et Mesures</i>
<b>CEM</b>	<i>Centro Español de Metrología</i>
<b>CEN</b>	<i>European Committee for Standardization</i>
<b>CIPM</b>	<i>Comité Internacional de Pesos e Medidas</i>
<b>CGPM</b>	<i>Conferência Geral de Pesos e Medidas</i>
<b>CMC</b>	<i>Calibration and Measurement Capabilities</i>
<b>CNAM</b>	<i>Conservatoire National des Arts et Métiers</i>
<b>COOMET</b>	<i>Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions</i>
<b>DFM</b>	<i>Danish Institute of Fundamental Metrology</i>
<b>EA</b>	<i>European co-operation for Accreditation</i>
<b>EMA</b>	<i>Erro Máximo Admissível</i>
<b>EN</b>	<i>Norma Europeia</i>
<b>EURAMET</b>	<i>European Association of Metrology Institutes</i>
<b>GULFMET</b>	<i>Gulf Association for Metrology</i>
<b>GUM</b>	<i>Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement</i>
<b>HACCP</b>	<i>Hazard Analysis and Critical Control Points</i>
<b>ID</b>	<i>Institutos Designados</i>
<b>IEC</b>	<i>International Electrotechnical Commission</i>
<b>IFCC</b>	<i>International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine</i>
<b>IGL</b>	<i>Instrução Geral Laboratorial</i>
<b>ILAC</b>	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
<b>INM</b>	<i>Institutos Nacionais de Metrologia</i>
<b>Inmetro</b>	<i>Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia</i>
<b>INRiM</b>	<i>Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica</i>
<b>IOL</b>	<i>Instrução Operativa Laboratorial</i>
<b>IPAC</b>	<i>Instituto Português de Acreditação</i>
<b>IPQ</b>	<i>Instituto Português da Qualidade</i>
<b>ISO</b>	<i>International Organization for Standardization</i>

<b>IUPAC</b>	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
<b>IUPAP</b>	<i>International Union of Pure and Applied Physics</i>
<b>JCGM</b>	<i>Joint Committee for Guides in Metrology</i>
<b>JCRB</b>	<i>Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM</i>
<b>KCDB</b>	<i>Key Comparison Data Base</i>
<b>KRISS</b>	<i>Korea Research Institute of Standards and Science</i>
<b>LNM</b>	Laboratório Nacional de Metrologia
<b>MRA</b>	<i>Mutual Recognition Arrangement</i>
<b>MRC</b>	Material de Referência Certificado
<b>NIM</b>	<i>National Institute of Metrology</i>
<b>NIST</b>	<i>National Institute of Standards and Technology</i>
<b>NMIJ</b>	<i>National Metrology Institute of Japan</i>
<b>NP</b>	Norma Portuguesa
<b>NPL</b>	<i>National Physical Laboratory</i>
<b>OIML</b>	Organização Internacional de Metrologia Legal
<b>OAL</b>	Observatório Astronómico de Lisboa
<b>ONA</b>	Organismo Nacional de Acreditação
<b>ONN</b>	Organismo Nacional de Normalização
<b>ONS</b>	Organismos de Normalização Setorial
<b>PTB</b>	<i>Physikalisch-Technische Bundesanstalt</i>
<b>RIDI</b>	Responsável de Inovação, Desenvolvimento e Investigação
<b>RMO</b>	<i>Regional Metrology Organization</i>
<b>RMM</b>	Recurso de Monitorização e Medição
<b>RU</b>	Responsável de Unidade
<b>SI</b>	Sistema Internacional
<b>SIM</b>	Sistema Interamericano de Metrologia
<b>SPQ</b>	Sistema Português da Qualidade
<b>UE</b>	União Europeia
<b>VIM</b>	Vocabulário Internacional de Metrologia
<b>VIML</b>	<i>International Vocabulary of Legal Metrology</i>
<b>VML</b>	Vocabulário de Metrologia Legal
<b>VSL</b>	<i>Dutch Metrology Institute</i>
<b>WELMEC</b>	<i>European Cooperation in Legal Metrology</i>

# LISTA DE SÍMBOLOS

---

- $a^2$  Largura de uma distribuição retangular de possíveis valores de uma grandeza de entrada  $X_i$
- $a_+$  Fronteira ou limite superior de uma grandeza de entrada  $X_i$
- $a_-$  Fronteira ou limite inferior de uma grandeza de entrada  $X_i$
- $b_+$  Fronteira ou limite superior, do desvio de uma grandeza de entrada  $X_i$  em relação à sua estimativa  $x_i$
- $b_-$  Fronteira ou limite inferior, do desvio de uma grandeza de entrada  $X_i$  em relação à sua estimativa  $x_i$
- $c_i$  Derivada parcial ou coeficiente de sensibilidade
- $d$  Divisão real ou resolução da balança
- $e$  Escala ou divisão de verificação da balança
- $E$  Erro de medição
- $E_a$  Erro absoluto
- $E_j$  Erro de justeza
- $E_r$  Erro relativo
- $E_s$  Erro sistemático
- $f$  Relação funcional entre o mensurando  $Q$  e as grandezas de entrada  $X_i$  das quais  $Q$  depende
- $\frac{\partial f}{\partial x_i}$  Derivada parcial da relação funcional  $f$  entre o mensurando  $Q$  e as estimativas das grandezas de entrada  $X_i$  das quais  $Q$  depende
- $I$  Incerteza de calibração
- $k$  Fator de expansão usado para calcular a incerteza expandida
- $N$  Número de grandezas de entrada  $X_i$  das quais depende o mensurando  $Q$
- $n$  Número de observações repetidas (valores entre 1 e  $n$ )
- $P$  Nível de confiança ou probabilidade de abrangência

<b><math>Q</math></b>	Grandeza de saída
<b><math>q</math></b>	Grandeza que varia aleatoriamente, descrita por uma distribuição de probabilidade
<b><math>\bar{q}</math></b>	Média aritmética, média amostral ou média de $n$ observações repetidas independentes $q_k$ de uma grandeza $q$ que varia aleatoriamente
<b><math>q_k</math></b>	$k$ -ésima observação repetida independente de uma grandeza $q$ que varia aleatoriamente
<b><math>s_i^2</math></b>	Variância experimental da $i$ -ésima série de $n_i$ observações repetidas independentes
<b><math>s_p</math></b>	Desvio-padrão experimental agrupado
<b><math>S_p^2</math></b>	Estimativa combinada ou agrupada da variância
<b><math>s(\bar{q})</math></b>	Desvio-padrão experimental da média $\bar{q}$
<b><math>s^2(\bar{q})</math></b>	Variância experimental da média $\bar{q}$ . Estimativa da variância da média $\sigma^2(\bar{q})$
<b><math>s^2(q_k)</math></b>	Variância experimental determinada a partir de $n$ observações independentes repetidas $q_k$ de $q$ . Estimativa da variância $\sigma^2$ da distribuição de probabilidade de $q$
<b><math>s(q_k)</math></b>	Desvio-padrão experimental. Estimativa do desvio-padrão $\sigma$ da distribuição de probabilidade de $q$
<b><math>T_{m\acute{a}xima}</math></b>	Temperatura máxima registada na calibração
<b><math>T_{m\acute{i}nima}</math></b>	Temperatura mínima registada na calibração
<b><math>u_c(q)</math></b>	Incerteza-padrão combinada da estimativa de saída $q$
<b><math>u_i(q)</math></b>	Componente da incerteza-padrão combinada da estimativa da grandeza de saída $q$ gerada pela incerteza-padrão da estimativa da grandeza de entrada $x_i$
<b><math>u(\bar{q})</math></b>	Incerteza-padrão
<b><math>u(x_i)</math></b>	Incerteza-padrão da estimativa da grandeza de entrada $x_i$
<b><math>U</math></b>	Incerteza expandida da estimativa da grandeza de saída
<b><math>x</math></b>	Leitura da medição efetuada
<b><math>\bar{x}</math></b>	Média de $n$ medições
<b><math>X_k</math></b>	$k$ -ésima grandeza de entrada da qual depende o mensurando $Q$

- $X_i$   $i$ -ésima grandeza de entrada da qual depende o mensurando  $Q$
- $x_i$  Estimativa da grandeza de entrada  $X_i$
- $x'_i$  Correção à estimativa  $x_i$ , de forma a que a nova estimativa esteja no ponto médio entre limites
- $x_v$  Valor convencional
- XX** Sigla do tipo de equipamento
- YY** N° sequencial
- Z** Número inteiro qualquer ou zero
- $\beta$  Fator de escala comum
- $\mu_q$  Média da distribuição de probabilidade de uma grandeza  $q$  que varia aleatoriamente
- $\nu_i$  Número de graus de liberdade, ou número efetivo de graus de liberdade, da incerteza-padrão  $u(x_i)$  da estimativa de entrada  $x_i$
- $\sigma$  Desvio-padrão
- $\sigma^2$  Variância de uma distribuição de probabilidade de uma grandeza  $q$  que varia aleatoriamente
- $\sigma^2(\bar{q})$  Variância de  $\bar{q}$

## INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

---

A produção aliada à qualidade é uma das competências que as empresas tendem a desenvolver e melhorar, no seu quotidiano, para que possam competir no mundo atual. A melhor forma de o fazer é investir tempo na prossecução da qualidade. Nesse contexto, um dos parâmetros de primordial importância a abordar é os instrumentos analíticos utilizados. Com efeito, estes devem ser verificados e aperfeiçoados, mesmo que já sejam eficazes e cumpram com as especificações ou, quando tal não acontece, deverão ser modificados, com o objetivo de incentivar uma procura de melhoria constante. Só este procedimento assegura resultados cada vez melhores, com consequências cada vez mais satisfatórias na prossecução da qualidade (António *et al.*, 2016).

Esta dissertação foi elaborada no âmbito empresarial, desenvolvida na empresa ALS Controlvet. Esta empresa está integrada numa rede mundial de laboratórios de análises físicas, químicas e biológicas. Seguindo a política geral implementada, a ALS Controlvet tem como objetivo constante implementar, desenvolver e inovar serviços, produtos, novos métodos de trabalho, novas ferramentas úteis, não só para ir de encontro às necessidades/solicitações dos clientes, mas também para aumentar a produtividade, naturalmente, numa perspetiva de qualidade total. O laboratório onde foi desenvolvido o trabalho foi, mais concretamente, o laboratório de análises físico-químicas. Tratando-se a ALS Controlvet de um laboratório de ensaios acreditado pelo Instituto Português de Acreditação (IPAC), de acordo com a Norma NP EN ISO/IEC 17025, a medição é uma operação que se reveste da maior importância apresentando grande impacto nos ensaios e nos resultados emitidos. As necessidades de um laboratório de ensaios requerem controlos e medições com garantia e fiabilidade e muitas dessas medições advêm da calibração de Recursos de Monitorização e Medição (RMM) ou de sistemas de medição (Leta *et al.*, 2016). A norma NP EN ISO/IEC 17025 exige

uma seleção e qualificação apropriadas dos RMM a serem utilizados nos ensaios, sendo necessários controlos e calibrações antes e durante a utilização e, se necessário, ensaios intermédios (GEON, 2017). A necessidade de controlar o estado de um instrumento de medição, de um material de referência ou de um RMM que gera uma ou mais grandezas, depende da sua interferência no resultado final. Sempre que um método, uma norma ou outro documento de referência fixa valores a cumprir, as grandezas em causa devem ser controladas. O controlo de um equipamento pode ser feito por calibração, por ensaio e/ou por verificação, dependendo da sua aplicabilidade e respetiva utilização (IPAC, 2007). Por este motivo, é necessário estabelecer tipos de controlo, periodicidade, dependendo da função e do RMM e, também, os respetivos critérios de aceitação (IPAC, 2007; EURAMET, 2015).

A Metrologia é um pilar fundamental para que estes objectivos sejam atingidos, através da aquisição de conhecimentos e de práticas, no recurso a normas aplicáveis, utilização e gestão de equipamentos, que garantirão o nível de qualidade pretendido, contribuindo, dessa forma, para o aumento da produtividade e consequente reforço da competitividade desejada (Guedes, 2011; Leta *et al.*, 2016). A monitorização e medição dos processos tornam-se requisitos imprescindíveis no controlo dos processos, devendo os seus métodos demonstrar a aptidão ou inaptidão para atingir os resultados desejados. Quando esses resultados não são atingidos, devem ser empreendidas correções e ações corretivas para assegurar a conformidade do produto

Inserida na Empresa e no sentido de desenvolver esta política de melhoria contínua, desenvolvi o presente trabalho com o objetivo principal de rever e melhorar os recursos de monitorização e medição do laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet. Para prossecução desse objetivo, definiram-se os seguintes objetivos específicos:

- Revisão e atualização de documentos referentes aos recursos de monitorização e medição;
- Melhoria dos processos de verificação de equipamentos e/ou medições;
- Atualização e substituição dos modelos existentes de fichas de equipamentos, fichas de manutenção, dos planos de calibração, verificação e manutenção, para suporte informático, na aplicação “*ClickTurbo*”, tornando o processo mais automático e menos manual;
- Automatização do procedimento de análise de certificados de calibração.

O projeto desenvolvido teve como resultado a presente dissertação que está organizada em 7 capítulos:

- O presente capítulo serve para descrever os intervenientes do projeto, os motivos que deram origem à sua elaboração, os objetivos propostos e a organização dos conteúdos;
- O segundo capítulo inclui um enquadramento do tema, através de uma revisão bibliográfica, permitindo esclarecer e clarificar conceitos e metodologias relevantes na área da metrologia e da gestão dos RMM;
- O capítulo três vai contextualizar o tema, de acordo com o referencial normativo que a Empresa tem implementado, nomeadamente, a norma NP EN ISO/IEC 17025;
- O quarto capítulo diz respeito ao trabalho que foi desenvolvido e aos resultados concretizados na ALS Controlvet;
- As apreciações e reflexões sobre a atividade desenvolvida surgem no quinto capítulo. Neste capítulo também serão sugeridas perspetivas futuras para uma contínua evolução e melhoria do projeto;
- Em sexto lugar surgem as referências bibliográficas que serviram de suporte para a concretização desta dissertação;
- Para um melhor esclarecimento e como complemento sobre alguns assuntos descritos no corpo do trabalho, foi incluído um sétimo capítulo, com um conjunto de anexos, disponíveis para consulta.

**Não basta fazer bem, devemos procurar fazer sempre melhor!**

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

---

### 2.1. METROLOGIA

A Metrologia é definida como a ciência da medição e suas aplicações, ou seja, inclui todos os aspetos teóricos e práticos da medição, independentemente da incerteza de medição e qualquer que seja o seu campo de aplicação (Guedes, 2011; IPQ, 2017a; Oliveira & Costa-Félix, 2017). A medição corresponde ao conjunto de operações que pretende determinar o valor de uma grandeza, geralmente na forma de um número multiplicado por uma unidade de medida (Neto, 2012).

A Metrologia é um dos principais pilares a todo o Sistema de Garantia da Qualidade. O seu objetivo é quantificar informação e expressá-la adequadamente através de números e unidades, envolvendo os seguintes domínios (Leta *et al.*, 2016; Guedes, 2011; Neto, 2012):

- **Unidades padronizadas**, conhecidas por unidades de medida, que permitem a conversão de grandezas, como por exemplo o comprimento, em algo capaz de ser quantificado, como o metro;
- **Instrumentos de medição**, que são calibrados em função das unidades de medida padronizadas;
- **Medições**, que consistem no uso desses instrumentos, para quantificarem uma dada característica.

A realização de medições ou simplesmente verificações para prevenir falhas é uma tarefa importante não só a nível industrial, mas também no quotidiano de qualquer cidadão (Leta *et al.*, 2016).

A Metrologia tem como foco principal prover fiabilidade, credibilidade, universalidade e qualidade às medidas, portanto, é da responsabilidade da Metrologia garantir que os produtos e serviços obedeçam a exigências legais, técnicas e administrativas relativas a unidades de medida, métodos de medição, instrumentos de medição e medidas materializadas (Neto, 2012).

A Metrologia é uma linguagem universal. A medição é comum entre as nações, expressa em números e reconhecida em qualquer lugar do mundo com o mesmo significado, ultrapassando as barreiras da comunicação linguística. Este atributo permite que todas as pessoas em meio industrial reconheçam os mesmos padrões (Neto, 2012).

## 2.2. VOCABULÁRIO INTERNACIONAL DE METROLOGIA

O Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) tem o objetivo de uniformizar e harmonizar a terminologia no âmbito da Metrologia, definindo os conceitos fundamentais e gerais universalmente utilizados na metrologia, bem como os termos associados (Leta *et al.*, 2016; Guedes, 2011; IPQ, 2017a).

O VIM surgiu no contexto da Metrologia mundial da segunda metade do século XX como resposta à necessidade de harmonização internacional das terminologias e definições utilizadas nos campos da Metrologia e da Instrumentação. Dessa época, existem três importantes documentos normativos cuja ampla aceitação conduziu a uma maior uniformidade dos procedimentos e da expressão dos resultados no mundo da medição, nomeadamente, o próprio VIM, o GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*) e o Guia ISO (International Organization for Standardization) 25 que, revisto e ampliado, resultou na norma ISO/IEC 17025, Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração (IPQ, 2012; Neto, 2012).

O trabalho de harmonização da terminologia no domínio da metrologia legal começou no seio da OIML (Organização Internacional de Metrologia Legal), em 1961. O trabalho foi iniciado pelo professor Jan Obalski que desempenhou um papel fundamental na realização da primeira edição do VML (*Vocabulário de Metrologia Legal*), em 1969 (IPQ, 2017a). Um grande esforço e uma grande discussão envolvendo sete organizações internacionais, como BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*), IEC (*International Electrotechnical Commission*), IFCC (*International Federation of Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*), ISO, IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), IUPAP (*International Union of Pure and Applied Physics*) e OIML resultou na compilação de um *Vocabulário Internacional dos termos fundamentais e gerais em Metrologia* para o qual o VML, da edição de 1978 (2ª edição), foi utilizado como uma das fontes fundamentais (Albertazzi & Sousa, 2008; Guedes, 2011; IPQ, 2017a).

A primeira edição do VIM foi lançada em 1984 e a segunda edição foi publicada em 1993. Entretanto, em 1997, foi criado um comitê para a elaboração de guias em metrologia, o JCGM (*Joint Committee for Guides in Metrology*) formado pelas mesmas sete organizações que elaboraram o VIM. O JCGM tem como funções promover o uso do Guia para a Expressão de Incerteza na Medição, conhecido como o GUM, preparar guias suplementares para sua ampla aplicação e, ainda, rever e promover o uso do VIM (JCGM, 2012; Leta *et al.*, 2016). A terceira edição do VIM internacional surgiu em 2008, o documento “*JCGM 200:2008 - International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*”, tendo o IPQ (Instituto Português da Qualidade) editado essa 3ª edição do VIM em português, com o respetivo título alterado para “*Vocabulário Internacional de Metrologia - Conceitos fundamentais e gerais e termos associados*”, de modo a destacar o papel primordial dos conceitos no desenvolvimento de um vocabulário. No ano de 2012 surgiu a versão corrigida da 3ª Edição do VIM internacional, também conhecida como JCGM 200:2012. Ainda em 2012, surgiu a 1ª edição luso-brasileira, referente à 3ª edição do VIM internacional, elaborada em parceria entre o organismo brasileiro Inmetro (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia) e o organismo português IPQ, por uma equipa de técnicos de ambos os institutos (IPQ, 2012; Leta *et al.*, 2016; Oliveira & Costa-Félix, 2017).

Atualmente, existe também a versão portuguesa do VIML (*International Vocabulary of Legal Metrology*) correspondente à 1ª edição internacional do VIML, publicada em 2013 pela OIML. Esta versão vem no seguimento das versões em português das anteriores edições do VIML e do VIM. O VIML surge da necessidade de harmonizar a terminologia aplicada ao domínio da metrologia, em contexto internacional. A adoção de linguagem harmonizada possibilita a utilização de termos e vocábulos internacionalmente aceites, apresentando-se este documento como uma ferramenta de apoio à livre circulação de produtos e serviços, numa sociedade globalizada (IPQ, 2017a).

Este vocabulário é considerado como uma referência para os metrologistas, assim como para outros especialistas envolvidos nas várias atividades da metrologia legal, desde a medição e o controlo metrológico legal até à legislação. Pode também constituir uma referência para as entidades governamentais e intergovernamentais, associações comerciais, fabricantes de instrumentos de medição e utilizadores de serviços de metrologia (IPQ, 2017a).

## 2.3. INSTITUTOS DE METROLOGIA

Nos últimos anos, têm surgido cada vez mais mudanças e questões referentes a preocupações com a saúde e o meio ambiente, novas tecnologias, globalização, entre outras áreas, mas independentemente do setor, a exatidão, a fiabilidade e a rastreabilidade das medições são imprescindíveis, pois resultam em diversos benefícios técnicos e económicos para a sociedade. Estas três características são a maior prioridade para os Institutos de Metrologia, quer sejam nacionais ou internacionais (Leta *et al.*, 2016).

A nível internacional existe um sistema de medição criado e mantido sob um acordo intergovernamental, que assegura a uniformidade e exatidão dos padrões de medição atuais, integra, articula e regula regional e internacionalmente os “Sistemas Nacionais de Metrologia”, desenvolvidos e mantidos pela maioria dos membros que pertencem à “Convenção do Metro” e compreende (IPQ, 2017b):

- A adoção de um Sistema de Unidades de medida – o Sistema Internacional (SI);
- A existência de uma organização denominada “Laboratório Nacional de Metrologia” (LNM), apropriado às necessidades nacionais;
- A existência de uma organização nacional de metrologia legal para apoiar o governo na elaboração e na aplicação das leis, diretivas e regulamentos relacionados com os instrumentos de medição que devem ser submetidos a um controlo, segundo o critério de cada país;
- A existência de um organismo nacional para a acreditação dos laboratórios de calibração e de ensaio, que demonstre a sua competência técnica, garantindo a rastreabilidade e rigor das medições correntes da indústria.

Esse Sistema de Medição é regulado nestas três áreas de intervenção, a nível internacional, pelo BIPM, pela OIML como Organização Internacional responsável pela metrologia legal e através do ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*) responsável pela acreditação. A nível europeu foram criadas estruturas de coordenação metrológica nestas três áreas de intervenção, pelas organizações EURAMET (*European Association of National Metrology Institutes*), WELMEC (*European Cooperation in Legal Metrology*) e EA (*European co-operation for Accreditation*), respetivamente, conforme representado no Quadro 1 (IPQ, 2017b; ILAC, s/d; EUROMET, s/d; WELMEC, 2017; EA, 2017).

**Quadro 1.** Organizações responsáveis pelos Sistemas de medição a nível internacional e europeu.  
(Adaptado de IPQ, 2017b)

	<b>BIPM</b> – Bureau International des Poids et Mesures	
A nível internacional	<b>OIML</b> – Organização Internacional de Metrologia Legal	
	<b>ILAC</b> – International Laboratory Accreditation Cooperation	
A nível europeu	<b>EURAMET</b> – European Association of National Metrology Institutes	
	<b>WELMEC</b> – para a Metrologia Legal	
	<b>EA</b> – para a Acreditação	

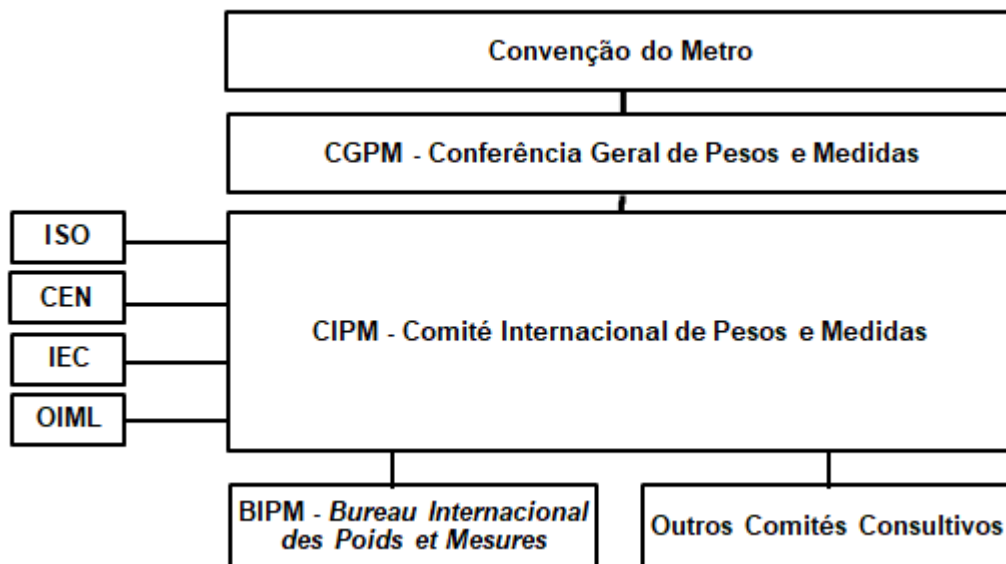
O BIPM, com sede em Paris, surgiu por meio da “Convenção do Metro”, através do qual os Estados-membros atuam em conjunto em questões relacionadas com a ciência da medição e dos padrões de medição. O BIPM tem como competências (Neto, 2012; Guedes, 2011; BIPM, s/da; Brandi, 2017; Santos & Ripper, 2017):

- Estabelecer os padrões fundamentais e as escalas das principais grandezas físicas e, ainda, conservar os padrões internacionais;
- Efetuar a comparação dos padrões nacionais e internacionais;
- Assegurar a coordenação das técnicas de medição correspondentes;
- Efetuar e coordenar as determinações relativas às constantes físicas que intervêm nas atividades acima referidas.

O BIPM funciona sob a fiscalização exclusiva do CIPM (Comité Internacional de Pesos e Medidas), sob autoridade da Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM). A CGPM consiste na assembleia de representantes dos Estados-membros da “Convenção do Metro”, tendo como principais funções a discussão e análise do trabalho realizado pelos Laboratórios Nacionais de Metrologia. O CIPM é composto por representantes do CGPM e tem como principais competências promover a uniformidade mundial em unidades de medida, por ação direta ou apresentando projetos de resolução para CGPM, supervisionar o BIPM e a cooperação com outras

organizações internacionais (Neto, 2012; Guedes, 2011; BIPM, s/da; Santos & Ripper, 2017).

Na Figura 1 pode identificar-se a relação entre os principais organismos que desenvolvem a sua atividade no âmbito da Metrologia.



**Figura 1.** Representação esquemática da relação entre os principais organismos com atividade no âmbito da Metrologia.  
(Adaptado de Guedes, 2011; Howarth & Redgrave, 2008)

Um dos comitês consultivos do BIPM, o CIPM, gerencia um Acordo de Reconhecimento Mútuo (*Mutual Recognition Arrangement – MRA*) que permite eliminar muitas fontes de barreiras técnicas, disponibilizando uma base reconhecida através da qual os Institutos Nacionais de Metrologia (INM) demonstram a equivalência internacional dos seus padrões de medição e dos certificados de calibração e medição emitidos. Os resultados do Acordo são as Capacidades de Calibração e Medição (*Calibration and Measurement Capabilities – CMC*) internacionalmente reconhecidas dos institutos participantes. As CMC aprovadas e os dados técnicos de suporte estão disponíveis publicamente na Base de Dados das Comparações-Chave do BIPM (*Key Comparison Data Base – KCDB*) (Leta *et al.*, 2016; Brandi, 2017; Santos & Ripper, 2017; BIPM, s/db). O MRA do CIPM foi assinado pelos representantes de 102 institutos, de 57 Estados Membros, 41 Associados da CGPM e 4 organizações internacionais e abrange mais de 156 institutos designados pelos órgãos signatários (BIPM, s/dc).

As Organizações Regionais de Metrologia (*Regional Metrology Organizations – RMO*) são associações regionais de institutos nacionais de metrologia que desempenham um papel importante no MRA do CIPM. Em particular,

participam do Comitê Conjunto das RMOs e do BIPM, designado por JCRB (*Joint Committee of the Regional Metrology Organizations and the BIPM*), através do qual realizam uma revisão inter-regional das capacidades declaradas antes que as CMC aprovadas sejam publicadas na KCDB, fazem sugestões de políticas para o CIPM sobre o funcionamento do MRA CIPM e são responsáveis por realizar comparações e outras ações dentro da sua região para apoiar a confiança mútua na validade dos certificados de calibração e medição emitidos pelos institutos participantes (Leta *et al.*, 2016; BIPM, s/dc).

Atualmente, são reconhecidas no âmbito do MRA do CIPM seis RMO (BIPM, s/dc; Santos & Ripper, 2017):

- Sistema de Metrologia Intra-Africano (*Intra-Africa Metrology System – AFRIMETS*);
- Programa de Metrologia da Ásia-Pacífico (*Asia Pacific Metrology Programme – APMP*);
- Cooperação euro-asiática das instituições metrológicas nacionais (*Euro-Asian Cooperation of National Metrological Institutions – COOMET*);
- Associação Europeia de Institutos de Metrologia (*European Association of Metrology Institutes – EURAMET*);
- Associação do Golfo para Metrologia (*Gulf Association for Metrology – GULFMET*);
- Sistema Interamericano de Metrologia (*Inter-American Metrology System – SIM*).

Na figura 2 estão localizadas as RMO, de acordo com a região de atuação de cada uma delas.



**Figura 2.** Regiões de atuação das Organizações Regionais de Metrologia. (BIPM, s/dc)

Podem ser destacados alguns dos principais Institutos Nacionais de Metrologia no mundo (Leta *et al.*, 2016):

- *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB) – Alemanha;
- *National Institute of Standards and Technology* (NIST) – Estados Unidos;
- *National Institute of Metrology* (NIM) – China;
- *Korea Research Institute of Standards and Science* (KRISS) – Coreia;
- *Danish Institute of Fundamental Metrology* (DFM) – Dinamarca;
- *Conservatoire National des Arts et Métiers* (CNAM) – França;
- *National Metrology Institute of Japan* (NMIJ) – Japão;
- Instituto Português de Qualidade (IPQ) – Portugal;
- Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro) – Brasil;
- *Centro Español de Metrología* (CEM) – Espanha;
- *Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica* (INRiM) – Itália;
- *National Physical Laboratory* (NPL) – Inglaterra;
- *Dutch Metrology Institute* (VSL) – Holanda.

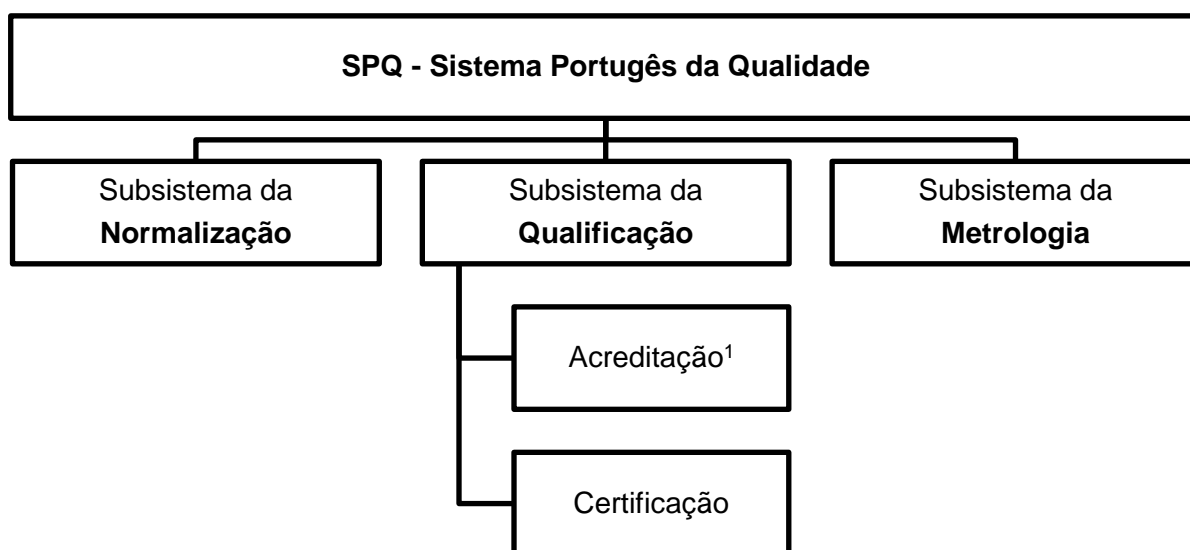
### **2.3.1. Sistema Português da Qualidade**

O Instituto Português da Qualidade é uma entidade pública, criada através do Decreto-Lei n.º 183/86, de 12 de julho, com o objetivo de assegurar a *"procura de melhoria da qualidade de produtos e serviços para a obtenção de um aumento da qualidade de vida dos cidadãos, aumento da competitividade das atividades económicas num contexto de progressiva liberdade de circulação de bens"*.

Segundo a lei orgânica aprovada pelo Decreto-Lei 71/2012, de 21 de março e alterada, posteriormente, pelo Decreto-Lei n.º 80/2014, de 15 de maio, o IPQ é o organismo nacional responsável pela coordenação, gestão geral e desenvolvimento do Sistema Português da Qualidade (SPQ) e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe forem conferidos por lei, 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 à sua função de laboratório nacional de metrologia. O IPQ é o Organismo Nacional de Normalização e a Instituição Nacional de Metrologia. O IPQ, enquanto Instituição Nacional de Metrologia, tem a obrigação de garantir o rigor e a exatidão das medições realizadas, assegurar a sua comparabilidade e rastreabilidade, quer a

nível nacional como internacional e, ainda, a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida (IPQ, 2018a).

O Decreto-Lei Nº 71/2012, de 21 de Março, define também o Sistema Português da Qualidade como “o conjunto integrado de entidades e organizações inter-relacionadas e interagentes que, seguindo princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, congrega esforços para a dinamização da qualidade em Portugal e assegura a coordenação dos três subsistemas — da normalização, da qualificação e da metrologia – com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade em geral.” Na Figura 3 estão representados os subsistemas que são coordenados pelo SPQ.



**Figura 3.** Representação esquemática das principais áreas de atuação do Sistema Português da Qualidade.  
(Adaptado de Guedes, 2011)

### 2.3.1.1. Subsistema da Metrologia

O subsistema da Metrologia é o subsistema do SPQ que garante o rigor e a exatidão das medições, assegura a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, e a realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões das unidades de medida (IPQ, 2018b; DL 71/2012).

A Metrologia é um serviço de natureza laboratorial e regulamentar, cujos domínios principais são (Guedes, 2011; IPQ, 2018c):

<sup>1</sup> No âmbito do Subsistema de Qualificação, a função Acreditação é da responsabilidade e competência do Instituto Português de Acreditação (IPAC).

- **Metrologia Científica**, envolvendo a realização e manutenção dos padrões nacionais, participação nas comparações-chave do BIPM, rastreabilidade dos padrões de referência e participação em projetos de desenvolvimento metrológico;
- **Metrologia Legal**, abrangendo a elaboração de legislação, coordenação do controlo metrológico, qualificação e acompanhamento de entidades para a realização de operações de controlo metrológico, ensaios de aprovação e verificações metrológicas e formação na área de controlo metrológico e de metrologistas;
- **Metrologia Aplicada**, cujo objetivo principal é efetuar a rastreabilidade dos padrões de referência de outros laboratórios nacionais e outra instrumentação, incluindo calibrações e verificações e realização de comparações interlaboratoriais nacionais.

O Laboratório Nacional de Metrologia, do Departamento de Metrologia do IPQ, segundo a legislação que se encontra em vigor é a Instituição Nacional de Metrologia responsável pela realização, manutenção e desenvolvimento dos padrões nacionais das unidades de medida e a sua rastreabilidade ao Sistema Internacional, promovendo a disseminação das unidades e a rastreabilidade das medições efetuadas no território nacional. O cumprimento dos requisitos dos Sistemas de Gestão da Qualidade do LNM são permanentemente avaliados através da realização de auditorias por auditores externos e de um programa de avaliação por pares, no âmbito do *TC-Quality da EURAMET* e do projeto *EURAMET 1123 - On site peer review* (IPQ, 2018b).

### **2.3.1.2. Subsistema da Normalização**

O subsistema da normalização enquadra as atividades de elaboração de normas e outros documentos de carácter normativo de âmbito nacional, europeu e internacional (IPQ, 2018d; DL 71/2012).

Como Organismo Nacional de Normalização (ONN), o IPQ coordena a actividade normativa nacional, com a colaboração de Organismos de Normalização Setorial<sup>2</sup> (ONS) reconhecidos para o efeito. Ao IPQ compete também a elaboração e homologação de Normas Portuguesas (NP), garantindo a coerência e atualidade do

---

<sup>2</sup> ONS são entidades, públicas ou privadas, nas quais o IPQ, enquanto ONN, pode delegar funções de normalização técnica em sectores específicos da actividade.

acervo normativo nacional e promover o ajustamento de legislação nacional sobre produtos às normas da União Europeia (Guedes, 2011; IPQ, 2018a).

A Norma é um documento técnico criado por unanimidade e aprovado por um organismo reconhecido, que estabelece regras, linhas de orientação ou características para as atividades ou para os seus resultados, com o objetivo da obtenção de um nível ótimo de ordem num determinado contexto (Guedes, 2011; IPQ, 2017c).

### **2.3.1.3. Subsistema da Qualificação**

Este é o subsistema que enquadra as atividades da acreditação, da certificação e outras de reconhecimento de competências e de avaliação da conformidade, no âmbito do SPQ (Guedes, 2011; IPQ, 2018d; DL 71/2012).

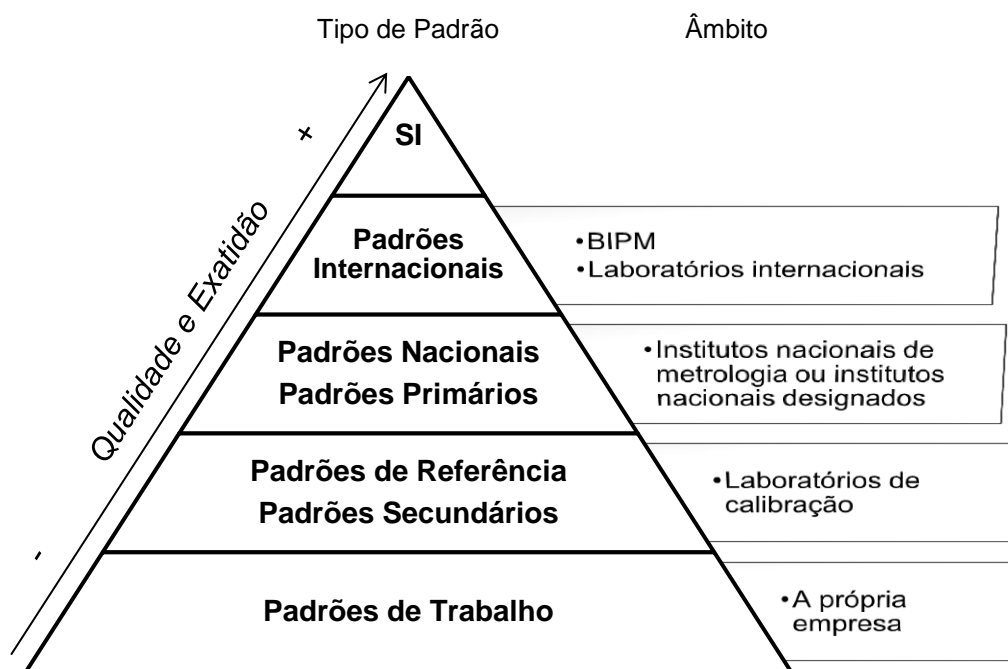
A actividade de acreditação consiste no reconhecimento formal, do Organismo Nacional de Acreditação (ONA), após a avaliação e reconhecimento da competência técnica da entidade para efetuar atividades específicas de avaliação da conformidade, de acordo com normas internacionais, europeias ou nacionais, baseando-se, complementarmente, nas orientações emitidas pelos organismos internacionais de acreditação de que Portugal faça parte (IPAC, s/d; DL 140/2004). Na União Europeia (UE), cada país só pode ter um único organismo nacional de acreditação, por isso, em Portugal, essa missão foi atribuída ao IPAC, conforme disposto no Decreto-lei n.º 23/2011, de 11 de Fevereiro (IPAC, s/d).

A certificação é o procedimento através do qual uma terceira parte acreditada dá uma garantia escrita de que um produto, processo, serviço ou sistema está em conformidade com os requisitos especificados (DL 140/2004).

## **2.4. PADRÕES DE MEDIÇÃO**

O padrão de medição é definido no VIM como “*realização da definição duma dada grandeza, com um valor determinado e uma incerteza de medição associada, utilizada como referência*” (IPQ, 2012). O padrão de medição corresponde a uma medida materializada, um instrumento de medição, um material de referência ou a um sistema de medição destinado a definir, realizar, conservar ou reproduzir uma unidade ou mais valores de uma grandeza, para servirem de referência, como por exemplo um padrão de massa de 1 kg (Alves, 2003; SENAI, 2016).

Existem diferentes tipos de padrões de medição: padrões internacionais, padrões nacionais, padrões primários, padrões secundários, padrões de referência e padrões de trabalho. Estes padrões de medição estão hierarquizados segundo a sua qualidade e exatidão conforme representado na Figura 4 (Alves, 2003; Howarth & Redgrave, 2008; Guedes, 2011). Não existe uma listagem internacional de todos os padrões de medição (Howarth & Redgrave, 2008).



**Figura 4.** Hierarquia de Padrões de Mediç o SI (Sistema Internacional)

(Adaptado de Alves, 2003; Howarth & Redgrave, 2008; Guedes, 2011; Sousa, 2010)

### 2.4.1. Padrões Internacionais

O padr o internacional   um padr o de mediç o reconhecido pelos signat rios dum acordo internacional, tendo como prop sito a sua utilizaç o mundial, servindo de base na fixa o dos valores de outros padr es da grandeza a que respeita (IPQ, 2012; Alves, 2003; Guedes, 2011; Oliveira & Costa-F lix, 2017).

Os padr es internacionais s o periodicamente avaliados e testados atrav s de mediç es absolutas em termos das unidades fundamentais. Alguns padr es internacionais encontram-se guardados no BIPM, bem como noutros laborat rios internacionais e n o est o dispon veis ao utilizador normal para compara o ou calibra o (Alves, 2003).

### **2.4.2. Padrões Nacionais**

Padrão de medição que é reconhecido por uma entidade nacional, para servir de base, dentro de um país, estado ou economia, à fixação de valores a outros padrões de medição de grandezas da mesma natureza (IPQ, 2012; Campilho, 2000).

Um padrão nacional pode ser representado por padrões primários existentes nos Institutos Nacionais de Metrologia. Os padrões nacionais são comparáveis a padrões internacionais e entre si, mediante programa de intercomparações internacionais sob a supervisão do BIPM. Em Portugal, o IPQ tem competência legal para aprovar os padrões que realizam as unidades de medida (IPQ, 2012; Campilho, 2000; Leta *et al.*, 2016).

### **2.4.3. Padrões Primários**

Um padrão de medição é considerado primário quando é estabelecido com auxílio dum procedimento de medição primário ou criado como um artefato, escolhido por convenção (IPQ, 2012).

Um padrão primário é designado ou amplamente reconhecido como detendo as mais elevadas qualidades metrológicas e cujos resultados de medição são determinados sem referência a outros padrões da mesma grandeza (Howarth & Redgrave, 2008; Alves, 2003). No caso português, a manutenção dos padrões primários, bem como a acreditação dos Laboratórios de Calibração são responsabilidade do IPQ, por intermédio do seu Laboratório Central de Metrologia e do seu Serviço de Acreditação. Estes padrões não são disponibilizados para usos externos aos laboratórios nacionais, a sua principal função é a calibração e verificação dos padrões secundários. Estes laboratórios emitem certificados de calibração para os padrões secundários, normalmente mantidos pelos laboratórios de calibração acreditados (Alves, 2003; Campilho, 2000; Guedes, 2011).

A manutenção da qualidade dos padrões primários é garantida pela sua rastreabilidade ao BIPM e por programas de comparação interlaboratoriais com outros laboratórios de referência, tal como acontece em Portugal com os Ensaios de Comparação Interlaboratorial promovidos pela RELACRE e pelo IPQ (Guedes, 2011).

#### **2.4.4. Padrões Secundários**

O padrão de medição secundário é estabelecido por intermédio de uma calibração com referência a um padrão de medição primário duma grandeza da mesma natureza, ou seja, por comparação ao padrão primário (IPQ, 2012; SENAI, 2016; Howarth & Redgrave, 2008; Oliveira & Costa-Félix, 2017).

Os padrões secundários são os padrões de referência utilizados em laboratórios de calibração acreditados. Estes padrões são enviados periodicamente aos laboratórios nacionais para calibração e comparação com os padrões primários, sendo documentados através dos certificados de calibração, gerando a rastreabilidade metrológica ao padrão primário (Alves, 2003; Leta *et al.*, 2016; Guedes, 2011).

#### **2.4.5. Padrões de Referência**

Um padrão de referência é estabelecido para a calibração de outros padrões de grandezas da mesma natureza, numa dada organização ou num dado local (IPQ, 2012). Geralmente, designa o padrão que possui a mais elevada qualidade metrológica disponível num determinado local ou organização e a partir do qual derivam as medições executadas (SENAI, 2016; Campilho, 2000).

Estes padrões são utilizados pelos laboratórios de medição em ambiente industrial. A responsabilidade pela sua manutenção e calibração pertence exclusivamente aos laboratórios industriais, que periodicamente os devem enviar aos laboratórios nacionais para serem calibrados e certificados por comparação com os padrões primários (Campilho, 2000).

#### **2.4.6. Padrões de Trabalho**

Esta designação é atribuída ao padrão que é utilizado rotineiramente para calibrar ou controlar instrumentos de medição, sistemas de medição, medidas materializadas ou materiais de referência (IPQ, 2012; SENAI, 2016; Campilho, 2000).

Num laboratório de medição, é fundamental a existência de um ou vários padrões de trabalho. Geralmente, são utilizados em testes e calibrações de outros instrumentos de laboratórios ou instrumentos de aplicações industriais (Alves, 2003; Guedes, 2011). Os padrões de trabalho são submetidos a rastreio periódico, em

Laboratórios de Calibração Acreditados, para calibração e comparação com os padrões secundários (Guedes, 2011).

Para além das denominações referidas anteriormente, existem também outras designações referentes aos padrões. Atribui-se a designação **Padrão Itinerante** a um padrão, por vezes de construção especial, destinado para ser transportado entre diferentes locais (IPQ, 2012; Howarth & Redgrave, 2008; Campilho, 2000). Este deve ter características de estabilidade de médio e longo prazo, sendo utilizado em comparações interlaboratoriais (Oliveira & Costa-Félix, 2017). Existe também o **Dispositivo de Transferência**, que é um dispositivo ou padrão utilizado como intermediário na comparação de padrões de medição (IPQ, 2012; Howarth & Redgrave, 2008; SENAI, 2016; Campilho, 2000). O **Padrão de Medição Intrínseco** é baseado numa propriedade intrínseca e reproduzível de um fenómeno ou de uma substância (IPQ, 2012). Há, ainda, um tipo de padrão metrológico com características peculiares quanto à sua elaboração, caracterização, manutenção e utilização, homogéneo e muito estável em relação a propriedades específicas. Trata-se de um **Material de Referência**. No caso de uma entidade reconhecida emitir documentação que forneça um ou mais valores dessas propriedades com suas respectivas incertezas e rastreabilidades associadas, esse material pode ser chamado de **MRC (Material de Referência Certificado)** (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017; Neto, 2012).

## 2.5. GESTÃO DOS INSTRUMENTOS DE MEDIÇÃO

O sistema de gestão da medição tem como missão garantir que os requisitos metrológicos especificados sejam satisfeitos. Um sistema de gestão da medição eficiente assegura que os equipamentos de medição e os processos de medição são os apropriados às necessidades, pois só assim se conseguem alcançar os objetivos da qualidade pretendidos e diminuir o risco de resultados de medição incorretos, tal como referenciam as normas NP EN ISO 10012:2005 - Sistemas de gestão da medição. Requisitos para processos de medição e equipamento de medição e a NP EN ISO 9001:2015 - Sistemas de Gestão da Qualidade – Requisitos.

O desenvolvimento tecnológico impõe cada vez mais exigências relativamente ao conhecimento e à melhoria da incerteza de medição. Tal só é possível com uma eficaz gestão dos instrumentos de medição, calibração periódica

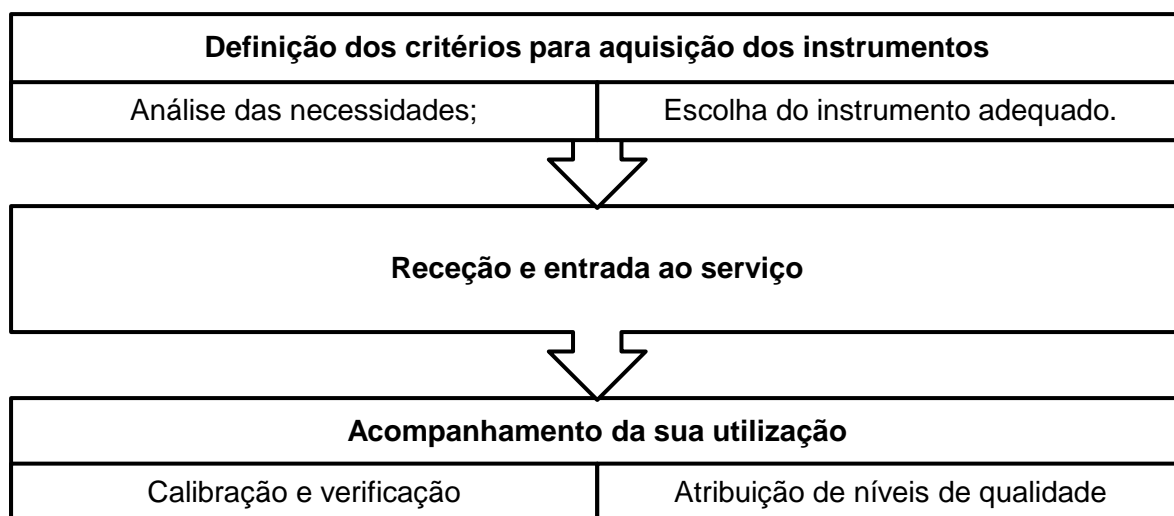
e fiabilidade da cadeia de rastreabilidade de instrumentos de medição, tanto a nível nacional como a nível interno de uma empresa (Guedes, 2011; NP EN ISO 10012:2005; NP EN ISO 9001:2015).

A gestão da função metrológica deve estabelecer, manter e utilizar procedimentos documentados para a receção, manipulação, transporte, verificação, calibração, conservação, armazenamento e envio dos equipamentos de medição, com o objetivo de prevenir má utilização, danos e alteração das suas características metrológicas. Devem existir procedimentos para o processo de introdução e exclusão dos equipamentos de medição no sistema de gestão de medição (NP EN ISO 10012:2005).

O sucesso da gestão dos instrumentos de medição numa empresa terá de passar por um plano que abrange um conjunto de ações a desenvolver (Guedes, 2011):

- Organização e constituição do conjunto de instrumentos de medição;
- Formação dos analistas;
- Manutenção dos instrumentos de medição;
- Manutenção das infraestruturas;
- Rastreabilidade e calibração dos instrumentos e dos padrões de trabalho.

A aquisição e gestão dos instrumentos de medição, considerados fundamentais à atividade da empresa, obedece, geralmente, a uma sequência de ações conforme representado na Figura 5 (Guedes, 2011; Alves, 2003):



**Figura 5. Representação esquemática da sequência de ações na aquisição e gestão dos instrumentos de medição.**  
(Adaptado de Guedes, 2011; Alves, 2003)

### **2.5.1. Critérios para aquisição dos instrumentos**

A seleção de instrumentos e fornecedores trata-se de um processo de decisão consciente, com base nas necessidades relacionadas ao uso pretendido do instrumento (GEON, 2017). A escolha e aquisição de um instrumento de medição resulta da ponderação entre diversos factores: necessidades técnicas, condições comerciais, experiência e avaliações anteriores desse instrumento (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994).

#### **2.5.1.1. Necessidades técnicas**

As necessidades técnicas são um parâmetro fundamental no momento de escolher e adquirir um instrumento de medição. A seleção vai depender, principalmente, da grandeza a medir e da exatidão exigida (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994; Neto, 2012).

A homogeneidade do conjunto de RMM da empresa também é um fator determinante, principalmente em relação a procedimentos de manutenção, de calibração e formação dos operadores (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994).

Outro fator fundamental é a evolução dos instrumentos de medição, de modo a limitar os riscos de estes se tornarem obsoletos, permitindo à empresa fazer evoluções quando se achar necessário. Por exemplo, no caso de determinados instrumentos de medição digitais que permitem acrescentar funcionalidades a partir da aquisição de módulos de *software* (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994).

É necessário prever o envio, pelo fornecedor do instrumento, da documentação necessária à utilização, ao ajuste e à colocação em serviço dos instrumentos. Qualquer instrumento de medição deverá vir acompanhado do respectivo manual técnico, fundamental para a sua utilização adequada. No caso de instrumentos novos ou que saiam do quadro habitual da empresa, pode ser necessário prever com o fornecedor formação ao pessoal, condições e conteúdo da assistência técnica (Alves, 2003; Cabral, 1994).

#### **2.5.1.2. Condições comerciais**

Em instrumentos de medição específicos e de elevado custo e/ou complexos, é aconselhado elaborar um caderno de encargos técnico-comerciais que defina os elementos e requisitos fundamentais (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994):

- Características;
- Condições de utilização;
- Manutenção;
- Assistência técnica;
- Calibração;
- Condições de fornecimento e de receção;
- Garantia;
- Certificado de qualidade;
- Preços.

### **2.5.1.3. Avaliações anteriores do instrumento de medição**

A informação relativa ao histórico dos RMM, pode ser imprescindível na tomada de decisão na sua compra. A avaliação resultante da experiência adquirida na própria empresa, noutras empresas ou em centros tecnológicos especializados no domínio em causa, pode dar uma perspetiva acerca das suas características, utilização corrente, avarias, desgastes, manutenção, rastreabilidade, calibração, entre outros, que são de grande importância no âmbito da gestão deste tipo de instrumentos (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994).

### **2.5.2. Receção e entrada ao serviço**

No processo de receção de um RMM e antes da sua entrada ao serviço, o departamento responsável pela sua gestão deve assegurar-se que o instrumento é recebido em boas condições, conforme solicitado e com todos os documentos técnicos necessários (GEON, 2017; Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994). Depois dessa avaliação é necessário proceder ao inventário do equipamento, bem como à sua identificação e instalação no ambiente solicitado, garantindo as condições de utilização requeridas. A partir desse momento, todo o histórico de ocorrências relacionado com o instrumento de medição fica registado na ficha de identificação do equipamento (GEON, 2017; Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994; NP EN ISO/IEC 17025:2005; NP EN ISO 9001:2015).

Antes do instrumento de medição ser posto ao serviço, deve ser calibrado ou verificado, de modo a demonstrar que cumpre os requisitos técnicos especificados. Os resultados destes controlos e das suas características metrológicas passam a constar dos registos do instrumento e deve ser definida a periodicidade dos

controles e as condições de realização (NP EN ISO/IEC 17025:2005; Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994; NP EN ISO 9001:2015).

Uma das condições necessárias para que um instrumento de medição possa cumprir eficazmente a função para a qual foi adquirido é que o mesmo seja corretamente utilizado. Consideram-se como requisitos mínimos a estabelecer, os seguintes (Cabral, 1994; Alves, 2003; NP EN ISO/IEC 17025:2005):

- Garantir a integridade do próprio instrumento, a segurança e proteção dos operadores e de outros equipamentos existentes nas proximidades;
- Qualificar dos operadores. Os operadores devem ter à sua disposição instruções atualizadas sobre a utilização e a manutenção dos equipamentos;
- Utilizar o instrumento unicamente nas condições ambientais especificadas pelo fabricante.

### **2.5.3. Acompanhamento da utilização dos instrumentos de medição**

Periodicamente, é necessário avaliar se os instrumentos de medição mantêm as suas características de qualidade e o seu desempenho satisfatório. Por isso, existe a necessidade de efectuar calibrações e/ou verificações dos instrumentos, operações indispensáveis que validam, ou não, as indicações fornecidas pelos instrumentos de medição (Alves, 2003; Cabral, 1994; GEON, 2017).

As operações de calibração e de verificação são ambas realizadas por comparação do instrumento de medição com um instrumento padrão ou um padrão, permitindo avaliar a sua exatidão e verificar se essa exatidão continua de acordo com as especificações (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994). Por vezes, quando os instrumentos apresentam não conformidades, relativamente às especificações, é necessário efetuar reparações e/ou ajustes, repetindo-se, depois, os procedimentos de calibração e/ou verificação, para apreciar o resultado final (Guedes, 2011).

Na Figura 6 está representado um exemplo da sequência de procedimentos num processo de calibração e/ou verificação de um instrumento de medição.

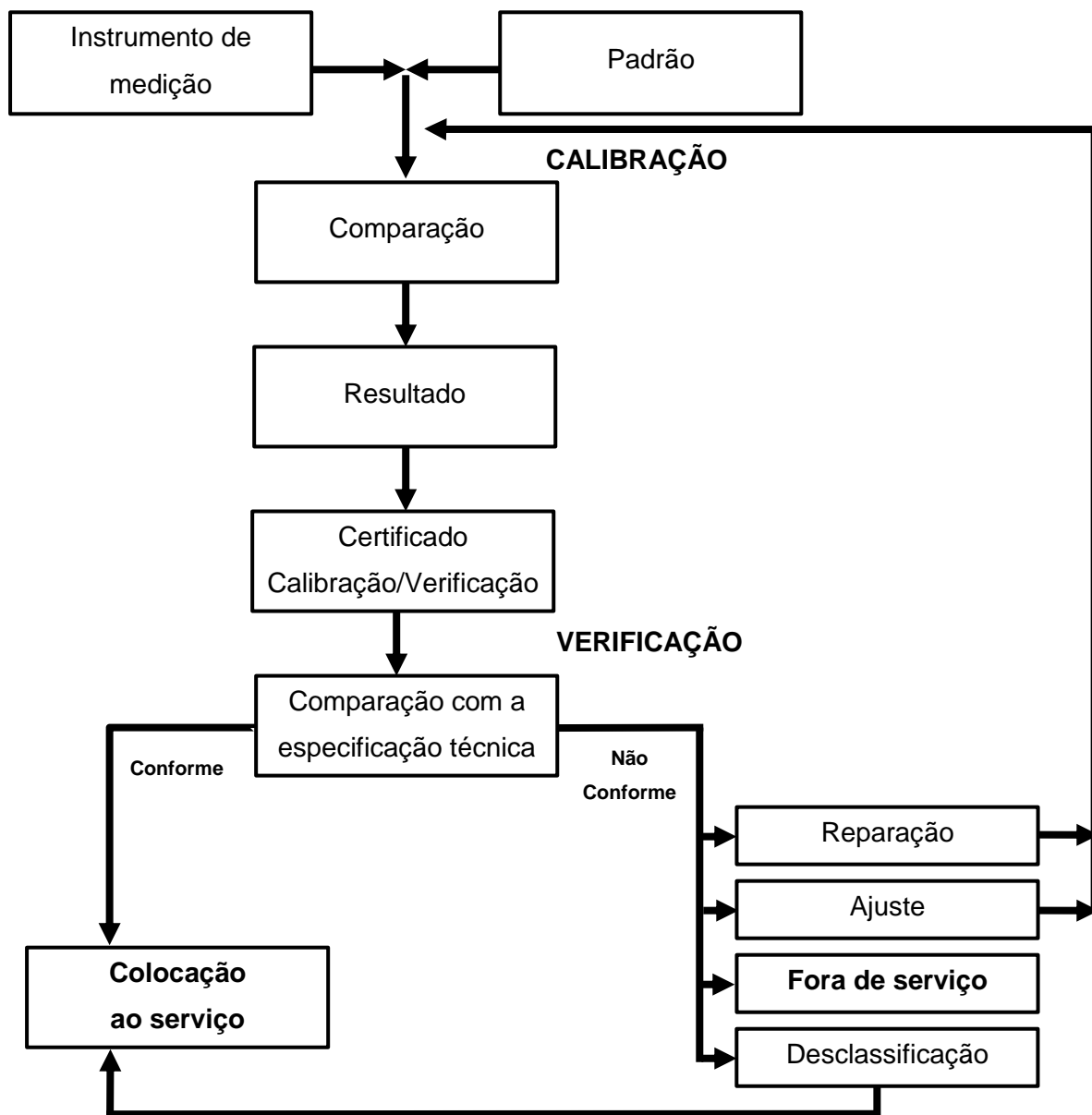


Figura 6. Esquematisação de um processo de calibração e/ou verificação.  
(Adaptado de Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994)

### 2.5.3.1. Calibração

Um processo de medição está sempre sujeito a erros, muitos dos quais inerentes ao próprio instrumento de medida. Por mais sofisticado, complexo ou moderno que seja, o instrumento de medida pode possuir incorreções que podem provocar erros de medição. Para assegurar se um instrumento cumpre ou não com os limites de erro máximos que lhe são previstos, realiza-se um procedimento experimental com o objetivo de determinar os erros que esse instrumento apresenta

ao longo de sua gama de medição. Esse procedimento experimental é designado de calibração (Neto, 2012; Moraes, 2010).

A calibração é a operação que, em condições especificadas, estabelece uma relação entre os valores e as incertezas de medição fornecidos por padrões e os valores correspondentes fornecidos pelo instrumento de medição ou sistema de medição e as incertezas associadas (IPQ, 2012; Guedes, 2011; Neto, 2012; SENAI, 2016).

O principal objetivo da calibração é determinar as características de desempenho do instrumento de medida, ou seja, permite avaliar as incertezas do processo de medição, além de identificar os desvios entre os valores indicados por um instrumento e os valores padronizados, tidos como verdadeiros (Guedes, 2011; SENAI, 2016; Alves, 2003). Após a calibração de um instrumento de medida, este recebe um certificado de calibração e uma etiqueta que é colocada no instrumento (Cabral, 1994; Alves, 2003; Sousa, 2010; SENAI, 2015). Com base nos resultados apresentados no certificado de calibração determina-se se o instrumento reúne as condições necessárias para a atividade a que está destinado (Guedes, 2011). A calibração é uma ferramenta que permite assegurar a rastreabilidade de uma medida (Howarth & Redgrave, 2008; Sousa, 2010).

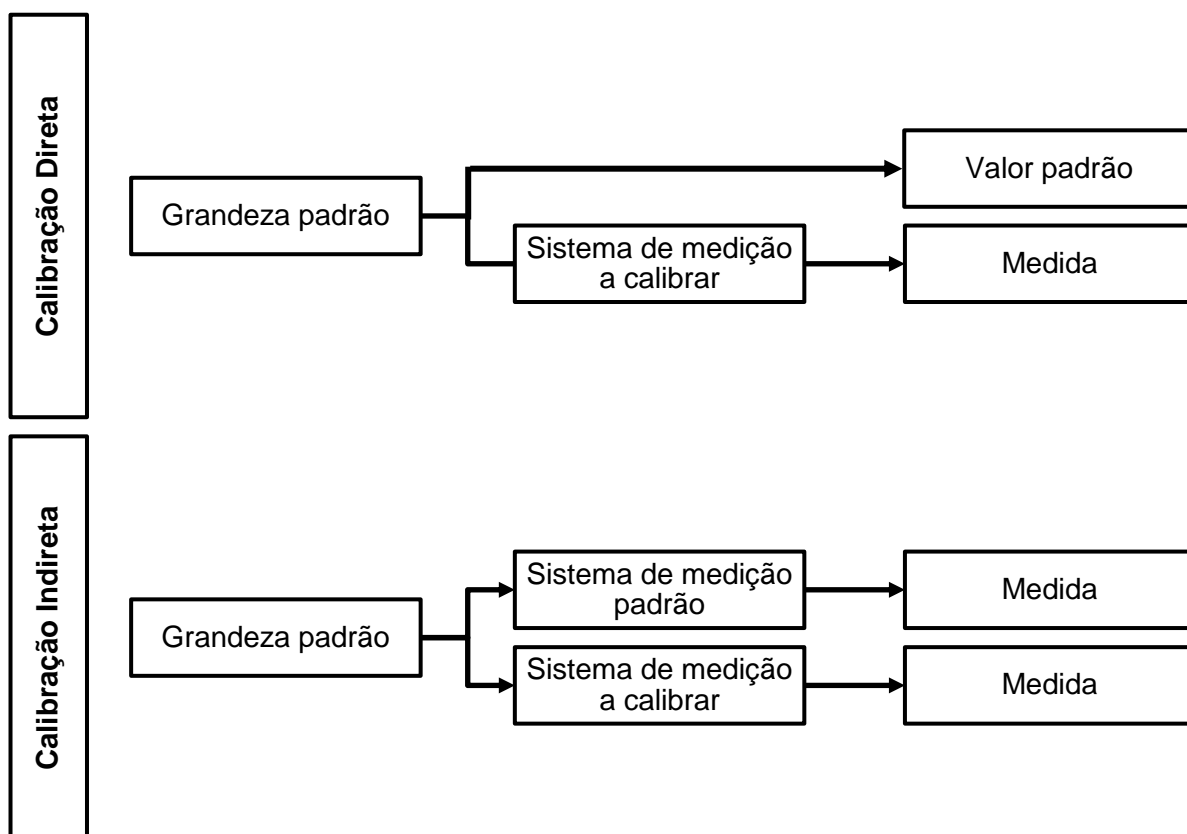
Em alguns casos, os erros de um sistema de medição podem ser analítica ou numericamente estimados mas, na prática, são utilizados quase exclusivamente procedimentos experimentais. Esta operação é realizada por um grande número de entidades (Neto, 2012; Moraes, 2010).

Relativamente aos tipos de calibração existentes, podem distinguir-se dois tipos: a calibração direta e a indireta, representadas na Figura 7.

Na calibração direta, a grandeza padrão é aplicada diretamente ao sistema de medição a calibrar e as medidas são comparadas com os valores padrão (SENAI, 2016; Neto, 2012; Moraes, 2010; CNI /COMPI, 2002). Por exemplo, para calibrar uma balança, aplicam-se directamente as massas padronizadas sobre a balança, utilizando-se um conjunto de massas padrão de forma a cobrir toda a faixa de medição (SENAI, 2016; Neto, 2012; CNI /COMPI, 2002).

Na calibração indireta, a grandeza que se deseja medir é fornecida por um meio externo gerador da grandeza, que atua simultaneamente no sistema de medição a calibrar e no sistema de medição padrão. Os resultados dos dois sistemas são comparados e, dessa forma, os erros podem ser determinados e as correções efetuadas (SENAI, 2016; Neto, 2012; CNI /COMPI, 2002). Um exemplo de

calibração indireta é a metodologia para calibrar o velocímetro de um automóvel. Nesse caso, não é possível utilizar a calibração direta, pois não existe um padrão de velocidade “materializado”. Para calibrar o velocímetro de um automóvel, este é colocado em movimento e a sua velocidade em relação ao solo, para além de indicada no velocímetro, é simultaneamente medida noutro sistema de medição padrão. Este sistema de medição padrão pode ser, por exemplo, constituído por uma quinta roda colocada na parte traseira do automóvel, por um taquímetro padrão ou pela utilização de sensores que usam um raio laser dirigido ao solo e pela análise do tipo de sinal que retorna, determinando a velocidade do automóvel. Neste exemplo, o automóvel é o gerador da grandeza padrão, ou seja, da velocidade, que é simultaneamente submetida aos dois sistemas de medição para comparação (SENAI, 2016; Neto, 2012; Moraes, 2010; CNI /COMPI, 2002).



**Figura 7. Calibração direta e Calibração indirecta.**  
 (Adaptado de SENAI, 2016; Neto, 2012; CNI /COMPI, 2002)

A calibração de sistemas de medição é um trabalho especializado, que exige um vasto conhecimento de metrologia, total domínio sobre os princípios e o funcionamento do sistema de medição a calibrar e muita prudência na sua execução, pois envolve equipamento sofisticado e de custos elevados. É recomendado que seja utilizado um procedimento de calibração documentado, segundo exigências de normas ISO. No caso de não existir, deve ser elaborado um procedimento com base em normas técnicas, recomendações de fabricantes e informações do utilizador do sistema de medição envolvido, complementados com regras básicas de metrologia (Moraes, 2010). No Quadro 2, é apresentado um procedimento de calibração genérico, com os elementos principais que devem ser estudados e incluídos. Este procedimento é apenas orientativo, pois deve ser analisado caso a caso a necessidade de adotar, modificar ou acrescentar outras actividades ou recomendações (Moraes, 2010; Cabral, 1994).

**Quadro 2. Procedimento de calibração**  
(Adaptado de SENAI, 2016; Moraes, 2010; CNI /COMPI, 2002; NP EN ISO 10012:2005)

**1. Definição dos objetivos**

Definir claramente o destino das informações geradas. Dependendo do destino dos resultados, a calibração terá diferentes níveis de abrangência:

- Dados para ajustes: o estudo incluirá poucos pontos da faixa de medição;
- Levantamento da curva de erros para futura correção: grande número de pontos de medição dentro da faixa de medição e grande número de ciclos para reduzir a incerteza nos valores da tendência ou da correção;
- Dados para verificação: o volume de dados orientado por normas e recomendações específicas da metrologia legal;
- Avaliação completa do sistema de medição a calibrar: compreende diversas operações de calibração em diferentes condições operacionais

**2. Identificação do Sistema de Medição a Calibrar**

É fundamental um estudo aprofundado do sistema de medição a calibrar com base em manuais, catálogos, normas e literatura complementar, com o intuito de:

- Identificar/caracterizar o sistema de medição a calibrar, incluindo marca, modelo, número de série, etc;
- Identificar as características metrológicas e operacionais esperadas;
- Conhecer o modo de operação, de acordo com as recomendações do fabricante.

### **3. Seleção do Sistema de Medição Padrão**

Tendo em conta o sistema de medição a calibrar, deve-se selecionar, entre os disponíveis, o sistema de medição padrão apropriado, considerando:

- Idealmente, a incerteza da calibração não deve ser superior a um décimo da incerteza esperada para o instrumento a calibrar;
- A faixa de medição a cobrir.

### **4. Planeamento e preparação do ensaio**

Com o objetivo de reduzir os tempos e custos envolvidos e de evitar que medições tenham de ser repetidas é importante planejar e preparar o ensaio de calibração:

- Executar a calibração adotando procedimento de calibração documentado, preferencialmente, em normas específicas;
- Estudo do sistema de medição a calibrar e do modo de funcionamento;
- Esquematização do ensaio: especificação da montagem a ser realizada, dos instrumentos auxiliares a serem envolvidos e da sequência de operações a serem seguidas;
- Preparação dos ficheiros ou documentos para a recolha de dados.

### **5. Execução do ensaio**

Deve seguir o rumo fixado no procedimento de calibração.

Qualquer anomalia constatada na execução dos trabalhos deve ser anotada, com identificação cronológica associada com o desenrolar do ensaio. Essas informações podem ser úteis para identificar a provável causa de algum efeito inesperado que possa ocorrer.

### **6. Registo de dados**

Deve ser realizado um registo individual de leituras para cada escala do instrumento a calibrar. O preenchimento completo do registo de leituras, com os valores efetivamente encontrados durante a calibração, é muito importante para uma verificação do processo de validação do instrumento.

É fundamental que o registo dos dados e resultados esteja de forma clara, seja como tabelas ou gráficos.

### **7. Análise dos resultados**

Com base na curva de erros e nos diversos valores calculados para a faixa de medição determinam-se as características metrológicas e operacionais.

Os valores são comparados às especificações do fabricante, do utilizador e das normas e dão lugar a um parecer final, que pode ou não atestar a conformidade do sistema de medição calibrado. Podem ainda ser apresentados factores de correção ou restrições das condições em que o instrumento pode ser utilizado.

## 8. Certificado de calibração

Com base em todos os registos e resultados provenientes do ensaio de calibração gera-se o certificado de calibração, que é o documento final fornecido ao requisitante, no qual constam as condições e os meios de calibração, bem como os resultados e os pareceres.

Os resultados das calibrações devem ser registados de modo que a rastreabilidade de todas as medições possa ser demonstradas e qualquer medição possa ser reproduzida sob condições semelhantes às condições originais.

As seguintes informações são recomendadas para constar no certificado de calibração:

- Descrição e identificação individual do sistema de medição calibrado;
- Data da calibração;
- Resultados da calibração obtidos e, quando relevante, incluir resultados antes dos ajustes efetuados;
- Identificação do(s) procedimento(s) de calibração utilizado(s);
- Identificação do procedimento e do sistema de medição padrão utilizado, com data e entidade executora de sua calibração, bem como a sua incerteza;
- Erro máximo admissível (EMA) definido;
- Condições ambientais relevantes e orientações sobre quaisquer correções necessárias;
- Incertezas associadas à calibração;
- Detalhes sobre eventuais manutenções, ajustes, reparações e modificações realizadas;
- Eventuais limitações de utilização;
- Identificação e assinatura da(s) pessoa(s) responsável(eis) pela calibração, bem como do gerente técnico do laboratório;
- Identificação individual do certificado, com número de série ou equivalente.

### 2.5.3.2. Verificação

A verificação de um instrumento de medição corresponde ao fornecimento de evidência objetiva de que um dado item satisfaz requisitos especificados. O item pode ser, por exemplo, um processo, um procedimento de medição, um material, um composto ou um sistema de medição (IPQ, 2012; NP EN ISO 9000:2015).

O resultado de uma verificação permite afirmar se o instrumento de medição satisfaz ou não as especificações previamente fixadas que autorizam a sua entrada ou continuação em serviço. Após a calibração, as características metrológicas do equipamento de medição são comparadas com os requisitos metrológicos ou com o Erro Máximo Admissível (EMA) desse equipamento. Se o erro do equipamento for menor que o EMA, o equipamento encontra-se em conformidade com o requisito e pode ser colocado em serviço. Se o erro for maior, devem ser tomadas medidas

para eliminar a não conformidade, como por exemplo, através de ajustes ou reparações, caso contrário o equipamento não pode ser utilizado (NP EN ISO 10012:2005; Alves, 2003). O sistema de confirmação metrológica é firmemente apoiado em tais verificações, mas deverá incluir também análise e revisão detalhada do processo completo de medição, com o objetivo de assegurar a qualidade das medições realizadas com o equipamento, em suporte à determinação da conformidade do produto com os requisitos (NP EN ISO 10012:2005).

Quer seja realizada pelo cliente ou por uma função metrológica, os resultados do processo de verificação podem ser compilados num documento de verificação, adicionalmente a qualquer certificado de calibração. A última fase do sistema de confirmação metrológica é a identificação apropriada do estado do equipamento, por exemplo, por marcação ou etiquetagem. Depois disto, o equipamento de medição poderá ser utilizado para o objetivo que foi destinado (NP EN ISO 10012:2005).

A verificação é um conceito muito importante em metrologia legal e compreende ensaios qualitativos, ensaios metrológicos quantitativos e uma tomada de decisão baseada nos resultados encontrados. A verificação também pode ser feita por meio de equipamentos que satisfazem os requisitos legais. É denominada de verificação por amostragem quando a verificação é realizada num número estatisticamente apropriado de exemplares retirados aleatoriamente de um lote homogêneo de instrumentos de medição. A verificação é inicial quando se trata da primeira verificação de um instrumento de medição, realizada, normalmente, nas dependências do fabricante ou do importador (Senna, 2017). Designa-se por verificação subsequente quando a verificação já tenha ocorrido alguma vez e inclui a verificação periódica, a verificação após reparação e a verificação voluntária (Senna, 2017). Após a verificação subsequente e no caso de reprovação ou de destruição da marca de verificação, a verificação seguinte é chamada de verificação eventual (Neto, 2012).

### **2.5.3.3. Periodicidade de calibração ou verificação**

Independentemente do instrumento de medição considerado, o processo de comparação deve ser periódico e sistemático, permitindo prevenir qualquer degradação da qualidade das medições e garantir a sua credibilidade ao longo do tempo (Cabral, 1994). Sempre que ocorram manutenções, ajustes, sobrecarga, quedas, mau uso ou desconfiança dos resultados de medição deve-se efectuar a

calibração ou verificação dos instrumentos para que seja assegurada a qualidade das medições (Moraes, 2010).

Para fixar a periodicidade das calibrações é necessário ter em consideração diversos factores, tais como (Guedes, 2011; Alves, 2003; Cabral, 1994):

- Tipo de instrumento;
- Fiabilidade, de acordo com o que é apresentado pelo fabricante;
- Histórico do instrumento de medição;
- Tipo de utilização;
- Frequência de utilização;
- Evolução do desgaste ou desajuste;
- Restrições económicas.

A periodicidade de calibração estabelecida inicialmente pode ser revista e, se necessário, reajustada, em função da experiência ao longo do tempo (Guedes, 2011; Cabral, 1994). Determinados instrumentos de medição são utilizados, apenas, em algumas das suas escalas ou funções, podendo ser preferível calibrá-los exclusivamente nas funções ou escalas verdadeiramente utilizadas. Nestes casos, devem estar devidamente identificados, para que não sejam utilizados numa escala ou função não calibrada (Cabral, 1994).

No caso das verificações, a sua periodicidade é imposta pela regulamentação de controlo metrológico (Cabral, 1994; Alves, 2003). Em Portugal, o regime do controlo metrológico de métodos e instrumentos de medição deve obedecer ao Decreto-Lei 291/90, de 20 de Setembro (IPQ, 2018e).

## **2.6. FATORES DE INFLUÊNCIA NA MEDIÇÃO**

Uma vez que não existem sistemas de medição perfeitos, as medições estão sempre sujeitas a erros e o seu estudo deve ser valorizado na Metrologia. Existem inúmeros factores que levam à ocorrência de erros de medição, por isso, torna-se necessário proceder à sua identificação e classificação, de modo a poder reduzir o seu impacto (Neto, 2012; Guedes, 2011; Alves, 2003; SENAI, 2016). É impossível eliminar completamente o erro de medição, mas é possível restringi-lo. Mesmo sabendo da sua existência, é possível obter informações fiáveis sobre a medição, desde que a ordem de grandeza e a natureza desse erro sejam conhecidas (Neto, 2012; Guedes, 2011).

O erro de medição define-se como a diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência. Na prática, o valor de referência ou valor verdadeiro são desconhecidos, por isso, usa-se a designação valor convencional, isto é, uma estimativa do valor verdadeiro, associado a uma incerteza de medição convenientemente pequena, que pode ser nula (Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho,2000; IPQ, 2012; Alves, 2003).

O valor do erro absoluto é dado pela seguinte equação (Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho,2000; Albertazzi & Sousa, 2008; Neto, 2012):

$$E_a = |x - x_v| \quad (1)$$

*Sendo:*

$E_a$  = Erro absoluto

$x$  = Leitura da medição efectuada

$x_v$  = Valor convencional

O erro relativo é definido por (Guedes, 2011; Campilho, 2000):

$$E_r = \frac{E_a}{x_v} \times 100 \text{ [%]} \quad (2)$$

*Sendo:*

$E_r$  = Erro relativo

Os erros de uma medição podem ser sistemáticos, aleatórios ou grosseiros (SENAI, 2016; Guedes, 2011; Campilho,2000).

### **2.6.1. Erro Sistemático**

O erro sistemático é um elemento do erro de medição que, em medições repetidas, permanece constante ou varia de uma forma regular e previsível (IPQ, 2012; Neto, 2012; Guedes, 2011). Os erros sistemáticos afetam a medição, polarizando o resultado sempre na mesma direção, prejudicando a sua exatidão (Campilho, 2000; Neto, 2012; Guedes, 2011). As suas causas podem ser conhecidas ou desconhecidas, mas geralmente resultam de erros instrumentais, condições ambientais e procedimentos de medição incorrectos (IPQ, 2012; SENAI, 2016; Guedes, 2011; Neto, 2012; Alves, 2003).

Se um erro sistemático resulta de um efeito reconhecido de uma grandeza de influência num resultado de medição, designado por efeito sistemático, o efeito pode ser quantificado e, aplicando-se uma correção ou um fator de correção, pode-se compensar o efeito. Por exemplo, a má calibração de uma balança pode acrescentar sistematicamente sempre a mesma quantidade nas medidas de massa, este efeito sistemático pode ser quantificado e corrigido. Supõe-se que, após a correção, a expectativa ou o valor esperado do erro decorrente de um efeito sistemático seja zero (JCGM 100:2008). Embora o erro sistemático não possa ser eliminado, pode ser reduzido (Neto, 2012; JCGM 100:2008; SENAI, 2016).

O erro sistemático é igual à diferença entre o erro de medição e o erro aleatório (IPQ, 2012; Guedes, 2011). A estimativa de um erro sistemático pode ser denominada por erro de justeza e é estimada com recurso ao valor médio do erro de indicação de um número apropriado de medições repetidas (Neto, 2012; IPQ, 2012; Albertazzi & Sousa, 2008; Campilho, 2000). Uma única medição não é suficiente para ter certeza do comportamento metrológico de um instrumento de medição, por isso, o número adequado de repetições vai depender da realidade de cada processo ou do nível de exactidão requerido (Neto, 2012). A estimativa do erro sistemático é calculada por (Neto, 2012; Albertazzi & Sousa, 2008; Guedes, 2011):

$$E_j = E_s = \bar{x} - x_v \quad (3)$$

*Sendo:*

$E_j$  = Erro de justeza

$E_s$  = Erro sistemático

$\bar{x}$  = Média de  $n$  medições

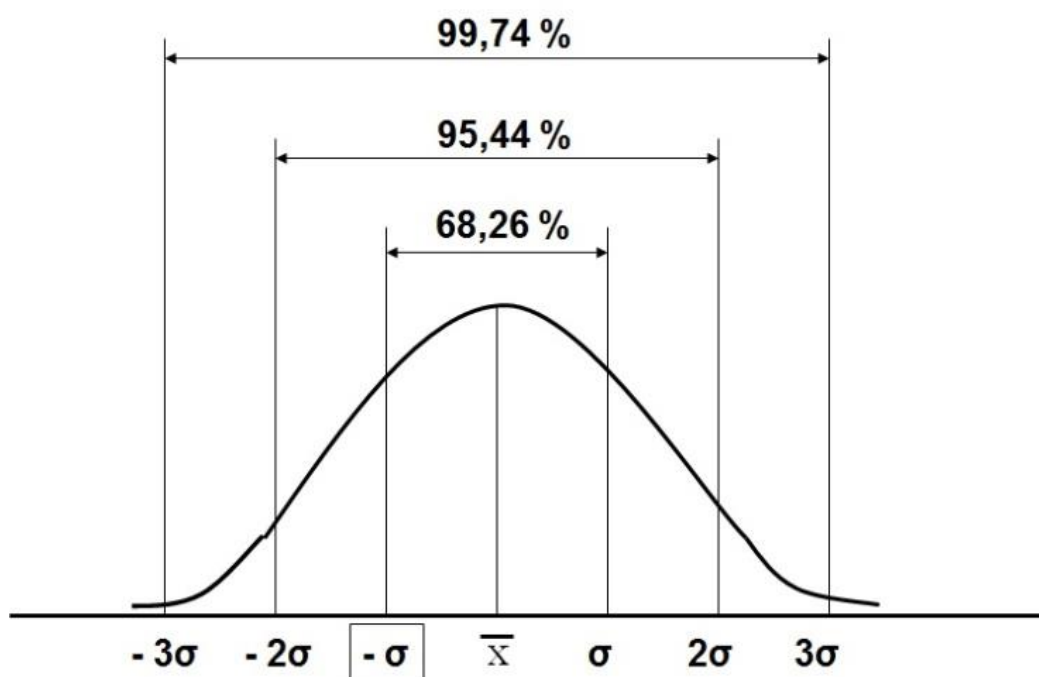
### **2.6.2. Erro Aleatório**

O erro aleatório corresponde a uma componente do erro de medição que, em medições repetidas, varia de maneira imprevisível (IPQ, 2012; Neto, 2012; Guedes, 2011). Nem sempre é possível identificar as fontes dos erros aleatórios, uma vez que aparecem devido a causas meramente irregulares e probabilísticas (Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho, 2000).

Este tipo de erro não pode ser corrigido no resultado da medição. Contudo, pode ser minimizado com o aumento do número de medições que compõem o

resultado e sua análise estatística, de modo a possibilitar uma aproximação do valor mais provável da grandeza medida (SENAI, 2016; Neto, 2012; Guedes, 2011). O erro aleatório é estimado através da dispersão dos resultados relativamente à média, tendo como principal indicador o desvio-padrão (Campilho, 2000; Guedes, 2011).

O comportamento aleatório do erro de medição pode ser representado por uma Distribuição Normal ou de Gauss. Quanto maior for o número de resultados de uma medição, mais o comportamento se aproxima de uma Distribuição Normal. A forma da Distribuição Normal é apresentada na Figura 8, na qual a área limitada pela curva representa todos os resultados que fazem parte do conjunto e verifica-se que os valores ficam distribuídos simetricamente em torno de um valor central, que é o valor médio. Este conjunto de valores representa o intervalo dentro do qual o erro aleatório de um sistema e medição é esperado, com uma certa probabilidade ou nível de confiança, conforme representado no Quadro 3 (Albertazzi & Sousa, 2008; Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho, 2000).



**Figura 8. Distribuição Normal**  
 $\bar{x}$ =média de  $n$  medições;  $\sigma$ = desvio-padrão; %=percentagem  
(Oliveira, s/d).

**Quadro 3. Distribuição Normal  
(Adaptado de Guedes, 2011)**

<b>Intervalo de incerteza</b>	<b>Grau de confiança do intervalo (%)</b>	<b>Resultados dentro do intervalo</b>
$\bar{x} \pm \sigma$	68.26	2 em cada 3
$\bar{x} \pm 2\sigma$	95.44	19 em cada 20
$\bar{x} \pm 3\sigma$	99.74	399 em cada 400
$\bar{x} \pm 4\sigma$	99.994	15999 em cada 16000

É muito comum adotar a probabilidade de, aproximadamente, 95%, cujo valor indica que há uma probabilidade de 95% do erro aleatório estar contido dentro dos limites dados por (Albertazzi & Sousa, 2008; Guedes, 2011):

$$\bar{x} \pm 2\sigma \quad (4)$$

A função de probabilidade de uma Distribuição Normal tem a seguinte expressão analítica, que permite determinar as coordenadas da representação gráfica de determinado ponto representativo de uma medida, conhecendo-se o desvio-padrão e a média do conjunto de valores (Campilho, 2000; Guedes, 2011).

$$P(x) = \frac{1}{\sigma \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(x-\bar{x})^2}{2\sigma^2}} \quad (5)$$

### **2.6.3. Erro Grosseiro**

Para além dos erros referidos, existe ainda um terceiro grupo, o dos erros grosseiros, que resultam, principalmente, de utilização negligente e falta de formação do operador, pouco experiência, falta de atenção ou, até mesmo, incompetência (Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho, 2000; Alves, 2003).

A deteção de um erro grosseiro pode ser fácil, se o valor aproximado da medida for conhecido. No entanto, nem sempre é assim tão evidente, devendo ser evitado e minimizado com recurso a várias medidas (Neto, 2012; Guedes, 2011; Campilho, 2000; Alves, 2003):

- Qualificação ou requalificação dos operadores;
- Elaboração de metodologias e de procedimentos eficientes;

- Redução do tempo de intervenção em procedimentos que possam contribuir para o aumento do cansaço;
- Maior concentração nos procedimentos;
- Melhoria das condições para a execução do trabalho.

#### 2.6.4. Exatidão e Precisão

A caracterização do rigor de uma dada medição é determinada, principalmente, pela sua exatidão e precisão. Estes conceitos são muito importantes e, muitas vezes, confundidos, conduzindo a interpretações erradas (Oliveira & Costa-Félix, 2017; Guedes, 2011).

A exatidão é definida como o grau de concordância entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma grandeza (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017; Guedes, 2011; Neto, 2012). Quanto menor for o erro absoluto maior será a exatidão da medida (Guedes, 2011; Neto, 2012). Este é um conceito qualitativo, pois não é uma grandeza e não lhe pode ser atribuído um valor numérico (Alves, 2003; Neto, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017).

A precisão de medição ou, também designada, fidelidade de medição corresponde ao grau de concordância entre indicações ou valores medidos obtidos por medições repetidas. A precisão é, geralmente, expressa numericamente por medidas de dispersão estatística, como o desvio-padrão, variância ou coeficiente de variação, sob condições especificadas de repetição, que podem ser de repetibilidade, precisão intermediária ou de reprodutibilidade (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017; Neto, 2012).

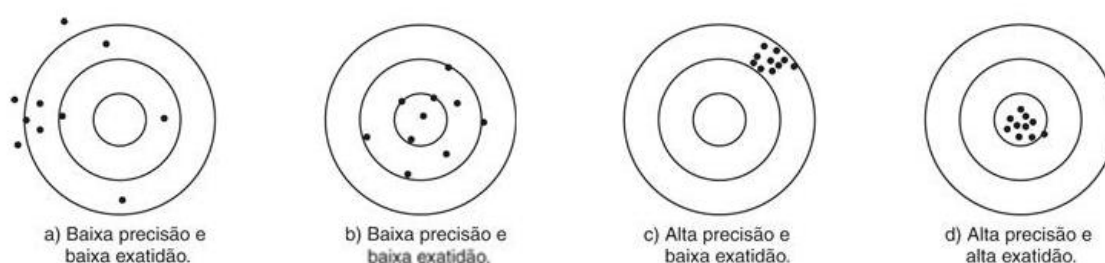
A condição de **repetibilidade** de medição consiste em realizar um conjunto de medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares envolvendo o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições de operação e o mesmo local, durante um curto período de tempo, ou seja, é a capacidade de repetir os mesmos resultados, sob as mesmas condições (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017; Guedes, 2011).

A condição de **precisão intermediária** inclui medições repetidas que são realizadas ao mesmo objeto ou em objetos semelhantes, adotando o mesmo procedimento de medição e o mesmo local, ao longo dum período extenso de tempo, mas que pode incluir algumas alterações, tais como novas calibrações,

padrões, operadores e sistemas de medição, que devem ser mencionadas (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017).

A condição de **reprodutibilidade** de medição é conseguida quando as medições são executadas em diferentes locais, por diferentes operadores, com diferentes sistemas de medição, mas repetidamente no mesmo objeto ou em objetos similares. Sempre que possível, é conveniente que sejam especificadas as condições que foram alteradas (IPQ, 2012; Oliveira & Costa-Félix, 2017; Guedes, 2011).

A Figura 9 ilustra a diferença entre os conceitos de exatidão e precisão.



**Figura 9. Representação da precisão e exactidão em medidas experimentais.**  
(Adaptado de Neto, 2012)

### 2.6.5. Origem dos erros de medição

Nenhuma medição é feita com exatidão total. Torna-se necessário o estudo dos erros de medição, para se tentar encontrar meios para os reduzir, bem como para avaliar até que ponto podem influenciar o resultado da medição. As origens dos erros podem advir de diversos fatores, tais como (Guedes, 2011; Alves, 2003):

- **Instrumento de Medição:** é necessário escolher um instrumento adequado e com as condições requeridas, contudo o seu desgaste e desafinação, que são normais devido ao uso, torna-os numa fonte de erro;
- **Operador:** Procedimentos inadequados, falta de sensibilidade ou falta de formação podem estar na origem de erros cometidos, podendo ser minimizados através da experiência e de alguns cuidados;
- **Condições Ambientais:** as condições do local onde se efetua a medição têm muita influência no resultado final, como por exemplo, a temperatura, humidade, iluminação, interferências eletromagnéticas, radiações solares, entre outras;

- **Método de Medição:** se o método de medição utilizado para determinar o valor da grandeza não for o correto ou se o procedimento não for cumprido dará origem a erros;
- **Padrão:** se o padrão que serviu para a calibração do instrumento ou como parte integrante do instrumento possuir algum desvio, por consequência, os resultados serão influenciados.

## 2.7. INCERTEZA DAS MEDIÇÕES

A verificação da conformidade e a credibilidade dos resultados analíticos desempenha um papel central na avaliação da qualidade e nos padrões de qualidade. Como garantia de que os requisitos são respeitados e aplicados com o rigor exigido é avaliada a incerteza de medição, que permite caracterizar e quantificar a qualidade do resultado de uma medição e, assim, julgar a competência para o seu propósito (JCGM 100:2008; JCGM 104:2009; IPAC, 2015; Guedes, 2011).

É necessário que haja procedimentos implementados, facilmente compreendidos e geralmente aceitos, para caracterizar a qualidade do resultado de uma medição, isto é, para avaliar e expressar a sua incerteza. A expressão de um resultado de medição só está completa quando contém o valor atribuído à grandeza e a incerteza de medição associada a esse valor (JCGM 100:2008; JCGM 104:2009).

A incerteza de medição é um parâmetro não negativo, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que poderiam razoavelmente ser atribuídos à mensuranda, com determinada probabilidade (IPQ, 2012; JCGM 100:2008; Guedes, 2011; SENAI, 2016). O parâmetro pode ser, por exemplo, um desvio-padrão, denominado incerteza-padrão, ou a metade da amplitude de um intervalo com um nível de confiança declarado. A incerteza de medição compreende, em geral, muitos componentes. Alguns desses componentes podem ser estimados por uma avaliação de Tipo A da incerteza de medição, a partir da distribuição estatística dos resultados de séries de medições e podem ser caracterizados por desvios-padrão. Os outros componentes, estimados por uma avaliação de Tipo B da incerteza de medição, também podem ser caracterizados por desvios-padrão, são avaliados a partir de distribuições de probabilidade assumidas com base em experiências ou outras informações (IPQ, 2012; JCGM 100:2008;

Guedes, 2011). O objetivo da classificação Tipo A e Tipo B é indicar as duas maneiras diferentes de avaliar componentes de incerteza. A classificação não pretende indicar que há uma diferença na natureza dos componentes resultantes dos dois tipos de avaliação, ambos são baseados em distribuições de probabilidade e os componentes de incerteza resultantes de qualquer tipo são quantificados por variações ou desvios-padrão (JCGM 100:2008).

Atualmente, está em vigor um guia publicado pelo JCGM - *JCGM 100:2008. Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement*, amplamente conhecido por GUM, que fornece uma completa orientação e estabelece regras gerais para a avaliação e expressão da incerteza da medição. Existem também uma série de documentos e suplementos para acompanhar o GUM: *JCGM 101:2008*, *JCGM 102:2011*, *JCGM 104:2009* e *JCGM 106:2012*.

Em anexo (Anexo A) é demonstrada a metodologia de cálculo de incertezas.

# 3

## RECURSOS DE MONITORIZAÇÃO E MEDIÇÃO NA ALS CONTROLVET

---

Os laboratórios da ALS Controlvet desenvolvem toda a sua atividade de ensaio no seguimento das solicitações dos clientes de forma a dar cumprimento não só aos requisitos da norma *NP EN ISO/IEC 17025 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração*, mas também aos requisitos regulamentares aplicáveis.

A ALS Controlvet possui um laboratório constituído pelas seguintes Unidades Técnicas:

- Unidade de Microbiologia
- Unidade de Diagnóstico
- Unidade de Testes Imunológicos
- Unidade de Biologia Molecular
- Unidade de Cromatografia
- Unidade de Absorção Atómica
- Unidade de Análises Físicas
- Unidade de Química Clássica
- Unidade Produção Autovacinas
- Unidade Laboratório Madeira

O laboratório efetua ainda a colheita de amostras sempre que acordado com o cliente.

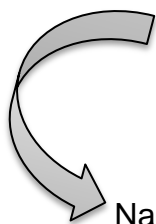
O organismo de acreditação português, IPAC, reconhece a competência da ALS Controlvet como um laboratório de ensaio, segundo a Norma *NP EN ISO/IEC 17025*. De acordo com esta norma, os equipamentos e a rastreabilidade das medições são alguns dos fatores que determinam a exatidão e fiabilidade dos ensaios realizados por um laboratório, fazendo parte dos requisitos técnicos mencionados na norma. Desta forma, a ALS Controlvet tem implementadas

ações de modo a cumprir com os requisitos da norma e, conseqüentemente, com o objetivo de minimizar a influência destes fatores no resultado final.

### **3.1. REQUISITOS DOS RECURSOS DE MONITORIZAÇÃO E MEDIÇÃO DE ACORDO COM A NP EN ISO/IEC 17025**

*“O laboratório deve dispor de todo o equipamento para amostragem, medição e ensaio necessários à correta execução dos ensaios.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.1)*



Na ALS Controlvet cada secção/unidade técnica possui os seus próprios Recursos de Monitorização e Medição (RMM) necessários à correta realização dos processos de amostragem, medição e realização de ensaios.

*“O equipamento e o seu software utilizados para ensaio, calibração e amostragem devem poder atingir a exatidão requerida e cumprir com as especificações relevantes para os ensaios e/ou calibrações em questão. Devem ser estabelecidos programas de calibração para as principais grandezas ou valores dos instrumentos, sempre que estas propriedades tenham um impacto significativo sobre os resultados. Antes de ser posto ao serviço, o equipamento deve ser calibrado ou verificado, de modo a demonstrar que cumpre os requisitos específicos do laboratório e as especificações normativas relevantes.”*

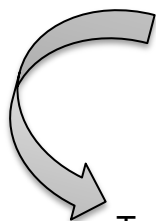
*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.2)*



Qualquer RMM que possui impacto significativo sobre os resultados dos ensaios é calibrado e/ou verificado antes de ser colocado em serviço. Os pontos de calibração e o EMA são definidos, quando aplicável, consoante especificações normativas relevantes ou dependendo dos requisitos específicos definidos pelo laboratório. Só após a calibração e análise da conformidade do RMM é que este é colocado ao serviço.

*“O equipamento deve ser utilizado por pessoal autorizado. O pessoal apropriado do laboratório deve ter à sua disposição instruções atualizadas sobre a utilização e a manutenção do equipamento.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.3)*

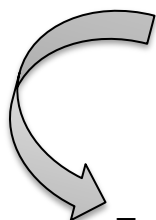


Todo o colaborador recebe formação no posto de trabalho para a realização de cada ensaio e, conseqüentemente, para a utilização dos RMM envolvidos. Quando o equipamento exige manutenção feita internamente, existe pessoal especializado dedicado para o efeito com acesso a procedimentos atualizados no *software* “ClickTurbo” para a sua execução. Sempre que necessário, os manuais de equipamentos estão guardados e acessíveis a qualquer colaborador que necessite da sua consulta.

Em determinadas situações, é necessária formação externa, dada pelo próprio fabricante ou similar, ao responsável da área e/ou aos colaboradores envolvidos.

*“Cada item do equipamento e respectivo software utilizado em ensaios e calibrações, com influência no resultado, deve ser identificado inequivocamente, sempre que praticável.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.4)*



Todos os RMM dos laboratórios da ALS Controlvet se encontram identificados com um código interno, associado a uma ficha de equipamento Mod. 213 (ANEXO B). Este código interno permite a sua rastreabilidade quer nos ensaios, como nas calibrações, verificações e manutenções. A identificação consiste num código alfanumérico do seguinte tipo:

**XX:YY**

Sendo:

XX – Sigla do tipo de equipamento, conforme tabela de siglas de equipamentos Mod. 244, disponível no ANEXO C

YY – N<sup>o</sup> sequencial

O código interno é inscrito numa etiqueta Mod. 224, cuja cor de impressão é identificativa da necessidade ou não do equipamento requerer controlo metrológico, de acordo com as Figuras 10 e 11.

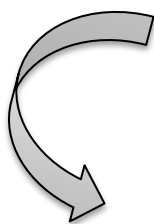


**Figura 10. Etiqueta identificativa de um RMM sujeito a controlo metrológico**



**Figura 11. Etiqueta identificativa de um RMM que não requer controlo metrológico**

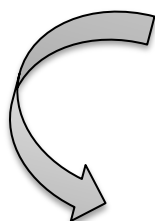
*“Devem ser mantidos registos relativos a cada item do equipamento e respectivo software que sejam relevantes para os ensaios e/ou calibrações realizados. Estes registos devem incluir, pelo menos, os seguintes pontos: a identificação do item do equipamento e do seu software; o nome do fabricante, a identificação do modelo e o número de série ou outra identificação inequívoca; as verificações de que o equipamento cumpre as especificações; a localização habitual, quando apropriado; as instruções do fabricante, caso estejam disponíveis, ou a indicação da sua localização; as datas, os resultados e as cópias dos relatórios e certificados de todas as calibrações, ajustes, critérios de aceitação e data prevista da próxima calibração; o plano de manutenção, se apropriado, e as manutenções efetuadas até à data; quaisquer danos, avarias, modificações ou reparações no equipamento.”*



*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.5)*

A ALS Controlvet tem implementados procedimentos que incluem, tal como já foi referido no ponto anterior, a identificação inequívoca de cada RMM, associada a uma ficha de equipamento Mod. 213 (ANEXO B), na qual consta a sua identificação, as principais características técnicas e respetivo *software* quando aplicável. Este documento inclui também a sua localização habitual, gama de medição e os respetivos critérios de aceitação. Neste documento são registados os resultados das calibrações, assim como datas e ajustes. Associada a esta ficha existe uma ficha de manutenção Mod. 214 (ANEXO D), que inclui a manutenção planeada e o registo das manutenções efetuadas, assim como avarias, reparações

ou outros danos. Associados a estes documentos encontram-se os respetivos manuais do equipamento.

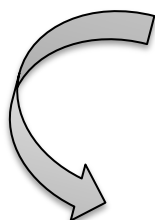


*“O laboratório deve ter procedimentos para efectuar em segurança o manuseamento, transporte, armazenamento, utilização e manutenção previstas do equipamento de medição, para garantir um funcionamento adequado e evitar qualquer contaminação ou deterioração.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.6)*

Sempre que aplicável existem procedimentos escritos acerca das condições de funcionamento dos equipamentos, como por exemplo, temperaturas ambiente adequadas à sua correta atividade. Em determinadas situações, mais específicas, também existem procedimentos que especificam a metodologia para a utilização e manutenção interna dos equipamentos.

Para além disto, existem manutenções preventivas previstas com os fabricantes para evitar desgaste de peças, deteriorações e avarias, garantindo, assim, o bom funcionamento dos RMM.



*“O equipamento que tenha sofrido sobrecarga ou manuseamento indevido, que dê resultados suspeitos, ou que se tenha revelado defeituoso ou fora dos limites especificados, deve ser colocado fora de serviço. Deve então ser isolado, ou claramente etiquetado ou marcado como estando fora de serviço, para impedir a sua utilização, até ser reparado e demonstrado por calibração ou ensaio que está a funcionar correctamente. O laboratório deve examinar os efeitos da deficiência, ou do desvio relativamente aos limites especificados, sobre anteriores ensaios e/ou calibrações, e desencadear o procedimento "Controlo de trabalho não conforme.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.7)*

Qualquer RMM que avarie ou não cumpra o controlo da qualidade definido, não se encontra operacional, sendo colocado fora de serviço, através de uma etiqueta Mod. 217, conforme Figura 12. Esta etiqueta é colocada de forma visível no RMM e a ficha de manutenção e de equipamento são atualizadas com o seu novo

estado de operacionalidade. Se for realizada a sua reparação, o equipamento pode voltar a entrar ao serviço, após avaliação de que cumpre com os limites especificados, por exemplo, através de nova calibração.

Sempre que um equipamento fica fora de serviço por não cumprir os requisitos de verificação e o controlo da qualidade do método é necessário desencadear o processo de “Controlo de trabalho não conforme” para avaliar as causas, definir correções, ações corretivas e avaliar se houve impacto nos resultados emitidos.



Figura 12. Etiqueta identificativa de um RMM Fora de serviço


*“Sempre que praticável, todo o equipamento sob controlo do laboratório que necessite de calibração deve ser etiquetado, codificado ou identificado por qualquer outro modo, para indicar o estado de calibração, incluindo a data da última calibração e a data da próxima calibração ou os critérios que a estabeleçam.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.8)*

Todos os RMM sujeitos a calibração possuem uma etiqueta Mod. 216 de controlo metrológico, análoga à da Figura 13, com o objetivo de identificar o equipamento de acordo com o seu estado de calibração e a data do próximo controlo. Desta forma, qualquer colaborador que necessite de utilizar o RMM sabe se este ainda está em vigor.

CONTROLVET SEGURANÇA ALIMENTAR
CONTROLO METROLÓGICO
Controlo efect.: ___/___/___
Próx. controlo: ___/___/___
Ass.: _____
MOD. 216 / 2

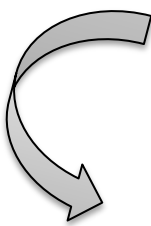
**Figura 13. Etiqueta de Controlo Metrológico**



*“Quando por qualquer motivo o equipamento saia do controlo directo do laboratório, este deve garantir que os seus estados de funcionamento e calibração sejam verificados e demonstrados como satisfatórios antes de o equipamento voltar a ser posto ao serviço.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.9)*

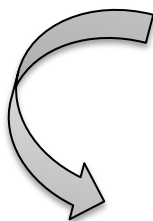
Embora sendo uma situação pouco frequente, pode acontecer quando um equipamento sai do laboratório para reparação. Sempre que for necessário voltar a entrar ao serviço, é indispensável a avaliação das condições de transporte e condições de receção, assim como a avaliação prévia de que cumpre com os critérios definidos.



*“Quando for necessário proceder a verificações intermédias para manter a confiança no estado de calibração do equipamento, estas devem ser realizadas segundo um procedimento definido.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.10)*

Entre calibrações, todos os RMM estão sujeitos a verificações intermédias internas pelo menos uma vez, para assegurar o estado de calibração do RMM. Existe uma Instrução Geral Laboratorial (IGL), nomeadamente a IGL.02 – Controlo de equipamentos, que define ou remete para as devidas Instruções Operativas Laboratoriais (IOL), nas quais, dependendo da área, são definidos os procedimentos, responsáveis e condições das verificações.

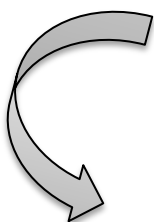


*“Quando as calibrações derem origem a um conjunto de factores de correcção, o laboratório deve ter procedimentos que garantam que as cópias (em software por exemplo) sejam correctamente actualizadas.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.11)*

Sempre que existam correções resultantes da calibração, são introduzidas na ficha de equipamento, nos documentos associados a esse equipamento, nomeadamente, registos de verificação e é colocada uma etiqueta informativa da correção num local visível do próprio equipamento.

O laboratório tem definido, através da ficha de equipamento, a necessidade de registo das atualizações de *software*. Quando ocorrem estes ajustes e novas versões do *software* é necessário abrir trabalho não conforme e avaliar o impacto que possa ter tido nos resultados.



*“O equipamento de ensaio e calibração, incluindo hardware e software, deve ser protegido contra ajustes que possam invalidar os resultados de ensaio e/ou calibração.”*

*NP EN ISO/IEC 17025 (ponto 5.5.12)*

A ficha do equipamento inclui, sempre que aplicável, a referência da versão do *software*. Os acessos limitados por *passwords* impedem que sejam feitas alterações que invalidem os resultados.

De forma a garantir uma segurança sobre os dados informáticos relevantes para o funcionamento do Grupo ALS Controlvet, os colaboradores acedem à informação através de *login* e *password*. Existe também um sistema de *backups*, que efetua cópias de segurança da informação relevante. Este sistema consiste num servidor que tem instalado um *software* de *backups*, onde estão configuradas as periodicidades e localizações dos ficheiros a copiar. As cópias são feitas automaticamente por esse *software*, mediante essas configurações. As cópias são guardadas em *tapes*, as quais são guardadas num cofre antifogo, existente na sala de sistemas.

Relativamente aos equipamentos e aplicações instaladas em posto, os mesmos são ligados em rede e as pastas que contêm os ficheiros de histórico são incluídas nos *backups* diários do sistema de *backup* referido anteriormente.

O Responsável de Unidade (RU) e/ou o Responsável de Inovação, Desenvolvimento e Investigação (RIDI) efetua a validação das fórmulas de cálculo introduzidas na aplicação informática e nas folhas de cálculo de forma a garantir o cálculo esperado. Todas as fórmulas criadas são testadas a partir de dados reais efetuando os cálculos manualmente e comparando com os resultados obtidos a partir do cálculo efetuado pelo *software*. Só após devidamente testadas, se passam a utilizar as fórmulas de cálculo inseridas no *software* para devolver o resultado final do cálculo a partir dos dados obtidos e registados nas tarefas dos ensaios.

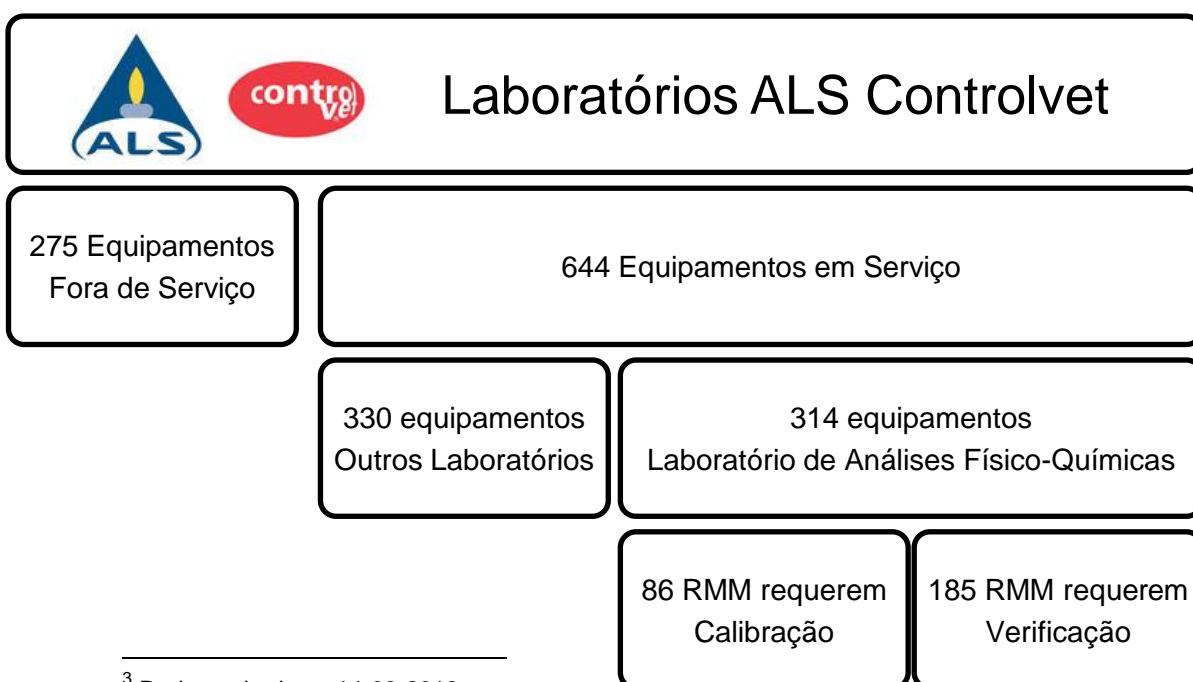
De forma a garantir uma adequada transcrição de dados, efetua-se, sempre que possível, a importação automática dos dados para a aplicação informática LAB. Aquando do desenvolvimento da importação automática, é efetuada previamente uma validação de forma a garantir que os dados estão a ser adequadamente transferidos. São arquivadas as validações de dados na respetiva pasta da unidade “Qualidade Laboratório”. Os Responsáveis de Unidade garantem que seja efetuada a verificação dos dados, no mínimo semestralmente, para os dados que são importados de forma automática e, no mínimo trimestralmente, para os dados que são transcritos manualmente. Efetua-se o registo das verificações efetuadas e são arquivadas as verificações nas respetivas pastas da unidade em “Qualidade Laboratório.”

## AÇÕES DE REVISÃO E MELHORIA

Os laboratórios da ALS Controlvet possuem um total de 644 equipamentos que se encontram em serviço, dos quais cerca de 49% estão concentrados no laboratório de análises físico-químicas de Tondela. Devido à quantidade e variedade de equipamentos existentes, torna-se necessário rever, melhorar e otimizar os procedimentos que envolvem toda a sua gestão. Este trabalho tem como objetivo melhorar esses procedimentos, contudo, devido à dimensão da empresa e dos seus laboratórios, o projecto previu que a análise dos procedimentos e sua implementação se iniciasse no laboratório de análises físico-químicas, para posteriormente ser ampliado a todas as áreas.

O Quadro 4 ilustra a distribuição do número total de equipamentos dos laboratórios da ALS Controlvet, até ao número de RMM que requerem controlo metrológico no laboratório de análises físico-químicas.

**Quadro 4. Número total de equipamentos dos laboratórios da ALS Controlvet <sup>3</sup>**  
(Fonte: Mod. 215 – Plano Geral de Calibração)



<sup>3</sup> Dados retirados a 14-03-2018

O laboratório de análises físico-químicas de Tondela inclui as seguintes unidades técnicas:

- Unidade de Cromatografia;
- Unidade de Absorção Atómica;
- Unidade de Análises Físicas;
- Unidade de Química Clássica.

Para obedecer aos objetivos inicialmente propostos optou-se por, inicialmente, rever documentação, instruções laboratoriais, normas e guias associados aos RMM de forma a atualizar e complementar os procedimentos já existentes. Após o processo de revisão é possível evidenciar os pontos fracos ao nível da gestão dos equipamentos, dos procedimentos de calibração e verificação, de forma a melhorá-los e atualizá-los numa perspetiva de melhoria contínua, aumento de rigor e produtividade. Os princípios da metodologia descrita encontram-se esquematizados na Figura 14.

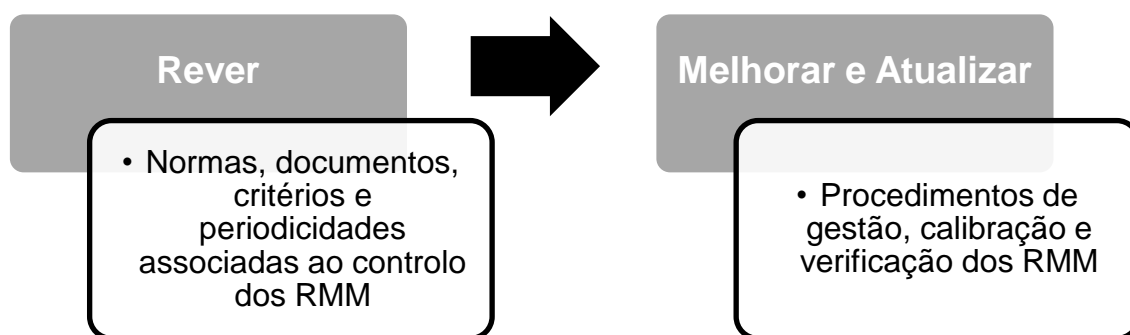


Figura 14. Metodologia para executar os objetivos

#### 4.1. REVISÃO E ATUALIZAÇÃO DE DOCUMENTOS

A ALS Controlvet possui documentos que asseguram quais os procedimentos a realizar no controlo dos RMM. A IGL.02 é um Instrução Geral Laboratorial, que é transversal a todas as áreas e estabelece para todos os equipamentos o sistema de identificação, assim como o plano de manutenção e registos associados. Este procedimento visa definir e assegurar que todos os equipamentos que possam influenciar os resultados de ensaio, são controlados de forma a que a exatidão dos dados obtidos seja conhecida e adequada ao ensaio a efetuar.

Para além deste procedimento transversal, existem diversas IOL, que são Instruções Operativas Laboratoriais, específicas de cada área, na qual são definidos

os procedimentos e condições das verificações e/ou calibrações para cada tipo de RMM. Contudo, por vezes, as IOL não são suficientemente claras e carecem de informação relativamente aos critérios e periodicidades dos controlos. Por este motivo, o primeiro passo será avaliar e estudar cada um dos RMM, para se poderem definir critérios e periodicidades para cada um, de modo a cumprir os requisitos.

#### 4.1.1. Recursos de Monitorização e Medição

##### 4.1.1.1. RMM de Controlo de Volume

Os procedimentos dos RMM para uso volumétrico encontram-se descritos na IOL 107 – Verificação interna do material e equipamentos para uso volumétrico.

Esta IOL refere apenas as instruções de verificação destes RMM, não referindo requisitos metrológicos, nem periodicidades de calibração. A IOL 107 necessita de ser revista e reformulada.

As condições ambientais recomendadas para efetuar verificações e/ou calibrações de RMM de controlo de volume estão descritas no Quadro 5.

**Quadro 5. Condições ambientais recomendadas para calibrações e/ou verificações de RMM de controlo de volume (Adaptado de RELACRE, 2009)**

<b>Condições Ambientais</b>	<b>RMM sem êmbolo</b>	<b>RMM com êmbolo</b>
<b>Humidade</b>	40 a 60 % Para instrumentos de volume inferior a 10 mL deve ser superior a 50 %	Superior a 50 %
<b>Temperatura</b>	17 a 23°C	15 a 30 °C (recomenda-se entre 17 e 23 °C)
<b>Pressão</b>	920 hPa a 1080 hPa	----
<b>Temperatura da água</b>	Temperatura ambiente (Não deve variar mais de 0.5°C durante o ensaio)	

A periodicidade de controlo destes RMM depende, sobretudo, das suas características, do tipo, da frequência de uso e do histórico de calibrações anteriores (RELACRE, 2009; EN ISO 8655-2:2002; ILAC-G24:2007 / OIML D 10:2007 (E)).

A natureza das substâncias utilizadas pode afetar negativamente as características metrológicas dos RMM de controlo volumétrico. Se os RMM forem

sujeitos a temperaturas elevadas, torna-se importante que o aquecimento e arrefecimento sejam graduais, devendo-se encurtar os intervalos entre calibrações (RELACRE, 2009).

Para RMM com êmbolo são recomendados, inicialmente, intervalos de calibração anuais, a serem ajustados consoante a agressividade dos reagentes envolvidos, dependendo do seu uso e do histórico. Entre calibrações estes RMM devem ser sujeitos a verificações intermédias, para avaliar o estado da calibração (RELACRE, 2009; IPAC, 2011).

Para RMM sem êmbolo, recomenda-se que o prazo de calibração inicial não ultrapasse 3 a 5 anos (RELACRE, 2009; IPAC, 2011).

O Guia para a determinação de intervalos de calibração de instrumentos de medição desenvolvido pelo ILAC e pelo OIML (ILAC-G24:2007 / OIML D 10:2007 (E) – *Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments*, recomenda que os intervalos de calibração não se mantenham fixos e sem revisão, pois não são considerados suficientemente fiáveis. Uma das metodologias aconselhadas consiste em alargar o intervalo de calibração quando os resultados se encontram dentro de 80% do EMA ou em reduzir se for encontrado fora do EMA. É de salientar que não é prudente levar um intervalo para extremos usando esta metodologia.

#### ▪ Micropipetas

A Norma EN ISO 8655-2:2002 – *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipette (Incorporating Corrigendum December 2008)* é uma norma de referência para pipetas de pistão, que especifica requisitos metrológicos, erros máximos admissíveis e outras informações.

No laboratório de análises físico-químicas, as micropipetas utilizadas são de pistão de canal único de deslocamento de ar (tipo A), ou seja, tem um corpo de ar contido entre o pistão e a superfície do líquido, como o exemplo da Figura 15. São também de volume variável, ou seja, distribuem os volumes selecionados pelo analista dentro do seu intervalo de volume útil especificado. As pontas usadas são feitas de plástico, são fixadas à pipeta de pistão e

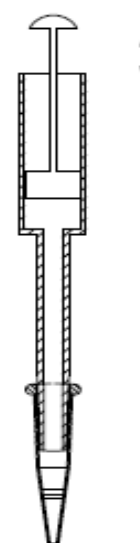


Figura 15. Pipeta de pistão de canal único, de deslocamento de ar (Fonte: EN ISO 8655-2:2002)

são de uso único, ou seja, não são reutilizáveis. Com o pistão no limite de aspiração inferior, a ponta é mergulhada no líquido a ser dispensado, e move-se o pistão para o limite de aspiração superior, para sugar o líquido. O volume de líquido a ser dispensado é então expulso, pressionando ou deslizando o pistão entre os limites que definem o volume. Algumas pipetas de pistão de deslocamento de ar têm um volume de ar extra que pode ser usado para expulsar a última gota de líquido (EN ISO 8655-2:2002).

Para as pipetas de pistão de deslocamento de ar (tipo A) aplicam-se os erros máximos admissíveis (EMA) do Quadro 7. O EMA é aplicável a cada volume dentro da faixa de volume útil da pipeta do pistão, isto é, numa pipeta com uma gama de medição entre 10 µL e 100 µL o EMA sistemático é 0,8 µL e o EMA aleatório é 0,3 µL para qualquer volume medido. Para pipetas de pistão com volumes intermédios entre os dados do Quadro 6, são aplicáveis os EMA para o maior volume mais próximo, ou seja, numa pipeta de volume de 25 µL o EMA sistemático é 0,5 µL e o EMA aleatório é 0,2 µL.

**Quadro 6. Erros Máximos Admissíveis para pipetas do Tipo A**  
(Fonte: EN ISO 8655-2:2002)

Volume Nominal (µL)	EMA Sistemático		EMA Aleatório	
	(%)	(µL)	(%)	(µL)
<b>1</b>	5,0	0,05	5,0	0,05
<b>2</b>	4,0	0,08	2,0	0,04
<b>5</b>	2,5	0,125	1,5	0,075
<b>10</b>	1,2	0,12	0,8	0,08
<b>20</b>	1,0	0,2	0,5	0,1
<b>50</b>	1,0	0,5	0,4	0,2
<b>100</b>	0,8	0,8	0,3	0,3
<b>200</b>	0,8	1,6	0,3	0,6
<b>500</b>	0,8	4,0	0,3	1,5
<b>1000</b>	0,8	8,0	0,3	3,0
<b>2000</b>	0,8	16	0,3	6,0
<b>5000</b>	0,8	40	0,3	15,0
<b>10000</b>	0,6	60	0,3	30,0

As micropipetas de volume variável devem ser testadas, pelo menos, em três volumes diferentes (EN ISO 8655-6:2002):

- O volume nominal (máximo da gama de medição);

- Aproximadamente, 50% do volume nominal;
- Limite inferior da faixa de volume útil ou do volume nominal.

A medição de outros volumes é opcional (EN ISO 8655-6:2002).

A periodicidade do controlo das micropipetas deve ser definida tendo em conta (EN ISO 8655-2:2002):

- Requisitos de precisão;
- Frequência de uso;
- Número de operadores que utilizam a micropipeta;
- Natureza do líquido dispensado (corrosivo, solventes);
- Recomendações feitas pelo fornecedor;
- Experiência de calibrações anteriores.

Com base nas recomendações, a periodicidade de calibração das micropipetas deve ser anual. No mínimo, após 3 calibrações, se o comportamento se apresentar conforme, constante e sem tendências, pode-se alargar a periodicidade para bienal. Contrariamente, se forem apresentados desvios, defeitos ou outras suspeitas, devem-se encurtar os períodos de calibração. A calibração é feita por uma entidade externa competente<sup>4</sup> (RELACRE, 2009; EN ISO 8655-2:2002; IPAC, 2011; ILAC-G24:2007).

Relativamente às verificações, devem ser feitas semestralmente, com o objetivo de avaliar se o estado da micropipeta continua a cumprir os requisitos especificados. O procedimento de verificação das micropipetas segue uma metodologia similar à de uma calibração (EN ISO 8655-2:2002; ILAC-G24:2007)..

#### ▪ **Buretas**

A Norma ISO 385:2005 – *Laboratory glassware — Burettes* fornece requisitos metrológicos e de composição para uma série de buretas internacionalmente aceites, adequadas para fins laboratoriais gerais.

As buretas usadas no laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet são, obrigatoriamente, de classe A (subdividida nas classes A e AS), uma vez que são caracterizadas por terem um grau de precisão mais elevado que as

---

<sup>4</sup> Para efeitos de calibração externa consideram-se como “entidades competentes”: Laboratórios acreditados pelo IPAC; Laboratórios acreditados por um dos organismos de acreditação signatários do Acordo Multilateral da EA ou ILAC; LNM ou Institutos Designados (ID) de países cujos organismos de acreditação sejam signatários do Acordo Multilateral da EA ou ILAC; LNM/ID que participem nas comparações-chave do BIPM ou de ORM's ou que sejam membros do respectivo MRA do CIPM.

restantes e não possuem êmbolo (ISO 385:2005). As buretas têm uma influência significativa no resultado do ensaio, por exemplo, nas titulações, a bureta é usada para leitura direta do resultado do ensaio, por isso, considera-se relevante que sejam calibradas (IPAC, 2011).

Os erros no volume dispensado não devem exceder os limites indicados no Quadro 7. Estes limites representam o EMA em qualquer ponto da escala (ISO 385:2005).

**Quadro 7. Capacidades, Subdivisões e EMA para buretas Classes A e AS**  
(Fonte: ISO 385:2005)

<b>Volume Nominal (mL)</b>	<b>Subdivisão (mL)</b>	<b>EMA (Classes A e AS) (mL)</b>
<b>1</b>	0,01	0,006
<b>2</b>	0,01	0,01
<b>5</b>	0,01	0,01
<b>5</b>	0,02	0,01
<b>10</b>	0,02	0,02
<b>10</b>	0,05	0,03
<b>25</b>	0,05	0,03
<b>25</b>	0,10	0,05
<b>50</b>	0,10	0,05
<b>100</b>	0,20	0,10

As buretas fabricadas a partir de tubos de "furo de precisão", que são as usadas no laboratório de análises físico-químicas em estudo, devem ser testadas pelo menos em três pontos da sua escala, nominalmente 20%, 60% e 100% da capacidade total (ISO 385:2005).

Uma vez que as buretas se tratam de material volumétrico sem êmbolo, não automático, é recomendado que o prazo de calibração inicial não ultrapasse 3 a 5 anos (IPAC, 2011). Com base nestas recomendações, considera-se aceitável definir um período de 5 anos para a calibração, após a bureta entrar em uso, com verificações semestrais para garantir a conformidade do estado da calibração.

#### ▪ **Dispensadores**

Os dispensadores ou "*dispensettes*" em serviço no laboratório são acoplados a frascos de reagentes e são dispensadores de um único curso, que fornecem uma única dosagem por cada enchimento. São usados para a dispensação repetitiva

precisa de volumes de líquidos predefinidos. O princípio de funcionamento baseia-se num pistão que ao ser acionado, por exemplo, manualmente, o tubo de aspiração mergulha no reservatório contendo o fluido a ser dispensado, o pistão aspira o fluido movendo-se numa direção e liberta o fluido a ser medido movendo-se na direção oposta (ISO 8655-5:2002).

Os dispensadores não são usados como instrumentos de medição rigorosa, não necessitando de serem sujeitos a calibração. Contudo, uma vez que se trata de material volumétrico com êmbolo é sujeito a uma verificação periódica, neste caso, semestral, para validar o seu estado de funcionamento (IPAC, 2011). Apesar de não serem sujeitos calibração, deve-se garantir, aquando da compra, que o fornecedor emite a declaração de conformidade de acordo com os requisitos da Norma aplicável *ISO 8655-5:2002 – Piston-operated volumetric apparatus – Part 5: Dispensers*, podendo ser consultados no ANEXO E.

Os dispensadores (Figura 16) permitem automatizar os procedimentos, facilitando e melhorando o tempo necessário para executar determinadas tarefas. São utilizados como alternativa a um determinado material volumétrico, como por exemplo, em substituição de uma proveta.

Tratando-se de um equipamento de volume variável deve ser testado, pelo menos, em três volumes diferentes (EN ISO 8655-6:2002):

- O volume nominal (máximo da gama de medição);
- Aproximadamente, 50% do volume nominal;
- Limite inferior da faixa de volume útil ou do volume nominal do dispensador.

Contudo, grande parte dos dispensadores são utilizados num único volume. Nestes casos, considera-se suficiente que só esse volume seja verificado, desde que o equipamento esteja visivelmente identificado que só pode ser usado para essa gama.

Os erros no volume dispensado vão depender do material que se está a substituir, ou seja, se o dispensador está a ser utilizado como alternativa a uma proveta de 100 mL, o EMA não deve exceder a incerteza de uma proveta de 100 mL, que é 0,5 mL. O Quadro 8 apresenta os principais materiais volumétricos e as respetivas incertezas, para que possam ser associadas ao dispensador.



**Figura 16. Dispensador (Fonte: RELACRE, 2009)**

**Quadro 8. Capacidades, Subdivisões e EMA para material volumétrico classes A e AS**  
(Fontes: ISO 4788:2005; ISO 648:2008; ISO 835:2007; ISO 1042:1998)

<b>Material Volumétrico</b>	<b>Volume Nominal (mL)</b>	<b>Subdivisão (mL)</b>	<b>EMA (mL)</b>
<b>Provetas Classe A</b>	5	0,1	0,05
	10	0,2	0,1
	25	0,5	0,25
	50	1	0,5
	100	1	0,5
	250	2	1
	500	5	2,5
	1000	10	5
	2000	20	10
<b>Pipetas graduadas Classes A e AS</b>	0,5	0,01	0,006
	1	0,01	0,007
	1	0,10	0,007
	2	0,02	0,010
	2	0,10	0,010
	5	0,05	0,030
	5	0,10	0,030
	10	0,1	0,05
	20	0,1	0,1
	25	0,1	0,1
	25	0,2	0,1
<b>Pipetas Volumétricas Classes A e AS</b>	0,5	----	0,005
	1	----	0,008
	2	----	0,010
	5	----	0,015
	10	----	0,02
	20	----	0,03
	25	----	0,03
	50	----	0,05
	100	----	0,08
<b>Balões Volumétricos Classe A</b>	5	----	0,025
	10	----	0,025
	20	----	0,04
	25	----	0,04
	50	----	0,06
	100	----	0,1
	200	----	0,15
	250	----	0,15
	500	----	0,25
	1000	----	0,4
	2000	----	0,6

### ▪ **Material de vidro para uso volumétrico**

O laboratório utiliza material de vidro apenas das classe A e/ou AS nas suas medições volumétricas. Com a exceção das buretas, o restante material de vidro para uso volumétrico não carece de calibração, sendo suficiente o certificado de conformidade para garantir os requisitos do material relativamente às normas aplicáveis.

O material volumétrico é marcado com o ano de entrada ao serviço e possui uma validade de 5 anos (IPAC, 2011).

Sempre que utilizado é efetuada uma inspeção visual ao material volumétrico, para avaliar os seguintes aspetos (ISO 4787:2010):

- Verificar se o material não está danificado;
- Verificar se estão visíveis as marcações (menisco, volume, incerteza);
- Verificar se o material se encontra dentro da validade;

Todo o material que não cumpra os critérios de aceitação é colocado fora de serviço.

### ▪ **Procedimento de verificação de RMM de controlo de volume**

O laboratório já possui um procedimento escrito, incluído na IOL 107, para a verificação de RMM de controlo de volume. O procedimento surge de forma a incluir os procedimentos gerais das Normas *EN ISO 8655-6:2002. Piston-operated volumetric apparatus - Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error, ISO 4787:2010 (E) – Laboratory glassware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use e do Guia Relacre nº1 – Calibração de material volumétrico*, num único procedimento, que seja simples e ao mesmo tempo universal para todos os RMM de controlo de volume. O procedimento visa aproximar-se das condições de calibração e inclui as seguintes instruções:

#### **Material**

- Balança analítica calibrada (4 casas decimais);
- Termómetro calibrado;
- Recipiente de pesagem com tampa (para evitar evaporação);
- Água destilada com condutividade eléctrica inferior a 5,0  $\mu\text{s}/\text{cm}$  ou, no caso de alguns *dispensettes*, a verificação é feita com a própria solução.

### **Preparação**

- Consultar as instruções de utilização do material;
- Testar o material quanto à hermeticidade;
- Deixar estabilizar a temperatura da água ou da solução a usar na verificação.

### **Procedimento de medição**

- Tarar um recipiente limpo e seco na balança analítica;
- No caso dos RMM testados com água medir a temperatura da água com termómetro. No caso de *dispensettes* testados com solução preparada pelo laboratório garantir que a solução se encontra à temperatura ambiente.
- Ajustar o RMM ao volume pretendido.
- Pipetar/dispensar a água destilada (ou solução no frasco) para o recipiente tarado.
- Registrar o valor dado pela balança analítica no Mod. 785.
- Repetir o procedimento 10 vezes.

No caso de não ser usada água é necessário entrar com o fator da densidade da solução.

### **Avaliação do resultado da verificação**

- Se na verificação semestral mais do que 2 medições não cumprirem o EMA o material deve ser colocado fora de serviço até ser recalibrado. Com base nos resultados pode ser necessário reajustar a periodicidade de controlo.

#### **4.1.1.2. RMM de Controlo de Massa**





##### **▪ Balanças**

A Recomendação Internacional 76-1:2006 da OIML – “*Non-automatic weighing instruments – Part 1: Metrological and technical requirements – Tests*” especifica os requisitos metrológicos e técnicos para instrumentos de pesagem não automáticos. Este documento fornece requisitos padronizados e procedimentos de teste para avaliar as características metrológicas e técnicas de forma uniforme e rastreável.

As balanças são instrumentos de pesagem e quando utilizadas para realizar medições rigorosas e que exerçam influência nos resultados dos ensaios devem, de acordo com os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025:2005, ser calibradas para determinar se atendem aos requisitos especificados pelo laboratório e às especificações da norma referente.

Os requisitos aplicam-se a todos os RMM de pesagem, independentemente dos seus princípios de medição. Estes instrumentos são classificados de acordo com o intervalo da escala de verificação e do número de intervalos de escala de verificação. A classificação das classes de precisão é feita de acordo com o Quadro 9 (OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU).

**Quadro 9. Características das classes de precisão de balanças  
(OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU)**

Classes de precisão	Escala de verificação (e)	Capacidade mínima	Número de divisões de verificação n = máx/e (máx = carga máxima da balança)	
			Valor mínimo	Valor máximo
Especial 	$0.001 \text{ g} \leq e$	100 e	50 000	----
Fina 	$0.001 \text{ g} \leq e \leq 0.05 \text{ g}$	20 e	100	100 000
	$0.1 \text{ g} \leq e$	50 e	5 000	100 000
Média 	$0.1 \text{ g} \leq e \leq 2 \text{ g}$	20 e	100	10 000
	$5 \text{ g} \leq e$	20 e	500	10 000
Corrente 	$5 \text{ g} \leq e$	10 e	100	1 000

A resolução da balança ou também designada por divisão real (d) e a divisão ou escala de verificação (e) são apresentadas de uma das seguintes formas (OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU):

$$1 \times 10^Z, 2 \times 10^Z \text{ ou } 5 \times 10^Z \text{ unidades de massa}$$

Sendo **Z** um número inteiro qualquer ou zero.

A divisão de verificação (e) é dada em função da divisão real (d), de acordo com os dados do Quadro 10.

**Quadro 10. Divisão de verificação (e) em função da divisão real (d) da balança (OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU)**

<b>Instrumentos sem dispositivos indicadores auxiliares</b>	<b>Instrumentos com dispositivos indicadores auxiliares*</b>
$d = e$	$e = 1 \times 10^Z$ $d < e \leq 10 d$

\*exceto no caso de instrumentos da classe I com  $d < 10^{-4}$  g para os quais  $e = 10^{-3}$  g.

Os valores de EMA na verificação inicial são dados de acordo com valores do Quadro 11.

**Quadro 11. Erros máximos admissíveis na verificação inicial de uma balança (OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU)**

<b>EMA verificação inicial</b>	<b>Para cargas, m, expressas em intervalos de escala de verificação, e</b>			
	<b>Classe I</b>	<b>Classe II</b>	<b>Classe III</b>	<b>Classe IIII</b>
$\pm 0,5 e$	$0 \leq m \leq 50\ 000$	$0 \leq m \leq 5\ 000$	$0 \leq m \leq 500$	$0 \leq m \leq 50$
$\pm 1,0 e$	$50\ 000 < m \leq 200\ 000$	$5\ 000 < m \leq 20\ 000$	$500 < m \leq 2\ 000$	$50 < m \leq 200$
$\pm 1,5 e$	$200\ 000 < m$	$20\ 000 < m \leq 100\ 000$	$2\ 000 < m \leq 10\ 000$	$200 < m \leq 1\ 000$

Durante o serviço da balança, os erros máximos admissíveis são o dobro dos fixados no Quadro 11 (OIML R 76-1: 2006 (E); Diretiva 2014/31/EU).

As balanças usadas no laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet são, sobretudo, de Classe I, havendo também de Classe II e III. As balanças de Classe I são balanças analíticas utilizadas na preparação de padrões, pesagem de amostras e métodos gravimétricos. As balanças de Classe II e III são utilizadas para a realização de ensaios de peso líquido e de pesagem de grandes quantidades de reagentes. De acordo com os dados obtidos em documentos de referência os EMA a adotar para a avaliação da conformidade das balanças devem ser os fornecidos de acordo com o Quadro 12.

**Quadro 12. Cálculo dos erros máximos admissíveis para as balanças do laboratório**

<b>Classes de precisão</b>	<b>Capacidade mínima (g)</b>	<b>Gama (g)</b>	<b>EMA inicial (g)</b>	<b>EMA serviço (g)</b>
<b>Classe I</b> <b>d = 0,0001 g</b> <b>e = 0,001 g</b>	0.1	$0 \leq m \leq 50$	0,0005	0,001
		$50 < m \leq 200$	0,0010	0,002
		$200 < m$	0,0015	0,003
<b>Classe II</b> <b>d = 0,1 g</b> <b>e = 1 g</b>	50	$0 \leq m \leq 5\ 000$	0,5	1
		$5\ 000 < m \leq 20\ 000$	1	2
		$20\ 000 < m \leq 100\ 000$	1,5	3
<b>Classe III</b> <b>d = 0,1 g</b> <b>e = 1 g</b>	20	$0 \leq m \leq 500$	0,5	1
		$500 < m \leq 2\ 000$	1	2
		$2\ 000 < m \leq 10\ 000$	1,5	3

No que diz respeito aos intervalos entre calibrações, é recomendada uma periodicidade inicial anual, sendo posteriormente ajustada consoante o historial obtido (IPAC, 2011; IPAC, 2007; CGA, 2012).

A calibração de balanças deve abranger vários pontos de calibração de forma a cobrir toda a gama de trabalho e deve ser executada no local onde o instrumento é usado. Se uma balança for movida para outro local após a calibração, é possível que isso altere o seu desempenho e possa invalidar a calibração. A movimentação após a calibração deve, portanto, ser evitada (EURAMET CG 18; (PAC, 2011; CGA, 2012). As balanças devem estar instaladas respeitando as instruções dos fabricantes, normalmente em mesas de pesagem anti-vibratórias, longe de fontes de calor, luz solar direta e correntes de ar. Os resultados da pesagem são influenciados pela temperatura, por isso, deve-se garantir que seja mantida uma temperatura constante nas salas de pesagem / laboratórios, com um desvio não superior a 5 °C por hora. A humidade relativa ótima durante um processo de pesagem está entre 40% a 60% para as balanças das classes I e II. A humidade relativa pode ser expandida para 20% a 80% nos casos em que a precisão e a linearidade das medidas não são afetadas (IPAC, 2011; CGA, 2012; GEON, 2013).

Recomenda-se o uso de intervalos iniciais de calibração anuais ou semestrais, a serem ajustados a partir da análise do histórico da balança (IPAC, 2011; CGA, 2012; GEON, 2013).

▪ **Procedimento de verificação de RMM de controlo de massa**

Diariamente, as balanças são limpas e, de seguida, procede-se à sua verificação.

Nas balanças de Classe I (com 4 casas decimais) são verificadas diariamente as massas padrão nos extremos da gama, nomeadamente, 1,0000g e 100,0000g ou 1,0000g e 200,0000g, de acordo com a gama de medição do equipamento. Com uma periodicidade semanal, são verificadas as massas padrão de 1,0000g, 5,0000g, 20,0000g, 100,0000g e 200,0000g, quando aplicável à gama de medição.

Nas balanças de Classe II (com 1 casa decimal) são verificadas diariamente as massas padrão de 200g, 1000g, 2000g, 5000g e 7000g (5000+2000)g.

A verificação consiste na colocação da massa padrão no centro do prato da balança e registo do valor lido no Mod. 701 – Verificação Interna da Balança. Se o resultado ultrapassar os critérios de aceitação estabelecidos a operação de pesagem deve ser repetida e se o desvio não permanecer regista-se a ocorrência no Mod. 701 – Verificação Interna da Balança. Se o desvio permanecer, a balança deverá ser sujeita a manutenção corretiva e/ou nova calibração externa e identificar como “Fora de Serviço” até estar operacional.

**4.1.1.3. RMM de Controlo de Temperatura**

Os pontos de calibração e os critérios de aceitação de RMM de controlo de temperatura são definidos de acordo com a finalidade do RMM, podendo depender de normas, legislação, critérios ou pontos definidos no método ou outros procedimentos. No caso de um RMM que é usado para diversos fins, o critério de aceitação a definir deve ser sempre o mais rigoroso ou apertado, de forma a incluir todos os outros.

Os RMM de controlo de temperatura podem ser divididos em dois tipos:

- **Instrumentos de medição de temperatura usados individualmente, colocados ou integrados em aparelhos.**

Nesta secção o laboratório da ALS Controlvet inclui termómetros, *dataloggers*, sondas de temperatura e pirómetros.

Sempre que exigido na norma do ensaio ou quando a medição tiver uma influência significativa nos resultados, estes RMM devem ser submetidos a calibração periódica, sendo recomendado um intervalo inicial de calibração anual, podendo ser ajustado de acordo com o histórico do RMM (IPAC, 2011; IPAC, 2007).

O procedimento de verificação deste tipo de RMM deve ser realizado por comparação com um termómetro padrão calibrado e registados os resultados no Mod. 245 – Verificação de temperaturas. O termómetro padrão serve única e exclusivamente como padrão, não realizando outras medições.

- **Equipamentos que tenham integrados sistemas controladores de temperatura.**

Como exemplo destes equipamentos, o laboratório tem estufas, muflas, banhos-maria, frigoríficos, arcas congeladoras e digestores, que devem ser sujeitos a controlos metrológicos periódicos, que permitam garantir que o perfil térmico cumpre com as especificações que lhe são exigidas. (IPAC, 2011; IPAC, 2007)

A periodicidade inicial de calibração deve ser anual, podendo este intervalo ser ajustado, de acordo com o histórico do RMM.

O procedimento de verificação das estufas, frigoríficos e arcas congeladoras inclui monitorização em tempo real, com a utilização de termómetros padrão com sondas e *dataloggers* colocados no seu interior, através do registo no *software* “ClickTurbo” módulo “HACCP” (procedimento descrito na secção 4.3.).

Relativamente às muflas e digestores, a verificação deve ser semestral ou entre calibrações, e consiste na verificação da temperatura medida com um termómetro padrão ou sonda padrão e registo no Mod. 245 – Verificação de temperaturas.

Os banhos-maria são verificados sempre que são utilizados, através da imersão de uma sonda de um termómetro calibrado na água do banho-maria, na zona normal de incubação. O registo é feito no Mod. 245 – Verificação de temperaturas.

No caso das arcas congeladoras e frigoríficos os critérios de aceitação correspondem aos do Quadro 13.

**Quadro 13. Critérios de aceitação de frigoríficos e arcas congeladoras**

Arcas Congeladoras	$\leq -18\text{ °C}$
Frigoríficos (Alimentos)	$5 \pm 3\text{ °C}$
Frigoríficos (Águas e águas residuais)	$3 \pm 2\text{ °C}$

#### **4.1.1.4. RMM de Controlo de Tempo**

Os RMM utilizados para o controlo do tempo nos ensaios são cronómetros.

Anualmente, deve ser realizada uma verificação para evidenciar e assegurar o rigor da medição. Os critérios de aceitação dependem do ensaio e do método para o qual é utilizado, devendo ser o RU a avaliar qual o critério a definir.

A verificação é feita com base na hora legal do Observatório Astronómico de Lisboa (OAL), visualizada no *website*. A verificação consiste em cronometrar e registar, no Mod. 283 – Verificação de Cronómetros, o tempo entre 2 leituras sucessivas no OAL - hora legal inicial e final do OAL. Calcula-se a média da diferença entre a hora final e inicial efetua-se o registo da verificação no Mod. 213 – Ficha de Equipamento, registando se existir algum desvio bem como o resultado da avaliação.

#### **4.1.2. Atualização das IOL e IGL**

A informação relativa aos RMM, nomeadamente, pontos de calibração e de verificação, periodicidades de controlo, critérios de aceitação, procedimentos de verificação, bem como outras informações, devem estar atualizadas e de forma clara nos procedimentos internos.

De forma a rever e atualizar os procedimentos, a informação relevante introduzida na Secção 4.1. foi compilada e organizada nas respetivas instruções do laboratório.

A primeira instrução a ser revista foi a IGL 02 – Controlo de Equipamento, que se trata de uma instrução geral e transversal a todas as unidades dos laboratórios da ALS Controlvet. Tendo em conta que se trata de uma instrução transversal não deve conter especificações acerca de cada uma das unidades, por isso, essas informações foram retiradas e transferidas para as respetivas IOL de cada unidade. A IGL 02 deve conter o procedimento genérico acerca da gestão dos RMM, contudo, não estava incluído o ponto de Manutenção dos Equipamentos, que foi acrescentado.

Depois da atualização da IGL 02, foram revistas as IOL específicas da unidade físico-química.

A IOL 101 – Verificação Interna das Balanças continha, para além das verificações das balanças, informações acerca dos padrões de massa, portanto, a primeira alteração surgiu no nome da IOL, que passou a denominar-se IOL 101 – Controlo dos Recursos de Monitorização e Medição de Massa, pois assim torna-se adequada ao seu conteúdo. Após a consulta de Normas, Guias e Legislação, foram corrigidos e atualizados os critérios de aceitação a utilizar nas balanças, de acordo com a Recomendação Internacional 76-1:2006 da OIML – “*Non-automatic weighing instruments – Part 1: Metrological and technical requirements – Tests*”. Esta Recomendação também definia quais os pontos de calibração para cada tipo de balança, tendo sido acrescentada essa informação. A IOL 101 apenas referia a periodicidade e condições das verificações internas, não mencionando quais os intervalos de calibração recomendados para este tipo de equipamentos. Considerou-se que a periodicidade de calibração deve estar devidamente explícita na IOL, bem como as situações em que essa periodicidade tem de ser alterada, tendo sido acrescentados esses esclarecimentos.

A IOL 107 – Verificação Interna do Material e Equipamentos para uso Volumétrico também foi revista e, por uma questão de uniformização, foi alterado o seu nome para IOL 107 – Controlo dos Recursos de Monitorização e Medição de Volume. O material volumétrico tem Normas específicas às quais deve obedecer, nomeadamente, no que diz respeito aos pontos de calibração, verificação e critérios de aceitação. Essas especificações foram incluídas na IOL 107 para cada tipo de material volumétrico, de acordo com o descrito em cada uma das Normas. Para

além disso, estava mencionada qual a periodicidade das verificações internas, mas não era referida a periodicidade de calibração. Após a avaliação do histórico dos RMM do laboratório e da consulta de Normas e Guias do IPAC, foram definidos intervalos de calibração iniciais e as situações em que essa periodicidade pode ter de ser alterada, incluindo essas informações na IOL 107.

Por fim, foi revista a IOL 127 – Verificação interna de temperaturas e tempos, a qual também sofreu alteração de nome para IOL 127 – Controle dos Recursos de Monitorização e Medição de Temperatura e Tempo. Esta IOL também não fazia referência às periodicidades de calibração recomendadas, pontos de calibração e critérios de aceitação. Nas situações em que existem especificações, como no caso dos frigoríficos e arcas congeladoras, essas informações foram incluídas, no entanto, os restantes RMM de temperatura e tempo do laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet têm pontos de calibração e critérios de aceitação que dependem da sua finalidade, ou seja, são característicos de determinado ensaio ou método. Esses esclarecimentos foram incluídos, bem como qual a documentação que serve de suporte para esses critérios. As periodicidades de calibração são transversais neste tipo de equipamentos, tendo sido incluído também esse ponto.

Genericamente, foram descritas as principais alterações e atualizações feitas nas instruções laboratoriais, resultantes do trabalho de revisão e pesquisa acerca dos RMM.

Por motivos de confidencialidade as próprias instruções não puderam ser anexadas ao trabalho, contudo, no Quadro 14 resumem-se as principais alterações que ocorreram em cada uma delas.

**Quadro 14. Principais alterações e atualizações das instruções laboratoriais**

Documento Original	Alterações/Atualizações
<p><b>IGL 02</b> Controlo de Equipamento</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Incluir item de Manutenção dos Equipamentos;</li> <li>• Retirar especificações dos equipamentos e introduzi-las nas respectivas IOL.</li> </ul>
<p><b>IOL 101</b> Verificação Interna das Balanças</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• IOL 101 – Controlo dos Recursos de Monitorização e Medição de Massa</li> <li>• Incluir pontos calibração</li> <li>• Incluir periodicidade de calibração</li> <li>• Corrigir critérios de aceitação, de acordo com a Recomendação Internacional 76-1:2006 da OIML – <i>“Non-automatic weighing instruments – Part 1: Metrological and technical requirements – Tests”</i></li> </ul>
<p><b>IOL 107</b> Verificação Interna do Material e Equipamentos para uso Volumétrico</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• IOL 107 – Controlo dos Recursos de Monitorização e Medição de Volume</li> <li>• Incluir pontos de calibração e de verificação</li> <li>• Incluir periodicidade de calibração</li> <li>• Incluir critérios de aceitação, de acordo com bibliografia</li> <li>• Atualizar bibliografia</li> </ul>
<p><b>IOL 127</b> Verificação interna de temperaturas e tempos</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• IOL 127 – Controlo dos Recursos de Monitorização e Medição de Temperatura e Tempo</li> <li>• Incluir periodicidade de calibração</li> <li>• Esclarecer pontos de calibração/verificação e critérios de aceitação</li> </ul>

## 4.2. PROCEDIMENTOS DE GESTÃO DOS RMM

A gestão dos RMM consiste no controlo do seu ciclo de vida, desde a entrada até ao momento em que fica fora de serviço, assegurando todos os registos de serviços e ocorrências pertinentes durante este período. Para conseguir gerir os equipamentos com sucesso, eficiência e eficácia são necessárias ferramentas e boas práticas de gestão de equipamentos, que assegurem que os requisitos metroológicos especificados são satisfeitos.

Nos laboratórios da ALS Controlvet, muitos RMM necessitam de manutenções, calibrações e verificações periódicas e, devido à dimensão e volume de RMM e aos procedimentos que envolvem diversos documentos diferentes e muitos papéis, tornando os processos pouco práticos e demorados, torna-se necessário melhorar e automatizar estes processos.

O objetivo consiste em ter uma única ferramenta que permite fazer toda essa gestão dos equipamentos, a partir de um *software*/aplicação informática que gere a informação de forma automática. Essa ferramenta designa-se “*ClickTurbo*” (Figura 17).



Figura 17. Logótipo da aplicação “*ClickTurbo*”

### 4.2.1. ClickTurbo

O “*ClickTurbo*” é uma aplicação usada na ALS Controlvet como ferramenta de apoio ao Sistema de Gestão. Esta aplicação está dividida por módulos e cada módulo contém vários separadores, dos quais, a maior parte, já está totalmente desenvolvida, como é o caso do Módulo de “Gestão Documental”, do “Plano de Formação”, entre outros. Devido ao potencial que a aplicação tem demonstrado e à necessidade de melhorar outros procedimentos, iniciou-se um processo de implementação de Gestão dos RMM no “*ClickTurbo*”. Apesar da aplicação já existir, este Módulo terá funcionalidades diferentes das que já existem noutros separadores do “*ClickTurbo*”, envolvendo mais desenvolvimentos/potencialidades, que, por razões operacionais do departamento de Informática, entre outras, não foi possível concluir totalmente até à data.

Para esclarecer as funcionalidades e capacidades do *software*, de seguida será descrito para cada um dos procedimentos de gestão dos RMM o procedimento “antigo” e o “novo” procedimento implementado, com o auxílio de ilustrações da aplicação “*ClickTurbo*”, evidenciando as diferenças e vantagens da nova metodologia.

#### **4.2.1.1. Identificação do RMM**

Aquando da receção de um novo equipamento e após a avaliação de que foi recebido em boas condições, conforme solicitado e com todos os documentos técnicos, efetua-se a sua instalação no local que lhe é destinado. O primeiro procedimento a fazer consiste na sua identificação.

- **Procedimento antigo**

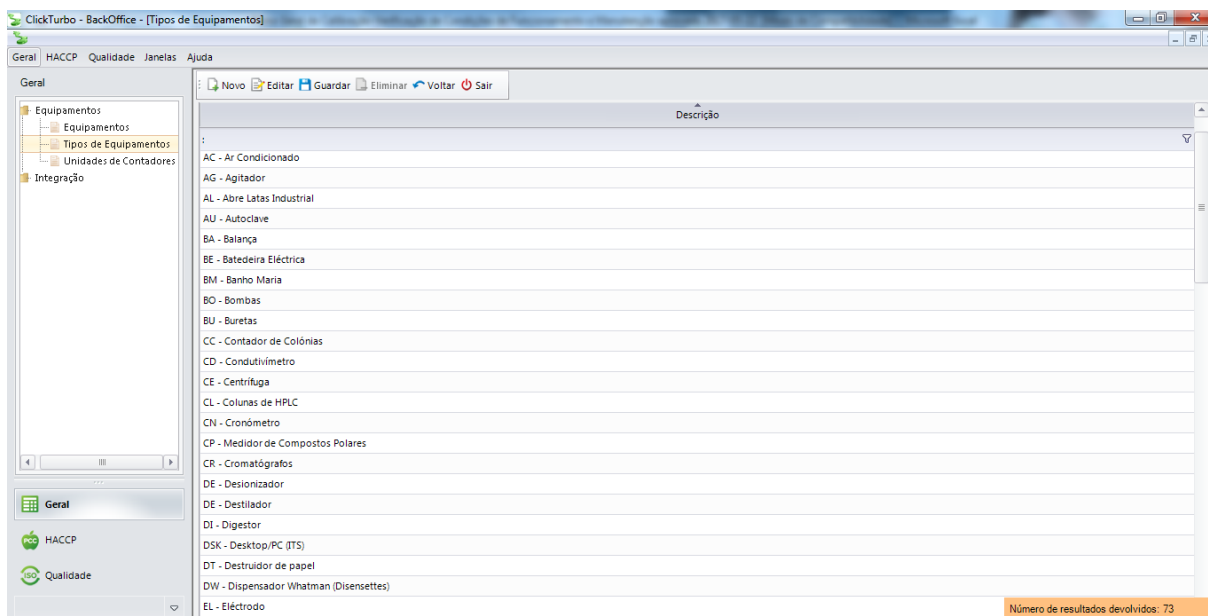
A identificação do RMM consiste na atribuição de um código interno único, com o formato XX:YY.

Numa primeira fase, consultar o Mod. 244 – Siglas de Equipamentos, disponível no Anexo C, para atribuir a sigla que depende do tipo de equipamento que se estiver a identificar.

De seguida, consultar o Mod. 215 – Plano Geral de Calibração/Verificação de Condições de Funcionamento e Manutenção, para verificar qual o número do último equipamento que deu entrada para aquela sigla e lhe atribuir o número seguinte, pois os números são sequenciais.

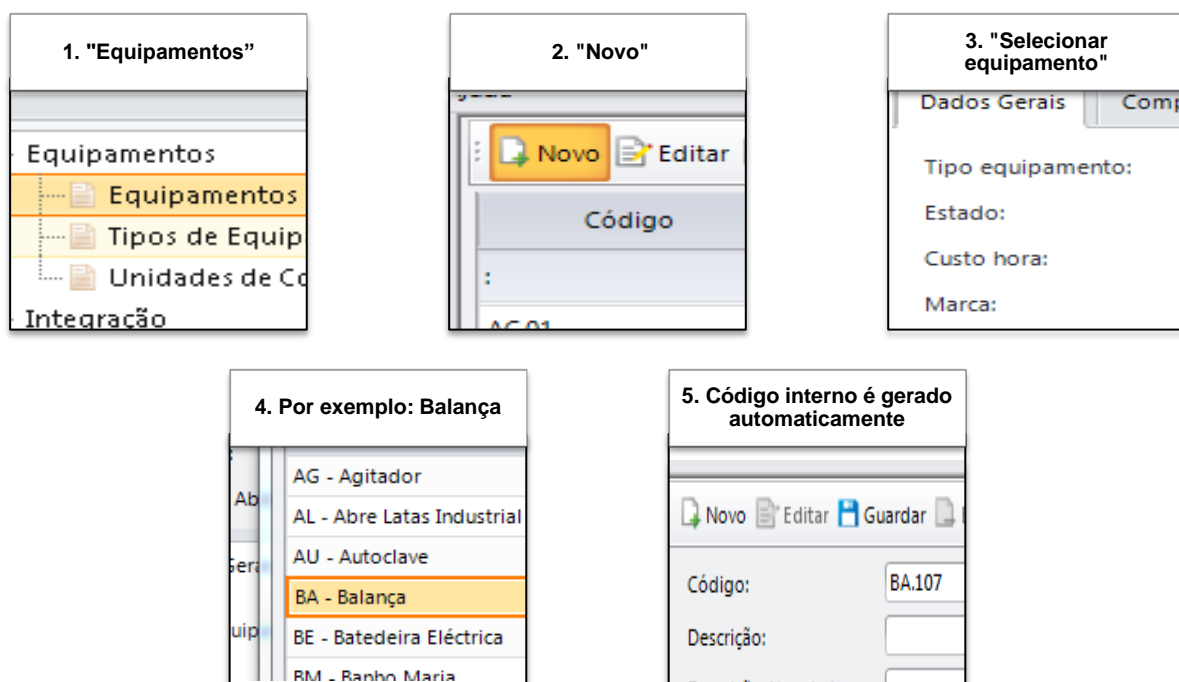
- **Novo procedimento “*ClickTurbo*”**

Na aplicação “*ClickTurbo*”, no separador “Tipos de Equipamentos”, foram carregadas as siglas existentes, estando associadas a um tipo de equipamento. Por exemplo, para uma balança associou-se a sigla BA. Os tipos de equipamentos e as siglas existentes podem ser consultados, conforme se demonstra na Figura 18.



**Figura 18. Siglas e Tipos de Equipamentos carregados no “ClickTurbo”**

Para atribuir o código interno é necessário ir ao separador “Equipamentos” e seguir o processo descrito na Figura 19.



**Figura 19. Esquema ilustrativo da atribuição de um código interno a um RMM, no “ClickTurbo”**

O código interno é gerado automaticamente e é sequencial, dispensando a consulta de outros documentos, sendo um processo muito mais rápido, evitando um erro humano de atribuir códigos repetidos.

#### **4.2.1.2. Registo do RMM**

Estando o equipamento identificado é necessário registá-lo numa ficha de equipamento, na qual deve constar a sua identificação, características técnicas e *software*, quando aplicável. Todo o histórico de ocorrências relacionado com o RMM fica registado na ficha de identificação do equipamento.

##### **▪ Procedimento antigo**

Retirar o Mod. 213 – Ficha de Equipamento (Anexo B), da Gestão Documental e preencher com os dados do RMM, nomeadamente, designação, marca, modelo, número de série, data de receção, entre outros dados identificativos. Para além destes, devem ser incluídas as características técnicas e especificações, tais como, resolução, gama de medição, EMA, tipo de controlo e frequência.

Retirar o Mod. 214 – Ficha de Manutenção (ANEXO D), da Gestão Documental e preencher com a identificação do RMM.

Ambas a fichas são impressas e arquivadas numa capa, com um separador exclusivo para esse equipamento.

Todos os controlos que ocorrerem devem ser registados, datados e assinados na Ficha de Equipamento, que passa a incluir todo o seu histórico. Se for necessário alterar a frequência do controlo, pontos de calibração ou qualquer outra informação, os dados anteriores devem ser traçados, nunca apagados, e deve-se incluir a correção, o motivo e a data em que entrou em vigor, assim como o responsável pela alteração.

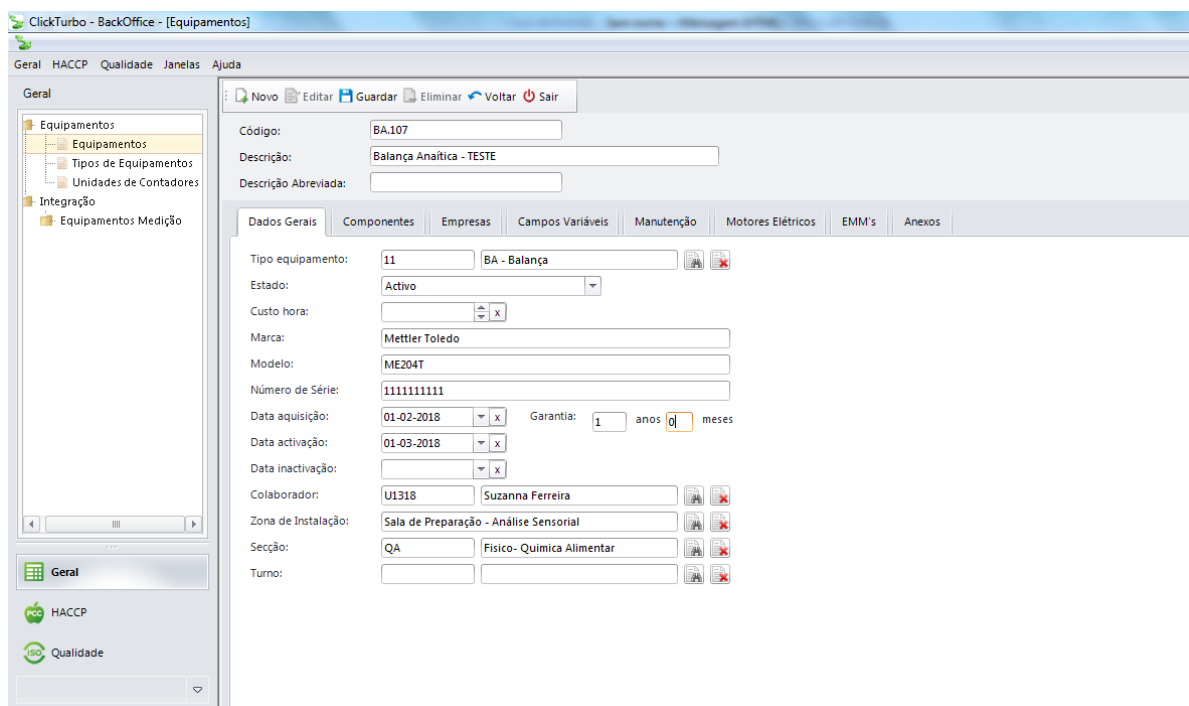
As manutenções, quer sejam internas ou externas, devem ser todas registadas na Ficha de Manutenção.

##### **▪ Novo procedimento “ClickTurbo”**

No mesmo separador onde se iniciou a identificação do RMM, existem outros campos que permitem fazer logo o registo do equipamento:

**Dados gerais** (Figura 20): informações inerentes ao RMM, como a marca, modelo, número de série, datas de receção e entrada em funcionamento, assim

como a garantia. Neste local é possível associar os equipamentos a uma secção, a uma zona da instalação e até mesmo a um colaborador. Estes dados são importantes, pois ao gerar alertas sobre a verificação ou manutenção do equipamento, estes são gerados/direcionados automaticamente às pessoas afetas àquela área.



The screenshot displays the 'ClickTurbo - BackOffice - [Equipamentos]' window. The 'Dados Gerais' tab is active, showing the following data:

Field	Value
Código	BA.107
Descrição	Balança Analítica - TESTE
Descrição Abreviada	
Tipo equipamento	11 BA - Balança
Estado	Activo
Custo hora	
Marca	Mettler Toledo
Modelo	ME204T
Número de Série	1111111111
Data aquisição	01-02-2018
Garantia	1 anos 0 meses
Data activação	01-03-2018
Data inactivação	
Colaborador	U1318 Suzanna Ferreira
Zona de Instalação	Sala de Preparação - Análise Sensorial
Secção	QA Físico-Química Alimentar
Turno	

Figura 20. Exemplo de Registo de um RMM – Dados Gerais

**Componentes:** este campo é bastante útil, pois permite associar componentes ao RMM. Por exemplo, existem condutivímetros, que contêm várias sondas e eléctrodos associados. Desta forma, é possível associá-los e manter a sua rastreabilidade.

**Empresas:** o Grupo ALS Controlvet inclui várias empresas e este campo permite seleccionar a respetiva empresa associada a esse equipamento.

**Manutenção:** esta secção vem substituir a Ficha de Manutenção, sendo aqui que passam a ser registadas todas as intervenções e manutenções realizadas. A partir do momento que o registo é gravado, a informação é arquivada automaticamente no histórico do equipamento. Esta secção ainda não está finalizada, necessitando de algumas alterações:

- Incluir opção de manutenção prevista, na qual se adiciona a periodicidade e um campo opcional para se introduzir qual a manutenção planeada. Ao ser “picada” esta opção, quando a data da manutenção se aproximar, o

*software* emitirá um alerta à pessoa ou área na qual o equipamento está associado. A periodicidade dos alertas pode ser definida como mensal, semanal ou diária, até que o colaborador conclua a tarefa no *software*. Como concluída entende-se o registo da manutenção no “*ClickTurbo*”;

- Incluir a opção de manutenção preventiva e também de manutenção corretiva. Quando esta opção for selecionada é necessário fazer o registo da manutenção;
- Incluir a opção para quando a manutenção não é prevista;
- Para além das opções anteriores criar um campo para assinalar quando a manutenção é realizada fora das instalações do laboratório, de modo a rastrear as datas e o local para onde foi enviado;
- A Figura 21 ilustra qual o objetivo do conteúdo que deve fazer parte do campo Manutenção:

Sem manutenção prevista

**Manutenção prevista**

Periodicidade: \_\_\_\_\_

Descrição da manutenção planeada: \_\_\_\_\_

➔

A preencher quando da manutenção:

Data: \_\_\_\_\_

Responsável: \_\_\_\_\_

Manutenção realizada: \_\_\_\_\_

Documentação fornecida: (permitir anexar documentos)

**Manutenção preventiva ou Manutenção Corretiva**

Data: \_\_\_\_\_

Motivo: \_\_\_\_\_

Responsável: \_\_\_\_\_

Manutenção realizada: \_\_\_\_\_

Documentação fornecida: (permitir anexar documentos)

Equipamento enviado para manutenção a dd-mm-aaaa nas instalações de \_\_\_\_\_

Equipamento recebido a dd-mm-aaaa.

**Figura 21. Campos previstos no Registo de um RMM – Manutenção**

**Controlo Metrológico:** esta secção também ainda não está terminada. Atualmente, apenas permite selecionar um tipo de controlo, nomeadamente a calibração. O objetivo é poder selecionar-se: só calibração, só verificação ou calibração e verificação em simultâneo. Os campos de calibração e verificação devem ser independentes. Para além dessa opção, pretende-se incluir vários pontos de calibração e verificação e o EMA associado a cada um desses pontos, pois em diversos casos o EMA varia consoante a gama de trabalho.

Neste momento, o que já existe no *software* é o que se encontra na Figura 22, mas o objetivo final é alterar o nome do campo de EMM para Controlo Metrológico e incluir os conteúdos da Figura 23.

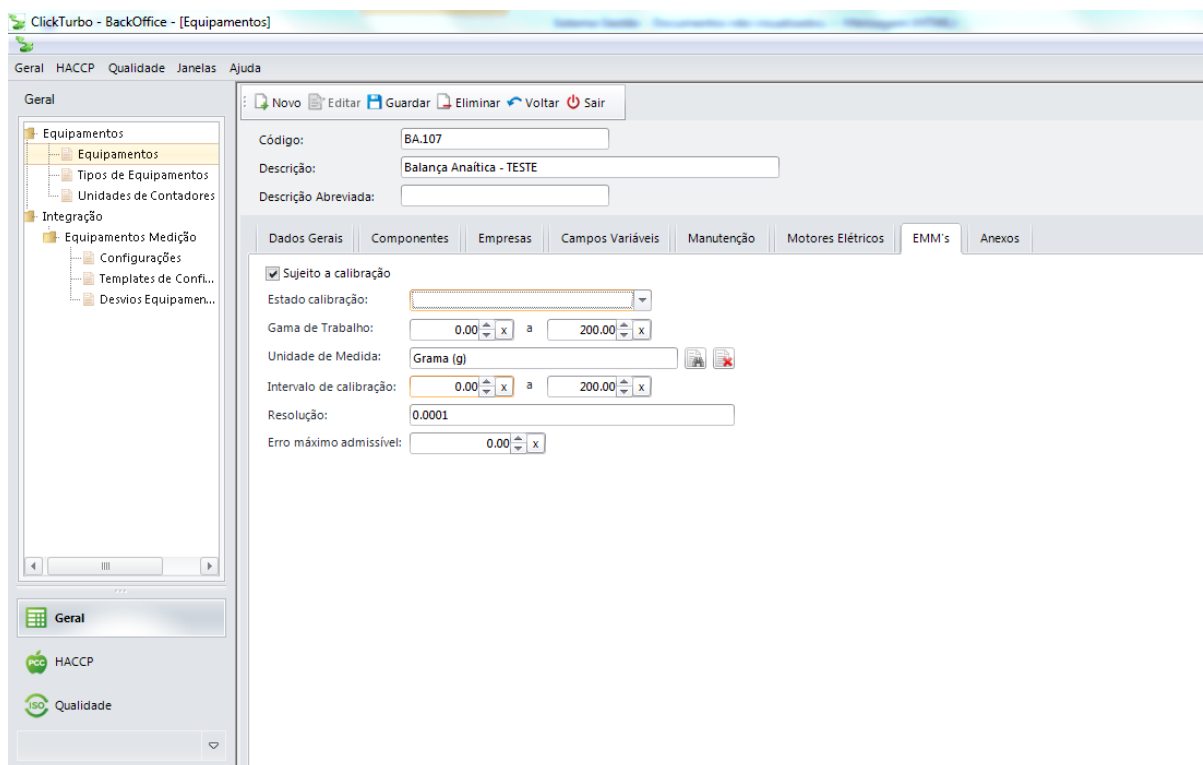


Figura 22. Exemplo de Registo de um RMM – Controlo Metrológico, sem alterações

<p>Resolução:</p> <p>Gama de medição:</p> <p>Gama de trabalho:</p> <p>Unidades de medida:</p>	<p><input type="checkbox"/> <b>Sujeito a Calibração</b></p> <p>Periodicidade/Frequência do controlo: _____</p> <p>Pontos de calibração: _____ ± EMA: _____</p> <p> (permitir adicionar mais pontos)</p> <p>Observações:</p>	<p><input type="checkbox"/> <b>Sujeito a Verificação</b></p> <p>Periodicidade/Frequência do controlo: _____</p> <p>Pontos de calibração: _____ ± EMA: _____</p> <p> (permitir adicionar mais pontos)</p> <p>Observações:</p>
<p style="text-align: center;">A preencher aquando da calibração:</p> <p>Data:</p> <p>Data do próximo controlo:</p> <p>Entidade:</p> <p>Decisão:</p> <p>Certificado de calibração:  (permitir anexar ficheiro)</p> <p>Análise do certificado de calibração:  (permitir anexar ficheiro)</p>	<p style="text-align: center;">A preencher aquando da verificação:</p> <p>Data:</p> <p>Data do próximo controlo:</p> <p>Decisão:</p> <p>Modelo de verificação:  (permitir anexar ficheiro)</p>	

Figura 23. Exemplo de Registo de um RMM – Controlo Metrológico, com as alterações previstas

Todos os dados que são introduzidos ficam gravados e registados no histórico do equipamento, garantindo a sua rastreabilidade e cumprindo com os procedimentos que obrigam a manter os registos durante, no mínimo, 5 anos. Esta é uma forma mais ecológica, organizada e eficiente de registar os equipamentos.

Com este procedimento os dados relativos aos RMM ficam informatizados no *software*, sendo possível aceder à informação em qualquer lugar, desde que haja acesso à internet, não necessitando de estar fisicamente no laboratório junto dos registos em papel.

#### 4.2.1.3. Registo no Plano de Calibração

Após a identificação e registo do RMM ainda é necessário introduzi-lo no Plano Geral de Calibração.

- **Procedimento antigo**

Abriu o último Plano Geral de Calibração/Verificação de Condições de Funcionamento e Manutenção – Mod. 215 (Figura 24), que deve ser o mais atualizado e inserir uma nova linha para preencher com os dados do novo RMM. O ficheiro deve ser gravado com uma nova data e com as alterações feitas.

Identificação Equipamento	Estado	Designação do equipamento	Data entrada	Unidade	Calibração		Verificação		EMA (Erro máximo admissível)	Manutenção Periodicidade	JAN	FEV	MAR	ABR	MAI	JUN	JUL	AGO	SET	OUT	NOV	DEZ	Observações	
					Periodicidade	Pontos	Periodicidade	Pontos																

Figura 24. Plano Geral de Calibração/Verificação de Condições de Funcionamento e Manutenção

- **Novo procedimento “ClickTurbo”**

Com esta ferramenta, este procedimento deixa de ser necessário, pois a informação relativa aos controlos metrológicos e manutenções que foi introduzida durante o registo do RMM, é migrada automaticamente para um Plano onde constam todos os equipamentos que se encontram ativos.

O separador para o Plano de Calibração, Verificação e Manutenção já está criado, mas ainda não se encontra funcional. Só depois de toda a informação e *software* relativo ao registo dos RMM estar operacional é possível passar à fase seguinte. A informação que será migrada para o plano inclui os dados referentes ao

controlo metrológico (periodicidades, pontos e EMA) e manutenções (periodicidades).

O plano terá a funcionalidade de poder ser extraído para uma folha de *Excel*, com uma estrutura semelhante ao antigo plano, mas com a vantagem de ser gerado automaticamente e estar sempre atualizado com a informação introduzida no “*ClickTurbo*”.

#### **4.2.1.4. Calibrações e Verificações**

##### **▪ Procedimento antigo**

No mínimo, todos os meses, é necessário consultar o Plano Geral de Calibração/Verificação de Condições de Funcionamento e Manutenção – Mod. 215, para analisar quais as necessidades de calibração e verificação durante esse mês.

No caso das calibrações é feito o levantamento dos RMM, dos pontos de calibração e EMA e é agendada uma data com a entidade competente para a realização das calibrações nas instalações da ALS Controlvet.

Relativamente às verificações é necessário fazer uma análise dos RMM que carecem de verificação e enviar uma lista à equipa de cada área para proceder às respetivas verificações.

Este processo é demorado, pouco prático e está concentrado numa única pessoa e a probabilidade de errar e falhar algum equipamento é considerável.

##### **▪ Novo procedimento “*ClickTurbo*”**

Com a utilização da aplicação “*ClickTurbo*” não é necessário efetuar a consulta exaustiva para fazer o levantamento das necessidades, pois o *software* gere as necessidades com base nas periodicidades e datas de controlo que estão carregadas e envia os alertas aos colaboradores associados.

A opção de alertas pode ser definida de acordo com as necessidades e consiste no envio de um *e-mail* com a lista de tarefas por concluir.

O alerta de calibrações pode ser enviado no início de cada mês, para permitir tempo suficiente das calibrações serem agendadas com a entidade. Até ocorrerem efetivamente as calibrações e a tarefa ser concluída, o *software* continua a enviar alertas semanalmente. Ao serem realizadas as calibrações deve-se ir à aplicação concluir a tarefa, e assim os alertas deixam de ser enviados. Num prazo ainda a definir, mas que pode variar entre 15 a 30 dias depois das calibrações,

devem ser gerados novos alertas para que os certificados sejam retirados do servidor da entidade e sejam avaliados. Só após se carregarem os respetivos certificados e documentos de análise de certificados no *software* é que os alertas terminam. Os alertas acerca das calibrações devem ser enviados para todos os RU e para o Técnico da Qualidade responsável por este procedimento.

No que diz respeito às verificações, os analistas que usam os RMM são os responsáveis por garantir a sua realização e requisitos. Uma vez que os RMM quando são registados são afetos a uma área ou colaborador, os alertas devem ser enviados para esses analistas, também no início do mês, para que estes possam gerir o seu tempo e incluir o processo de verificação no plano de trabalho. Enquanto a verificação não for feita, o *software* continua a enviar os alertas semanalmente, até que o respetivo documento de verificação seja carregado na aplicação e a tarefa seja concluída.

#### **4.2.2. Estrutura do ClickTurbo**

A aplicação “ClickTurbo” permite uma maior rentabilidade e gestão do tempo, que outrora não era conseguida. É uma mais-valia no processo de gestão dos RMM, pois permite reunir numa única ferramenta todos os procedimentos, de forma muito mais automática e rápida.

O “ClickTurbo” não necessita que sejam consultados e criados diversos documentos diferentes, pois todos os dados são introduzidos no mesmo separador - Equipamentos. Os planos de calibração, verificação e manutenção são gerados de forma automática de acordo com os dados que forem carregados inicialmente, não necessitando que sejam consultados periodicamente para avaliar as necessidades, pois a aplicação gera os alertas de aviso acerca dos controlos que é necessário realizar.

As permissões para utilização desta ferramenta podem ser restritas ou configuradas de acordo com as necessidades, assim como a periodicidade dos alertas também pode ser alterada. Todo o histórico de cada equipamento fica gravado com as respetivas datas, alterações e colaborador responsável, garantido toda a rastreabilidade do processo.

As funcionalidades e capacidades do *software*, a estrutura e o objetivo final são apresentadas de acordo com o fluxograma da Figura 25. Esta figura mostra claramente de que forma se procede à inclusão de novas funcionalidades no

programa, nomeadamente ao nível do controlo da manutenção e do controlo metrológico de modo a conseguir menos falhas no controlo dos procedimentos com maior rentabilidade e gestão do tempo.

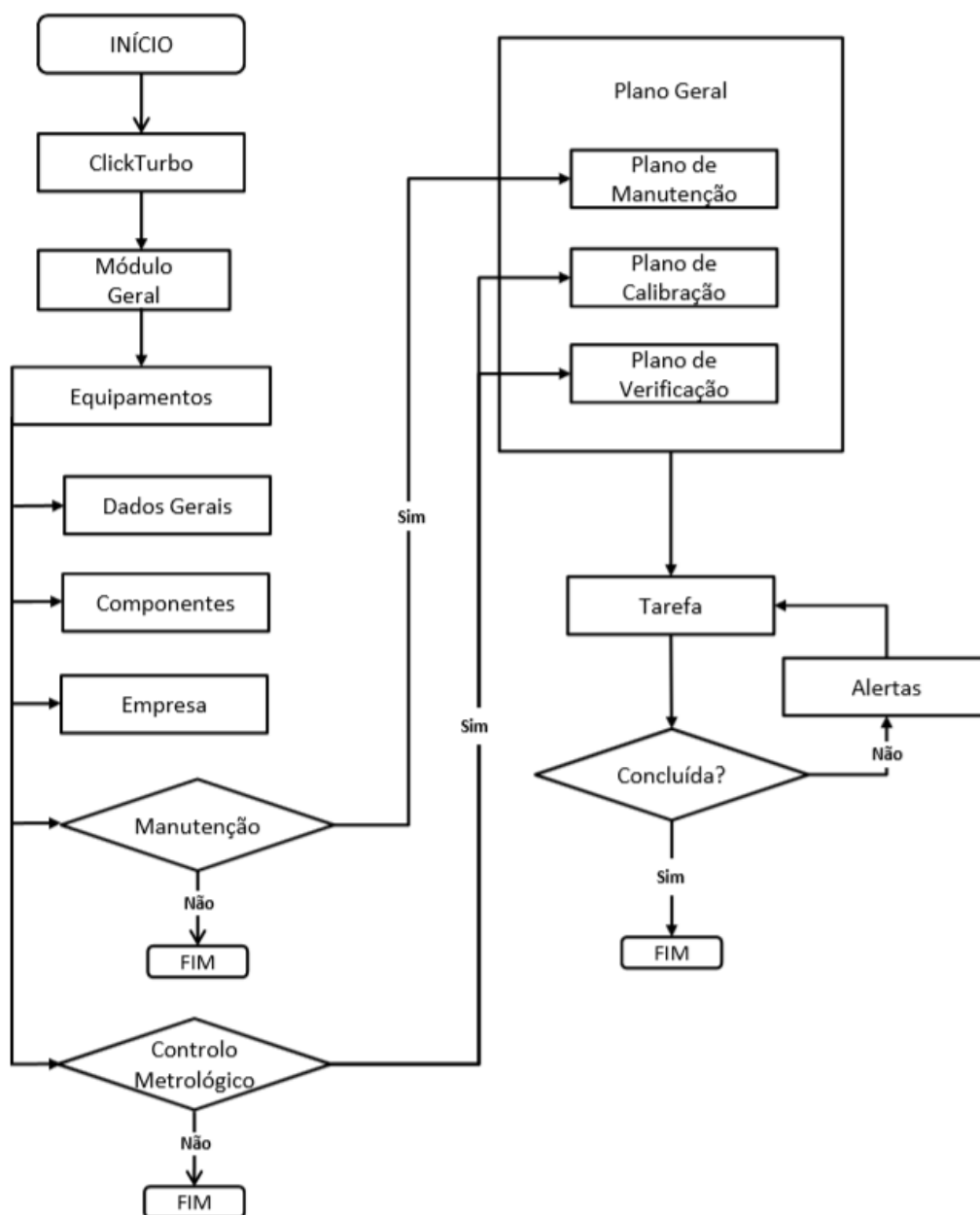


Figura 25. Fluxograma da estrutura e funcionalidades do “ClickTurbo”

### 4.3. PROCEDIMENTOS DE MONITORIZAÇÃO DOS RMM

A ALS Controlvet possui RMM calibrados, que são verificados entre calibrações e que cumprem os requisitos especificados, no entanto, existem pontos críticos no processo, sendo necessário ter procedimentos mais exigentes que assegurem as especificações.

Alguns dos pontos críticos dizem respeito às temperaturas das estufas, frigoríficos e arcas congeladoras, pois são equipamentos que contêm sempre amostras, podendo a temperatura ter um impacto significativo nos resultados.

Para combater essas fragilidades implementou-se um processo de monitorização constante das temperaturas das estufas, frigoríficos e arcas congeladoras. Essa monitorização constante inclui o *software* “ClickTurbo” módulo “HACCP”.

#### 4.3.1. “ClickTurbo” módulo “HACCP”

Este procedimento consiste na monitorização constante e em tempo real das temperaturas no interior das estufas, frigoríficos e arcas congeladoras, através de termómetros padrão com sondas e *dataloggers* colocados no seu interior.

A cada estufa, frigorífico ou arca está associado a um termómetro ou *datalogger*, que regista as temperaturas lidas e gera um gráfico em tempo real com esses valores. Existe um computador apenas com a função de registar e monitorizar essas temperaturas, como se apresenta na Figura 26. Cada cor representa uma sonda diferente (conforme na legenda), de acordo com o RMM que se está a monitorizar.



Figura 26. Computador de monitorização das temperaturas em tempo real.

Diariamente, existe um analista responsável por assegurar a monitorização das temperaturas lidas e verificar se os valores se mantiveram dentro dos critérios estipulados, caso contrário, avaliar se houve interferência com as amostras ou com os resultados dos ensaios. O histórico da aplicação de monitorização não fica gravado permanentemente, estando configurado para gravar os registos durante 1 dia.

Como a rastreabilidade é um fator essencial, todos os registos são transferidos para o *software* “ClickTurbo”, módulo “HACCP”. Esta ferramenta permite definir para cada RMM, a periodicidade com que os registos são monitorizados e gravados, por exemplo, registar o valor de hora a hora, e permite associar os critérios de aceitação, para a avaliação ser feita de forma automática. Sempre que for detetado um valor não conforme, ou seja, um desvio relativamente ao critério de aceitação é gerado um alerta, que é enviado para os endereços de *e-mail* que estão carregados neste módulo do “ClickTurbo”.

Para demonstrar a funcionalidade da aplicação, a Figura 27 apresenta um gráfico extraído do “ClickTurbo” referente a uma arca congeladora com a referência FR.00, monitorizada com a sonda TE.00<sup>5</sup>, durante o dia 20-03-2018. O intervalo de aceitação definido para este RMM é de -18 a -30°C.

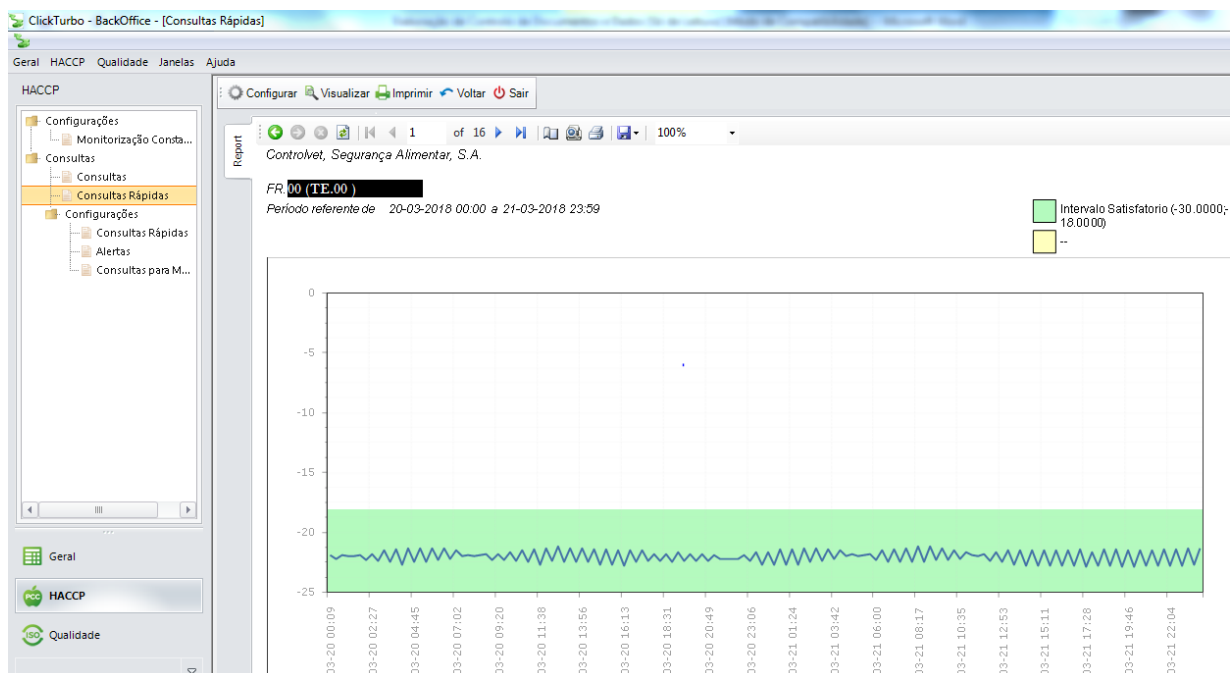


Figura 27. Gráfico referente às leituras de temperatura (°C) do FR.00, durante o dia 20-03-2018

<sup>5</sup> As referências TE.00 e FR.00 são referências fictícias colocadas propositadamente sobre os códigos originais por questões de confidencialidade dos dados.

Para além dos dados gráficos, podem ser visualizados os registos mais detalhados referentes a essa monitorização, como no exemplo da Figura 28. Os valores de temperatura foram registados com uma periodicidade de 20 minutos e a apreciação foi feita de acordo com o intervalo de aceitação que está carregado para este RMM (-18 a -30 °C). Se alguma temperatura monitorizada ultrapassar o critério de aceitação é caracterizada como “Não Conforme” e é gerado um alerta.

O *software* permite que os registos da monitorização sejam extraídos para folha de *Excel*.

The screenshot shows the 'ClickTurbo - BackOffice - [Consultas Rápidas]' application. The main window displays 'Monitorização - Registos' with a table of temperature readings. The table has the following columns: Configuração, Data Hora, Valor, and Apreciação. The data shows a series of temperature readings for 'FR.00 (TE.00)' on 2018-03-20, with values ranging from -21.5000 to -22.8000, all marked as 'Conforme'.

Configuração	Data Hora	Valor	Apreciação
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 23:46:20	-22.7000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 23:26:39	-21.7000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 23:06:59	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 22:47:18	-21.9000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 22:27:37	-22.2000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 22:07:57	-22.2000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 21:48:16	-22.2000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 21:28:35	-22.2000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 21:08:55	-21.9000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 20:49:15	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 20:29:34	-21.8000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 20:09:53	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 19:50:13	-21.8000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 19:30:33	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 19:10:52	-21.7000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 18:51:11	-22.5000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 18:31:31	-21.8000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 18:11:51	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 17:52:09	-21.8000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 17:32:30	-22.4000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 17:12:49	-21.5000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 16:53:08	-22.5000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 16:33:28	-21.5000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 16:13:47	-22.8000	Conforme
FR.00 (TE.00)	2018-03-20 15:54:07	-21.5000	Conforme

**Figura 28. Registo detalhado da monitorização de temperaturas (°C) do FR.00, durante o dia 20-03-2018**

Anteriormente, este procedimento de verificação era feito com uma periodicidade semestral, que limitava a avaliação de tendências ou de desvios face aos critérios definidos. Ao ocorrer algum desvio só seria detetado tardiamente, podendo afetar um grande número de amostras e resultados, tendo um impacto bastante negativo para o laboratório.

Atualmente, com este novo método de verificação através de monitorização constante, o rigor e fiabilidade dos resultados ainda é maior. Esta ferramenta permite definir a periodicidade com que os dados são gravados, associando-lhes critérios de

aceitação e o envio de alertas sempre que houver desvios. Desta forma, todos os desvios são conhecidos em tempo real, permitindo tomar ações imediatas e evitar que haja impacto nos resultados.

Este processo de monitorização torna-se imprescindível no controlo da qualidade dos ensaios associados.

#### 4.4. PROCEDIMENTOS DE CALIBRAÇÃO DOS RMM

A calibração dos RMM é feita por uma entidade externa, que deve, sempre que possível, ser efetuada em laboratórios acreditados para a grandeza em causa.

Após calibração, a entidade emite um certificado de calibração, o qual é analisado por um Técnico Superior de Laboratório qualificado para o efeito.

##### 4.4.1. Análise de certificados de calibração

A análise dos resultados da calibração e a avaliação do estado do RMM, face à utilização prevista, é baseada na relação entre a soma do maior erro de medição com a incerteza de calibração e o EMA desse RMM, de acordo com a seguinte fórmula:

$$|E| + |I| \leq EMA \quad (6)$$

Sendo:

$E$  – Erro de medição

$I$  – Incerteza de calibração

Nos RMM de controlo de temperatura, a avaliação dos resultados de calibração também pode ser feita de acordo com as seguintes fórmulas:

$$T_{m\acute{a}xima} + I \leq \textit{Temperatura M\acute{a}xima Admiss\acute{i}vel} \quad (7)$$

$$T_{m\acute{i}nima} - I \geq \textit{Temperatura M\acute{i}nima Admiss\acute{i}vel} \quad (8)$$

Sendo:

$T_{m\acute{a}xima}$  – Temperatura máxima registada na calibração

$T_{m\acute{i}nima}$  – Temperatura mínima registada na calibração

Se os resultados obtidos estiverem dentro dos parâmetros de aceitação, o equipamento encontra-se conforme, é identificado com uma etiqueta Mod. 216 e é atualizada a ficha de equipamento. Se estiverem fora dos parâmetros de aceitação, quando possível, podem ser assinaladas áreas ou gamas de trabalho que não possam ser utilizadas ou pode-se efetuar a sua correção, quando o for permitido. Quando não for exequível, o RMM é identificado com uma etiqueta Mod. 217, permanecendo Fora de Serviço e enviado para manutenção corretiva ou sucata.

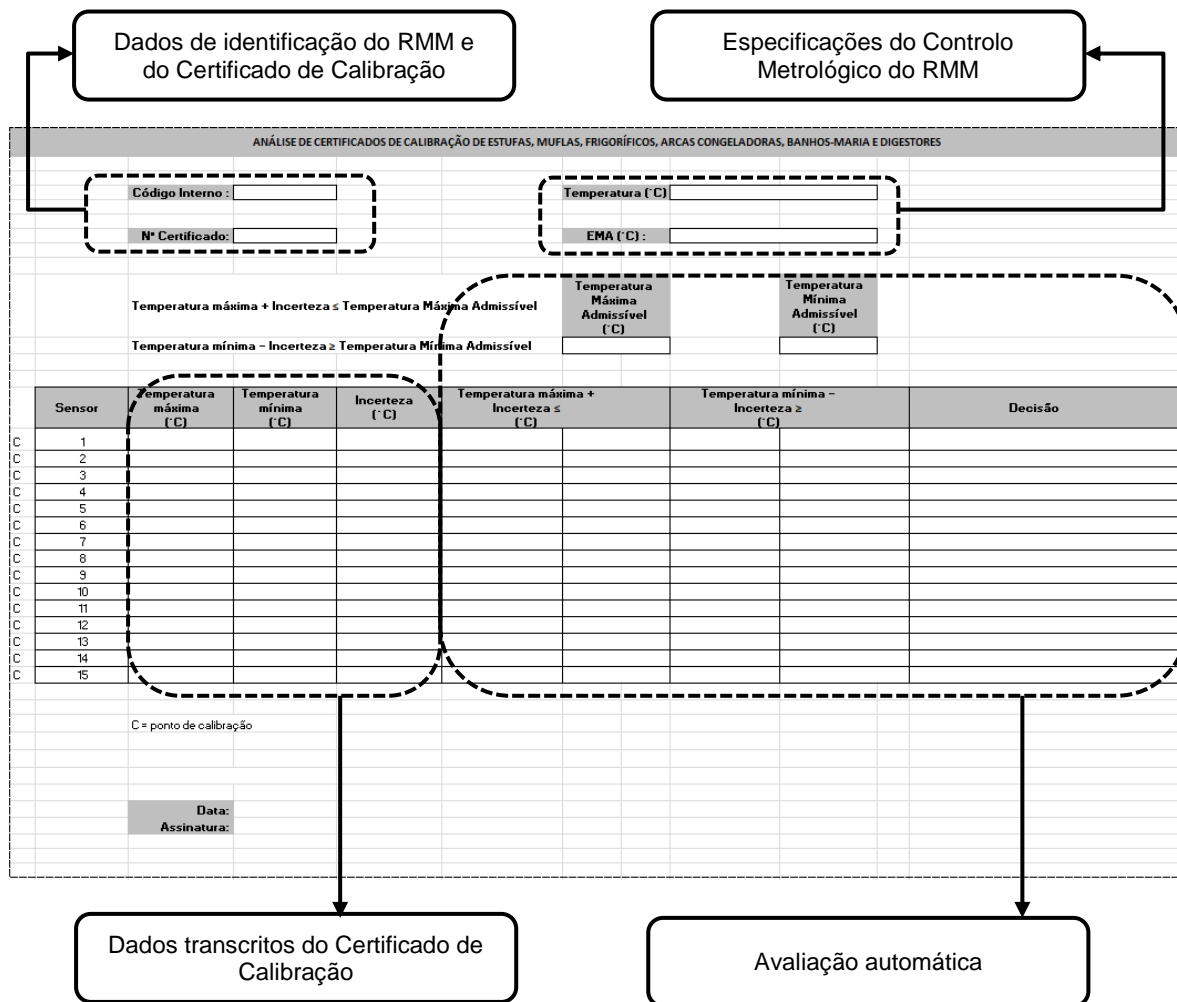
O procedimento de análise de certificados de calibração é feito manualmente, não existindo nenhum documento específico nem controlado para realizar a sua avaliação. Sendo este um procedimento que envolve fórmulas, cálculos e a decisão de aceitação ou não do estado do RMM, considera-se que é um passo bastante crítico, que deve possuir documentos controlados e fórmulas que estejam validadas, para evitar erros e desvios face ao procedimento original.

Face ao exposto, foi desenvolvido um modelo em *Excel*, que necessita apenas que sejam inseridos os limites e os resultados do certificado de calibração e a avaliação é feita de forma automática.

Devido à diversidade de características metrológicas dos RMM, não foi possível criar um único modelo que pudesse ser usado para todos os equipamentos. Os modelos foram criados com base nos equipamentos que, atualmente, requerem calibração, nomeadamente RMM de controlo de volume, de massa e de temperatura. O modelo dos RMM de controlo de temperatura foi dividido em dois modelos: um aplica-se a RMM que são calibrados num ponto, como é o caso das estufas ou frigoríficos e o outro aplica-se a RMM que são calibrados num conjunto de pontos, representando a gama de trabalho, como é o caso dos termómetros.

Os modelos para realizar a análise dos certificados de calibração têm uma estrutura muito semelhante entre si, para facilitar o seu preenchimento. O exemplo da Figura 29, representa o modelo referente aos RMM de controlo de temperatura num ponto, contendo uma legenda para ilustrar como se efetua o registo.

Estes modelos tornaram-se muito úteis, pois para além de permitirem a avaliação dos certificados de calibração de forma muito mais rápida e automática, conferem maior segurança e rigor, pois contêm fórmulas validadas e a probabilidade de erro é muito menor.



**Figura 29. Modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num ponto (legendado)**

Para evidenciar a exequibilidade dos modelos, as Figuras 30, 31, 32 e 33, apresentam exemplos de cada um, com dados fictícios e com a respetiva validação de fórmulas, que assegura a confiança na avaliação do certificado.



ANÁLISE DE CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO DE ESTUFAS, MUFLAS, FRIGORÍFICOS, ARCAS CONGELADORAS, BANHOS-MARIA E DIGESTORES									
Código Interno: XX.YY		Temperatura (°C) 550							
Nº Certificado: 12345		EMA (°C): 25							
Temperatura máxima + Incerteza ≤ Temperatura Máxima Admissível					Temperatura Máxima Admissível (°C) 575		Temperatura Mínima Admissível (°C) 525		
Temperatura mínima - Incerteza ≥ Temperatura Mínima Admissível									
Sensor	Temperatura máxima (°C)	Temperatura mínima (°C)	Incerteza (°C)	Temperatura máxima + Incerteza ≤ 575 (°C)	575	Temperatura mínima - Incerteza ≥ 525 (°C)	525	Decisão	Validação das fórmulas:
C 1	550,04	549,75	0,80	550,84	OK	548,95	OK	Conforme	Temperatura Máxima Admissível = Temperatura + EMA
C 2	551,38	551,13	0,80	552,18	OK	550,33	OK	Conforme	Temperatura Máxima Admissível = 550 + 25 = 575
C 3	582,78	552,45	0,80	583,58	KO	551,65	OK	Não pode ser usada no local do sensor 3	Temperatura Mínima Admissível = Temperatura - EMA
C 4									Temperatura Mínima Admissível = 550 - 25 = 525
C 5									Temperatura Máxima + Incerteza =
C 6									550,04 + 0,80 = 550,84
C 7									550,84 ≤ 575 OK
C 8									Temperatura Mínima - Incerteza =
C 9									549,75 - 0,80 = 548,95
C 10									548,95 ≥ 525 OK
C 11									OK + OK = Conforme
C 12									
C 13									
C 14									
C 15									
C = ponto de calibração									
Data:									
Assinatura:									

Figura 32. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num ponto, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura.

ANÁLISE DE CERTIFICADOS DE CALIBRAÇÃO DE TERMÓMETROS, SONDAS DE TEMPERATURA E PIRÓMETROS										
Código Interno: XX.YY		EMA: 0,4 °C								
Nº Certificado: 12345		Erro  +  Incerteza  ≤ EMA								
Referência (°C)	Equipamento (°C)	Incerteza ± (°C)	Erro ± (°C)	Erro  +  Incerteza  (°C)	Correção (°C)	erro após correção	erro  +  Incerteza  (após correção) (°C)	Decisão	declive de interpoção	ord. origem
C 60,04	58,9	0,12	-1,1	1,3	1,00	-0,1	0,3	Conforme após correção		
E 66,31	65,0	0,12	-1,3	1,4	1,00	-0,3	0,4	Conforme após correção	0,9722	0,5278
E 66,31	65,0	0,12	-1,3	1,4	1,50	0,2	0,3	Conforme após correção	0,9722	0,5278
C 70,12	68,7	0,12	-1,4	1,5	1,50	0,1	0,2	Conforme após correção		
C = ponto de calibração										
E = ponto estimado										
Data:										
Assinatura:										
Validação das fórmulas:										
Erro = equipamento - referência										
Erro = 58,9 - 60,04 = -1,14										
Erro  +  Incerteza  =										
-1,1  +  0,12  = 1,14 + 0,12 = 1,26										
Erro após correção = (equipamento + correção) - referência										
Erro após correção = (58,9 + 1,0) - 60,04 = -0,14										
erro  +  Incerteza  (após correção) =  erro após correção  +  Incerteza  = 0,14 + 0,12 = 0,26										
Interpoção = $\frac{y - y_0}{x - x_0} = \frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0}$										
$\Leftrightarrow y = x \times \left(\frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0}\right) - x_0 \times \left(\frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0}\right) + y_0$										
Declive da interpoção = $\left(\frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0}\right)$										
= (68,7 - 58,9) / (70,12 - 60,04) = 0,9722										
Ordenada na origem = $-x_0 \times \left(\frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0}\right) + y_0$										
(interpoção)										
= 60,04 * ((68,7 - 58,9) / (70,12 - 60,04)) - 58,9 = 0,5278										
Estimar valor de referência para uma leitura de 65,0 °C:										
$y = \text{declive} \times x + \text{ord. origem}$										
$\Leftrightarrow x = \frac{y - \text{ord. origem}}{\text{declive}}$										
referência (estimada) = (65,0 - 0,5278) / 0,9722 = 66,31										

Figura 33. Exemplo do modelo de análise de certificados de calibração de RMM de controlo de temperatura num conjunto de pontos, com a respetiva validação das fórmulas, no lado direito da Figura.

## 4.5. PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO

A atividade associada à gestão dos RMM inclui diversas etapas e necessita de ser controlada regularmente. Todo este processo envolve tempo, rigor e custos, por isso, todas as melhorias que ocorrerem neste processo resultam numa maior fiabilidade e produtividade.

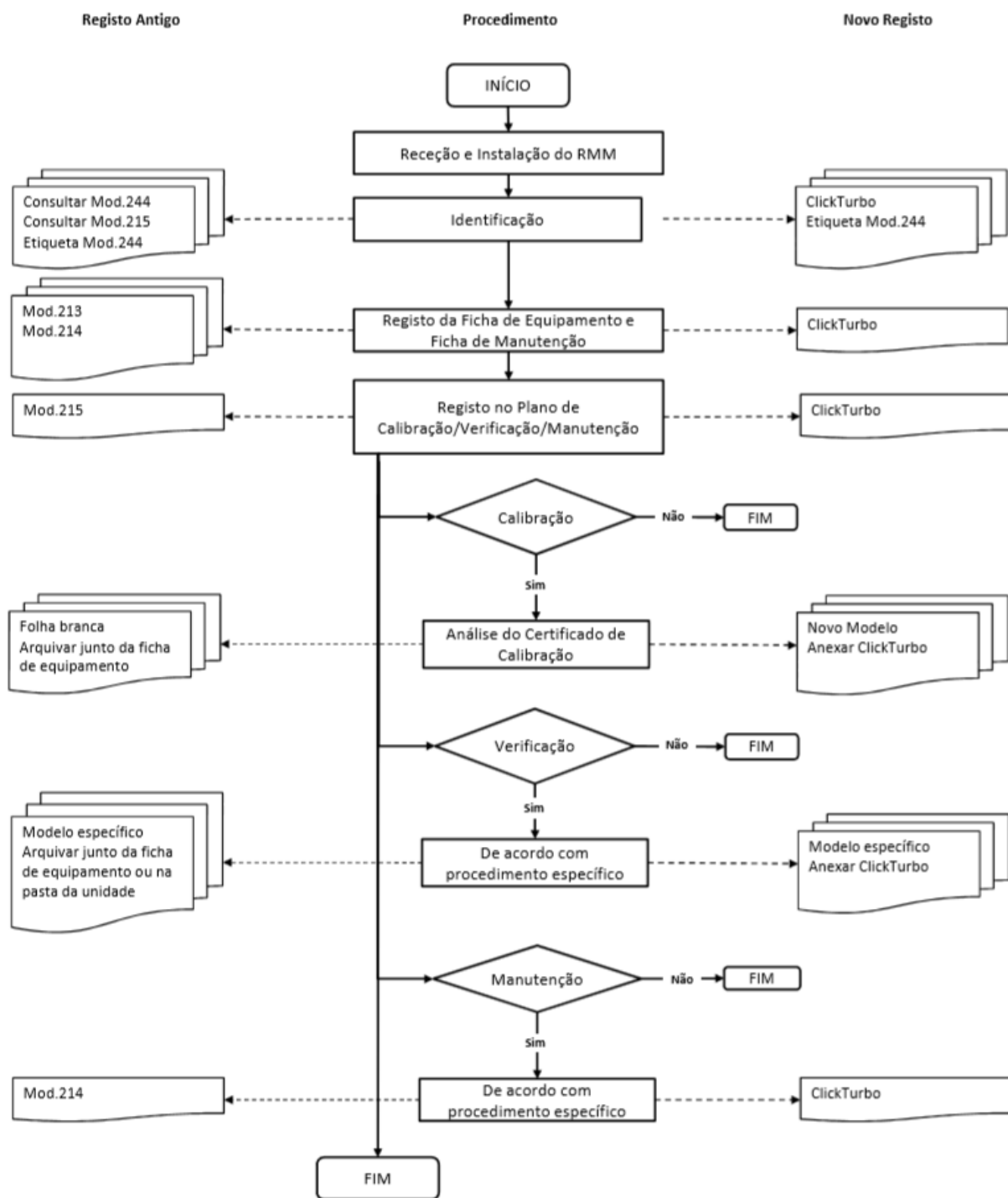
Todas as implementações feitas neste trabalho foram feitas com o intuito de melhorar os RMM, bem como todo o processo associado à sua gestão.

Anteriormente, o processo de gestão de RMM envolvia a consulta de diversos documentos diferentes, muitos papéis e processos pouco práticos e demorados. Cada tarefa implica a criação de novos modelos ou atualização de outros e, face ao volume de RMM existentes, esta metodologia torna-se obsoleta.

Com a utilização da aplicação “*ClickTurbo*”, todas as tarefas relacionadas com a gestão dos RMM são feitas nesta ferramenta, que depois de ter a informação inserida gere o processo de forma automática, através da criação de planos de calibração, verificação e manutenção e envio de alertas para a realização de controlos. Para além disso, todos os documentos externos, como por exemplo certificados de calibração, podem ser anexados no “*ClickTurbo*”, garantindo o registo e rastreabilidade do histórico para determinado equipamento.

Esta nova metodologia permite que a informação esteja reunida num único local, nomeadamente, na aplicação “*ClickTurbo*” estando muito mais acessível e organizada. Os planos automáticos e o envio de alertas permitem uma maior organização ao nível do planeamento e evita falhas e esquecimentos. A longo prazo, permite um controlo da qualidade dos resultados mais rigoroso, bem como uma maior produtividade, resultante da automatização de todo o processo.

Na Figura 34 é apresentado um fluxograma que esquematiza as etapas intervenientes no processo, bem como os registos associados.



**Figura 34. Fluxograma do procedimento de gestão dos RMM**

A Figura 34 evidencia claramente, através da comparação entre os “Registos Antigos” e os “Novos Registos” a evolução ao nível do processo. Como se pode constatar, nos “Registos Antigos” havia a consulta de diversos documentos diferentes, muitos papéis e processos pouco práticos e demorados com falhas inerentes. Todos estes procedimentos surgem simplificados nos “Novos Registos”

representado na zona direita do fluxograma, onde se mostra que com a aplicação “*ClickTurbo*” ocorre a gestão do processo de forma automática. Com efeito, o próprio programa tem a capacidade de criar planos de calibração, verificação e manutenção com envio de alertas para a realização de controlos, simplificando os procedimentos e evitando falhas inerentes.

Como se evidencia, estamos claramente a atingir o objetivo do trabalho na medida em que através da criação destes planos automáticos que impõe o envio de alertas temos não só maior organização ao nível do planeamento, como a longo prazo temos uma melhoria do controlo da qualidade com resultados mais rigorosos.

# 5

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

---

Este projeto surgiu da necessidade de clarificar e melhorar o controlo dos Recursos de Monitorização e Medição e os processos associados à sua gestão no laboratório de análises físico-químicas da ALS Controlvet. A monitorização e medição são requisitos imprescindíveis no controlo dos processos, pois são eles que conferem a aptidão ou inaptidão para atingir os resultados desejados.

Estando integrada no grupo ALS Controlvet, tenho que salientar que os resultados obtidos neste projeto devem-se a um trabalho em equipa, que apesar de estar centrado em mim, envolveu também o laboratório, o departamento da Qualidade e da Informática. Quer por desenvolvimento de *software*, troca de ideias, sugestões ou até correções, todos estão incluídos neste trabalho.

No sentido de promover uma melhoria contínua nos recursos de monitorização e medição, atualizaram-se as instruções laboratoriais referentes ao controlo dos equipamentos, clarificando periodicidades, pontos de controlo e critérios de aceitação. Este foi o primeiro objetivo alcançado, pois é o suporte de todo o processo e é um ponto-chave para as etapas seguintes.

Os procedimentos de verificação também foram revistos, para avaliar se estavam em vigor, se eram adequados e se existiam oportunidades de melhoria. Nesta secção detetou-se uma fragilidade ao nível das temperaturas das estufas, frigoríficos e arcas congeladoras. Estes são pontos críticos, cujos pequenos desvios podem ter grande impacto nos resultados. Por este motivo, foi implementado o *software* “ClickTurbo” módulo “HACCP” que permite uma monitorização constante destes RMM, gerando alertas sempre que houver desvios relativamente aos critérios especificados. Este é um tipo de controlo que é feito de forma quase automática e que é bastante rigoroso, transferindo segurança nos resultados a eles associados.

Relativamente às calibrações, o procedimento em si é feito por entidade externa, sob requisitos específicos, não havendo nada a acrescentar. Contudo, aquando da receção dos certificados de calibração, a sua análise e avaliação carecia de metodologia específica, tendo sido criados modelos em *Excel* para esse fim. Estes modelos realizam os cálculos automaticamente e fornecem a avaliação, que indica se o equipamento está conforme ou não.

No que diz respeito à informatização, a aplicação “*ClickTurbo* permitirá o controlo, registo e organização dos RMM e dos controlos a eles associados, mantendo o histórico ativo e atualizado. Será possível registar as manutenções, calibrações e verificações de cada um, possibilitando a sua gestão através da emissão de planos de manutenção, calibração e verificação planeados com base nas datas e periodicidades previstas. Em suma, esta aplicação permitirá a qualquer momento: registar todos os atributos de identificação dos RMM; registar a periodicidade dos controlos; registar e acompanhar os planos; alertas de aviso prévio acerca de manutenções, calibrações ou verificações a realizar; emissão de diversos relatórios personalizados (histórico de calibrações por equipamento, plano de calibração entre datas, lista de equipamentos por localização, listagem de calibrações em atraso, entre outros). Este objetivo não ficou totalmente concluído, uma vez que ainda não está operacional. Foram feitos todos os esforços, no entanto, é um processo que necessita de desenvolvimento e depende de terceiros, não se tendo conseguido que ficasse totalmente concluído até à data. O *software* já está criado, já permite criar e adicionar equipamentos, contudo necessita de alterações e mais desenvolvimentos, que se detetaram durante a fase de teste. Apesar de não estar concluído elaborou-se o plano com o objetivo do *software*, estrutura prevista e potencialidades. Este é um projeto a longo prazo e o meu compromisso com a empresa permitirá que possa acompanhar o projeto até o *software* estar completamente desenvolvido e operacional. Quando o *software* estiver em funcionamento, surgirão novos desafios, novas dificuldades, sugestões de melhoria, pois este é um percurso dinâmico em constante evolução.

Como desenvolvimentos futuros do presente trabalho, prevê-se a expansão e aplicação do *software* a outras áreas da empresa, uma vez que neste momento só está direcionado para o laboratório de análises físico-químicas, e, se o *software* tiver sucesso, até estendê-lo para os restantes laboratórios, por exemplo, em Espanha.

A nível pessoal, este projeto foi muito enriquecedor, pois permitiu-me ter uma perspetiva diferente no que diz respeito à área da Metrologia, atribuir-lhe maior relevância, que por vezes é negligenciada durante o controlo da qualidade. A nível técnico considero que adquiri conhecimentos úteis, que já pude pôr em prática, de novas metodologias de controlo, normas de referência, procedimentos de sistema de gestão e metodologias de investigação. Este projeto foi muito desafiante e estimulante, pois o seu carácter inovador limitou muito as fontes de informação, pois não existem trabalhos similares, nem na empresa nem publicados noutras fontes. Foi um desafio exigente, muito trabalhoso, que ainda não consegui cumprir na totalidade, mas é a minha meta.

Para a ALS Controlvet este projeto vai favorecer a organização ao nível de planeamento, ordem de trabalho, gestão de tempo, uma vez que o *software* “*ClickTurbo*” faz grande parte do trabalho, quer ao nível da gestão dos RMM, como na monitorização dos controlos. Os modelos de análise de certificados também permitem minimizar os erros e aumentar o rendimento. No geral, trata-se de uma mais-valia para a empresa, uma vez que o tempo e os custos despendidos no desenvolvimento do projeto trarão benefícios a longo prazo, quer pela automatização do processo, controlo da qualidade dos resultados mais rigoroso, assim como pelo potencial exponencial que o *software* pode ter, se for aplicado noutros laboratórios.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

**Albertazzi A, Sousa AR** (2008). *Fundamentos de Metrologia: científica e industrial*. Lisboa, Manole: 13, 42-62.

**Alves MF** (2003). *ABC da Metrologia Industrial* (2ª Edição). Departamento de Engenharia Electrotécnica. Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto: 11-21, 29-34.

**António NS, Teixeira A, Rosa A** (2016). *Gestão da Qualidade – de Deming ao Modelo de Excelência da EFQM* (2ª Edição). Lisboa, Edições Sílabo: 13, 32-33.

**BIPM – Bureau International des Poids et Mesures** (s/da). O papel e os objetivos do BIPM. <https://www.bipm.org/en/about-us/role.html>, consultado em 03/12/2017.

**BIPM – Bureau International des Poids et Mesures** (s/db). Regional Metrology Organizations (RMOs) recognized within the framework of the CIPM MRA. <https://www.bipm.org/en/worldwide-metrology/regional/>, consultado em 03/12/2017.

**BIPM – Bureau International des Poids et Mesures** (s/dc). International equivalence of measurements: the CIPM MRA. <https://www.bipm.org/en/cipm-mra/>, consultado em 03/12/2017.

**Brandi HS** (2017). Um passeio no tempo com as medições: do cúbito ao metro. In Costa-Félix RPB, Bernardes A (Eds). *Metrologia: Fundamentos*. Rio de Janeiro, Brasport. Volume 1: 31-34.

**Cabral P** (1994). *Metrologia Industrial: uma função de Gestão da Qualidade*. Instituto Electrotécnico Português: 13-32.

**Campilho A** (2000). *Instrumentação Electrónica. Métodos e Técnicas de Medição* (1ª Edição). Porto, FEUP Edições: 30-31, 36, 40-41, 47-56, 56-58.

**CNI – Confederação Nacional da Indústria/ COMPI – Unidade de Competitividade Industrial** (2002). Metrologia. *Projetos Sensibilização e Capacitação da Indústria em Normalização, Metrologia e Avaliação da Conformidade*. 2ª Edição revisada. Brasília: 30-33.

**CGA – Coordenação Geral de Acreditação** (2012). Orientações sobre Verificação Intermediária das Balanças. DOQ-CGCRE-036 (Revisão 00 – Dez/2012): 3.

**Diretiva do Parlamento Europeu e do Conselho 2014/31/EU**. Harmonização da legislação dos Estados-Membros respeitante à disponibilização de instrumentos de pesagem não automáticos no mercado (reformulação) 26 de fevereiro: 107-148.

**DL - Decreto-Lei n.º 183/86** 12 de julho. I Série, **158**: 1687-1694.

**DL - Decreto-Lei n.º 291/90**. 20 de setembro. I Série, **218**: 3879-3882.

**DL - Decreto-Lei n.º 140/2004**. 8 de junho. I Série-A, **134**: 3614-3619.

**DL - Decreto-Lei n.º 23/2011**. 11 de fevereiro. I Série, **30**: 744-746.

**DL - Decreto-Lei n.º 37/2004**. 26 de fevereiro. I Série-A, **48**: 1006-1009.

**DL - Decreto-Lei n.º 71/2012**. 21 de março. I Série, **58**: 1316-1319.

**DL - Decreto-Lei n.º 80/2014**. 15 de maio. I Série, **93**: 2836-2837.

**EA – European Accreditation** (2017). About EA. <http://www.european-accreditation.org/about-us>, consultado em 03/12/2017.

**EA-4/02 M:2003**. *Evaluation of the Uncertainty of Measurement In Calibration (Revisão 1)*: 4-9, 11-12.

**EN ISO 8655-2:2002**. *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipette (Incorporating Corrigendum December 2008)* (1ª Edição): 1-6.

**EN ISO 8655-6:2002**. *Piston-operated volumetric apparatus - Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error (Incorporating Corrigendum December 2008)* (1ª Edição): 3.

**EURAMET – European Association of National Metrology Institutes** (s/d). EURAMET – The European Association of National Metrology Institutes. <https://www.euramet.org/about-euramet/>, consultado em 03/12/2017.

**EURAMET – European Association of National Metrology Institutes** (2015). *Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments*. Calibration Guide No. 18 Version 4.0. Novembro: 4-5.

**EURAMET Calibration Guide No.18.** *Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments*. Version 4.0 (11/2015): 5.

**Filipe E** (2015). *O Sistema Nacional de Metrologia. O Novo Sistema Internacional de Unidades*. Instituto Português da Qualidade: 7-12, 17-18.

**GEON – General European OMCL Network** (2017). *Quality Management Document. Qualification of Equipment – Core document*. PA/PH/OMCL (08) 73 R3. Maio: 2.

**GEON – General European OMCL Network** (2013). *Qualification of Balances. Annex 8 to the OMCL Network Guideline “Qualification of Equipment”*. PA/PH/OMCL (12) 77 7R. Dezembro: 3-5.

**Guedes P** (2011). *Metrologia Industrial*. Lisboa, Edições Técnicas e Profissionais: 1, 9-17, 19, 31-33, 35-39, 44-55, 94-104, 106-118, 171-175, 187-189.

**Howarth P, Redgrave F** (2008). *“Metrology – in short”* (3ª edição). EURAMET: 13-20, 30, 77-81.

**ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation** (s/d). *About ILAC*. <http://ilac.org/about-ilac/>, consultado em 03/12/2017.

**ILAC-P14:12/2010.** *ILAC Policy for Uncertainty in Calibration*: 8.

**ILAC-G24:2007 / OIML D 10:2007 (E).** *Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments*: 7-8.

**IPAC – Instituto Português de Acreditação** (s/d). *A Acreditação*. <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>, consultado em 13/01/2018.

**IPAC – Instituto Português de Acreditação** (2007). *Guia para o controlo do equipamento de medição e ensaio em laboratórios clínicos*. OGC008. Dezembro: 2-3.

**IPAC – Instituto Português de Acreditação** (2011). *Avaliação da incerteza de medição em calibração*. OGC010. Janeiro: 2-8.

**IPAC – Instituto Português de Acreditação** (2015). *Guia para a acreditação de laboratórios químicos*. OGC002. Maio: 4-6.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2012). *Vocabulário Internacional de Metrologia – VIM* (1ª Edição): ii, 2-28, 46-49

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2017a). *Vocabulário Internacional - Termos de Metrologia Legal – VIML* (1ª Edição): ii, vii, 1-2.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2017b). Enquadramento Internacional. <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/apresentacao/repint/Pages/DMET-Replnt.aspx>, consultado em 03/12/2017.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2017c). *O processo de Normalização Nacional*. Novembro: 6-7.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2018a). Instituto Português da Qualidade. <http://www1.ipq.pt/PT/IPQ/Pages/IPQ.aspx>, consultado em 11/01/2018.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2018b). Reconhecimento. <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/apresentacao/reconhecimento/Paginas/Reconhecim ento.aspx>, consultado em 18/01/2018.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2018c). Principais Atribuições do Departamento de Metrologia. <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/apresentacao/atribuicoes/Paginas/Atribuicoes.aspx>, consultado em 18/01/2018.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2018d). Sistema Português da Qualidade. <http://www1.ipq.pt/PT/SPQ/Pages/SPQ.aspx>, consultado em 11/01/2018.

**IPQ – Instituto Português da Qualidade** (2018e). Controlo Metrológico. <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/scontrolometrologico/regpub/Pages/RegPub.aspx>, consultado em 18/02/2018.

**ISO 385:2005**. *Laboratory glassware — Burettes* (1ª Edição): 2-3, 8.

**ISO 4787:2010 (E)**. *Laboratory glassware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use* (2ª Edição): 3.

**ISO 4788:2005**. *Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders* (2ª Edição): 3.

**ISO 648:2008.** *Laboratory glassware — Single-volume pipettes* (2ª Edição):  
3.

**ISO 835:2007.** *Laboratory glassware -- Graduated pipettes* (1ª Edição): 3.

**ISO 1042:1998.** *Laboratory glassware -- One-mark volumetric flasks* (4ª Edição): 3.

**ISO 8655-5:2002.** *Piston-operated volumetric apparatus – Part 5: Dispensers (Incorporating Corrigendum December 2008)* (1ª Edição): 3.

**JCGM 100:2008.** *Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement* (1ª Edição): viii, 1, 5, 9-14, 18-19, 23-24, 93, 109-113.

**JCGM 104:2009.** *Evaluation of measurement data — An introduction to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” and related documents* (1ª Edição): vi, 2.

**JCGM** (2012). JCGM - Comité Conjunto de Guias em Metrologia. <http://www.iso.org/sites/JCGM/JCGM-introduction.htm>, consultado em 26/11/2017.

**JCGM 200:2012.** *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)* (3ª Edição).

**Leta FR, Baldner FO, Costa PB, Gomes JFS** (2016). *Metrologia por Imagem* (1ª Edição). Rio de Janeiro, Elsevier: 13-16; 20-23; 29-30; 32-33.

**Moraes G** (2010). *Elementos do Sistema de Gestão de SMSQRS* (2ª Edição). Gerenciamento Verde Editora. Volume 2: 238-243, 245-246, 252-256.

**Neto JCS** (2012). *Metrologia e Controle Dimensional*. Rio de Janeiro, Elsevier: 12, 16-17, 21-22; 27-28; 47, 184-188, 209-213, 215-216, 229-231.

**NP EN ISO 10012:2005.** *Sistemas de gestão da medição. Requisitos para processos de medição e equipamento de medição*: 7,9, 13.

**NP EN ISO/IEC 17025:2005.** *Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração*: 7-8, 24-26.

**NP EN ISO 9001:2015.** *Sistemas de Gestão da Qualidade – Requisitos* (4ª Edição): 18.

**OIML R 76-1: 2006 (E).** Non-automatic weighing instruments – Part 1: Metrological and technical requirements – Tests: 26-27

**Oliveira A** (s/d). Probabilidade e Distribuições de Probabilidade. <http://alexandreprofessor.blogspot.pt/p/probabilidade-e-distribuicoes-de.html>, consultado em 03/03/2018.

**Oliveira JCV, Costa-Félix RPB** (2017). Vocabulário internacional de metrologia (VIM). In Costa-Félix RPB, Bernardes A. *Metrologia. Fundamentos*. Rio de Janeiro, Brasport. Volume 1: 57-58, 65-67, 70-72.

**RELACRE (2009).** Guia Relacre nº1 – Calibração de material volumétrico (3ª Edição): 22-23, 44.

**Santos FS, Ripper GP** (2017). Estrutura metrológica internacional. In Costa-Félix RPB, Bernardes A (Eds). *Metrologia: Fundamentos*. Rio de Janeiro, Brasport. Volume 1: 182-186, 188.

**SENAI – Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial** (2015). *Instrumentação Geral*. São Paulo, SENAI-SP Editora: 81-84.

**SENAI – Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial** (2016). *Confiabilidade metrológica*. São Paulo, SENAI-SP Editora: 22-23, 84-85, 90-91, 117-122.

**Senna MJH** (2017). Metrologia legal. In Costa-Félix RPB, Bernardes A (Eds). *Metrologia: Fundamentos*. Rio de Janeiro, Brasport. Volume 1: 210-212.

**Sousa C** (2010). *Metrologia- Notas Históricas. Cadernos Técnicos*. Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica: 14-16.

**WELMEC – European Cooperation in Legal Metrology** (2017). WELMEC Information. <http://www.welmec.org/welmec/welmec-tour/welmec-information/>, consultado em 03/12/2017.

# 7

## ANEXOS

---

## **ANEXO A**

# **Cálculo de Incertezas**

### Avaliação de Tipo A da incerteza-padrão

A avaliação da incerteza de tipo A é geralmente utilizada para determinar um valor que sirva de indicador para a repetibilidade ou aleatoriedade de um processo de medição, em determinadas condições. Neste caso, são contempladas as componentes avaliadas por métodos estatísticos para uma série de determinações repetidas. O desvio-padrão da média é considerado como a melhor estimativa para a incerteza de medição ou incerteza-padrão (Guedes, 2011; IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003).

Assumindo que a grandeza de saída  $Q$  depende de um certo número de grandezas de entrada  $X_i (i = 1, 2, \dots, N)$ , tem-se a seguinte relação funcional (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$Q = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (9)$$

Assume-se que a grandeza de entrada  $X_i$  repetidamente medida é a grandeza  $Q$ . Quando  $n$  observações ( $n > 1$ ) são estatisticamente independentes, a estimativa da grandeza  $Q$  é  $q$  e as estimativas de  $X_i$  são  $x_i$ . A melhor estimativa disponível do valor esperado  $\mu_q$  de uma grandeza  $q$  que varia aleatoriamente e para a qual  $n$  observações independentes  $q_k$  foram obtidas sob as mesmas condições de medição, é a média aritmética ou média  $\bar{q}$  das  $n$  observações (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (10)$$

A avaliação da incerteza de medição associada à estimativa de  $\bar{q}$  pode ser feita por uma das seguintes metodologias:

**a)** As observações individuais  $q_k$  diferem em valor devido a efeitos aleatórios nas grandezas de influência. A variância experimental das observações, que estima a variância  $\sigma^2$  da distribuição de probabilidade de  $q$ , é dada por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$s^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2 \quad (11)$$

A raiz quadrada positiva desta variância,  $s(q_k)$ , designada desvio-padrão experimental, caracteriza a variabilidade dos valores  $q_k$  observados, ou seja, a sua dispersão em torno da sua média  $\bar{q}$ . A melhor estimativa da variância da média,  $\sigma^2(\bar{q})$ , é a variância experimental da média, dada por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q_k)}{n} \quad (12)$$

O desvio-padrão experimental da média,  $s(\bar{q})$ , dado pela raiz quadrada positiva da variância experimental da média é considerada a melhor estimativa para a incerteza-padrão,  $u(\bar{q})$  (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) = \frac{s(q_k)}{\sqrt{n}} \quad (13)$$

Geralmente, quando o número  $n$  de observações for pequeno ( $n < 10$ ), terá de se ter em consideração a fiabilidade desta avaliação. Se o número de observações não puder ser aumentado, deverão ser consideradas outras metodologias para a avaliação da incerteza-padrão (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008).

**b)** Para uma medição bem caracterizada e sob controlo estatístico, a estimativa agrupada da variância  $S_p^2$  pode caracterizar melhor a dispersão do que o desvio-padrão estimado a partir de um número limitado de observações (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$S_p^2 = \frac{\sum_{k=1}^n v_i s_i^2}{\sum_{k=1}^n v_i} \quad (14)$$

*Sendo:*

$s_i^2$  = variâncias experimentais

$v_i$  = graus de liberdade

Nestes casos, a variância experimental da média é mais bem estimada através de (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s_p^2}{n} \quad (15)$$

Por sua vez, a incerteza-padrão é dada por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) = \frac{s_p}{\sqrt{n}} \quad (16)$$

### Avaliação de Tipo B da incerteza-padrão

A incerteza associada a uma estimativa  $x_i$  de uma grandeza de entrada  $X_i$ , que não tenha sido obtida através de observações repetidas, é avaliada por julgamento científico, baseado em todas as informações disponíveis sobre a possível variabilidade de  $X_i$ . As informações pertencentes a esta categoria podem ser provenientes de (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento e propriedades de materiais e instrumentos relevantes;
- Especificações de fabricantes;
- Dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
- Incertezas atribuídas a dados de referência provenientes de manuais.

O uso adequado do conjunto de informações disponíveis para uma avaliação de tipo B da incerteza-padrão da medição exige discernimento baseado na experiência e no conhecimento geral, uma capacidade que pode ser aprendida com a prática. Deve ser reconhecido que uma avaliação de tipo B bem fundamentada pode ser tão confiável como uma avaliação de tipo A, especialmente numa situação de medição em que uma avaliação de Tipo A é baseada num número comparativamente pequeno de observações estatisticamente independentes. Os seguintes casos devem ser distinguidos (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

**a)** Se para a grandeza  $X_i$  apenas for conhecido um único valor, por exemplo, um único valor medido, um valor resultante de uma medição anterior, um valor de referência de literatura ou um valor de correção, esse valor deve ser usado como o valor estimado  $x_i$ . A incerteza-padrão  $u(x_i)$  associada a  $x_i$  quando dada, deve ser

adotada. Se isso não acontecer, deve ser calculada a partir de dados inequívocos da incerteza. Se não for possível aumentar o número de observações, terá que se considerar uma abordagem diferente para estimar a incerteza-padrão, de acordo com o referido no ponto **b)** (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003).

**b)** Se for possível assumir uma distribuição de probabilidade para a grandeza  $X_i$  baseada na teoria ou na experiência, então, o correspondente valor esperado e a raiz quadrada da variância desta distribuição, devem ser utilizados como a estimativa de  $x_i$  e a incerteza-padrão associada  $u(x_i)$ , respetivamente (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003).

**c)** Se só for possível estimar os valores extremos, ou seja, os limites superior  $a_+$  e inferior  $a_-$  da grandeza  $X_i$ , como por exemplo, no caso das especificações do fabricante de um instrumento de medição, de um intervalo de temperaturas, erro de arredondamento ou de truncamento proveniente de tratamento automático, então deve ser usada uma distribuição de probabilidade com densidade de probabilidade constante entre esses limites, designada distribuição de probabilidade retangular, para a variabilidade possível da grandeza de entrada  $X_i$ , ou seja, se não há conhecimento específico sobre os valores possíveis de  $X_i$  dentro do intervalo, pode-se apenas supor que é igualmente provável que  $X_i$  esteja em qualquer lugar dentro dele, ou seja, uma distribuição uniforme ou retangular de valores possíveis. Desta forma o valor esperado de  $X_i$  pode ser estimado por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$x_i = \frac{a_+ + a_-}{2} \quad (17)$$

E o quadrado da incerteza-padrão de  $x_i$  torna-se por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u^2(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)^2}{12} \quad (18)$$

Se a diferença entre os valores limite for designada por  $2a$  então a equação anterior torna-se (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u^2(x_i) = \frac{a^2}{3} \quad (19)$$

Contudo, os limites superior e inferior para a grandeza de entrada  $X_i$  podem não ser simétricos em relação a  $x_i$ . Nestes casos o limite inferior é definido como  $a_- = x_i - b$  e o limite superior é  $a_+ = x_i + b$ , então  $b_- \neq b_+$ . Neste caso,  $x_i$  não está no centro do intervalo e a distribuição da probabilidade de  $X_i$  não pode ser uniforme em todo o intervalo. Como pode não haver informação suficiente disponível para escolher uma distribuição adequada, a aproximação mais simples é (JCGM 100:2008):

$$u^2(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)^2}{12} = \frac{(b_+ + b_-)^2}{12} \quad (20)$$

Esta é a variância de uma distribuição retangular com largura total  $b_+ + b_-$ . Em muitas situações práticas de medição em que os extremos são assimétricos, pode ser apropriado aplicar uma correção à estimativa  $x_i$ , que seria  $x'_i = (b_+ - b_-)/2$ , de forma a que a nova estimativa de  $X_i$  esteja no ponto médio entre os limites (JCGM 100:2008).

Na maior parte das situações, é mais realista esperar que valores perto dos limites sejam menos prováveis do que os que estejam perto do ponto médio. Por isso, é razoável substituir a distribuição retangular simétrica por uma distribuição trapezoidal simétrica tendo lados inclinados iguais, tal como um trapézio isósceles, com uma base de largura  $a_+ - a_- = 2a$  e um topo de largura  $2a\beta$ , onde  $0 \leq \beta \leq 1$ . Quando  $\beta \rightarrow 1$ , esta distribuição trapezoidal aproxima-se da distribuição retangular, enquanto que, para  $\beta = 0$ , torna-se uma distribuição triangular. Com base nesta distribuição trapezoidal para  $X_i$ , a estimativa da sua variância é (JCGM 100:2008):

$$u^2(x_i) = \frac{a^2(1+\beta^2)}{6} \quad (21)$$

Quando  $\beta = 0$  torna-se distribuição triangular:

$$u^2(x_i) = \frac{a^2}{6} \quad (22)$$

Em suma, pode-se verificar que as magnitudes das variâncias das distribuições normal, triangular e retangular são similares, tendo em conta as

grandes diferenças na quantidade de informações necessárias para justificá-las. A comparação destas variâncias é demonstrada no Quadro 15.

**Quadro 15. Comparação de variâncias das distribuições normal, triangular e rectangular de  $x_i$  (Adaptado de JCGM 100:2008)**

Distribuição Normal	Distribuição Triângular	Distribuição Retangular
$u^2(x_i) = \frac{a^2}{9}$	$u^2(x_i) = \frac{a^2}{6}$	$u^2(x_i) = \frac{a^2}{3}$

### Incerteza-padrão combinada

A incerteza-padrão combinada é obtida a partir das incertezas-padrão individuais associadas às grandezas de entrada num modelo de medição (IPQ, 2012; Guedes, 2011). Para grandezas de entrada independentes e não correlacionadas entre si, o quadrado da incerteza-padrão combinada associada com a estimativa da grandeza de saída  $Q$  é dado por (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u_c^2(q) = \sum_{i=1}^N u_i^2(q) \quad (23)$$

A grandeza  $u_i(q) (i = 1, 2, \dots, N)$  é a componente da incerteza-padrão combinada da estimativa da grandeza de saída  $q$ , resultando da incerteza-padrão da estimativa da grandeza de entrada  $x_i$  (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$u_i(q) = c_i u(x_i) \quad (24)$$

Onde  $c_i$  é o coeficiente de sensibilidade associado à estimativa da grandeza de entrada  $x_i$  (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008):

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} = \frac{\partial f}{\partial X_i} \Big|_{X_1, X_2, \dots, X_N} \quad (25)$$

O coeficiente de sensibilidade  $c_i$  descreve como a estimativa da grandeza de saída  $q$  é influenciada pelas variações de cada uma das estimativas das

grandezas de entrada  $x_i$ . Pode ser avaliada de acordo com a função modelo  $f$ , sendo  $f$  a função citada na Equação (9) ou através da utilização de métodos numéricos, por exemplo, calculando a variação da estimativa da grandeza de saída  $q$ , por consequente variação na estimativa da grandeza de entrada  $x_i$ . Por vezes, pode ser mais apropriado determinar a variação da estimativa da grandeza de saída  $y$  experimentalmente, repetindo a medição, por exemplo, em  $x_i \pm u(x_i)$  (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008).

Em caso de correlações entre grandezas de entrada num modelo de medição, ou seja, se forem de alguma forma mutuamente dependentes a respetiva covariância tem de ser considerada como uma contribuição para a incerteza. A aptidão para considerar o efeito das correlações depende do conhecimento do processo de medição e da avaliação da dependência recíproca das grandezas de entrada. Em geral, negligenciar correlações entre grandezas de entrada pode levar a uma incorreta avaliação da incerteza-padrão da mensuranda (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008).

A covariância associada às estimativas de duas grandezas de entrada  $X_i$  e  $X_k$  pode ser considerada nula ou desprezável se (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003):

- As grandezas de entrada forem independentes, por exemplo, porque foram medidas repetidamente mas não simultaneamente, em experiências diferentes e independentes, ou porque representam grandezas resultantes de avaliações diferentes que foram feitas independentemente;
- Tanto as grandezas de entrada  $X_i$  como  $X_k$  podem ser consideradas constantes;
- A informação disponível for insuficiente para avaliar a existência de correlação entre as grandezas de entrada

Por vezes, as correlações podem ser eliminadas através de uma adequada escolha da função modelo.

### **Incerteza de medição expandida**

A medida adicional de incerteza que satisfaz o requisito de fornecer um intervalo que contém o conjunto de valores verdadeiros de uma mensuranda, com uma probabilidade determinada é denominada incerteza expandida e é representada por  $U$ . A incerteza expandida é obtida, multiplicando-se a incerteza-padrão

combinada por um fator de expansão  $k$  (IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003; JCGM 100:2008; IPQ, 2012; Guedes, 2011):

$$U = u_c(q) \cdot k \quad (26)$$

O resultado de uma medição é então convenientemente expresso como na Equação (27), que representa o intervalo com o qual se espera abranger uma extensa fração da distribuição de valores que podem ser razoavelmente atribuídos a  $Q$ , com uma certa probabilidade (JCGM 100:2008; ILAC-P14:12/2010):

$$Q = q \pm U \quad (27)$$

O fator de expansão  $k$  é definido a partir da Distribuição "t" de Student e depende do grau de confiança ou probabilidade de expansão pretendida e dos graus de liberdade efectivos da incerteza-padrão combinada da mensuranda. Frequentemente, em situações de medição em que a distribuição de probabilidade é aproximadamente normal e o número efetivo de graus de liberdade de é significativamente grande  $k = 2$ , produzindo um intervalo tendo um nível da confiança de aproximadamente 95 % (JCGM 100:2008; Guedes, 2011; IPAC, 2015; EA-4/02 M:2003).

**ANEXO B**

**Ficha de Equipamento**  
**Mod. 213**

CONTROLVET SEGURANÇA ALIMENTAR		FICHA DE EQUIPAMENTO  <b>IDENTIFICAÇÃO: XX:YY</b>				
DESIGNAÇÃO:		MARCA:				
MODELO:	Nº SÉRIE:	ESTADO DE RECEÇÃO:				
FABRICANTE:		FORNECEDOR:				
DATA RECEÇÃO:	ENTRADA FUNC:	LOCALIZAÇÃO HABITUAL:				
RESOLUÇÃO:	GAMA MEDIÇÃO:	GAMA UTILIZ:	ERRO MÁX. ADMISS.:			
CONTROLO METROLÓGICO:		INTERNO: __	EXTERNO: __	FREQUÊNCIA DO CONTROLO:		
DATA CONTROLO	ENTIDADE	DECISÃO	C / NC	DATA PRÓXIMO CONTROLO	ASSINATURA	OBSERVAÇÕES
OBSERVAÇÕES: _____ _____ _____						
<small>C – Conforme; NC – Não conforme</small>						
<small>Mod. 213/2</small>						

Figura 35. Mod. 213 – Ficha de Equipamento

**ANEXO C**

**Siglas de Equipamentos**  
**Mod. 244**

CONTROLVET SEGURANÇA ALIMENTAR		SIGLAS DE EQUIPAMENTOS	
SIGLA	TIPO DE EQUIPAMENTO	SIGLA	TIPO DE EQUIPAMENTO
AG	Agitador	CC	Contador de colónias
AU	Autoclave	EL	Eléctrodo
AC	Ar condicionado	FM	Flamejador
BA	Balança	RF	Rampa de Filtração
BM	Banho Maria	CN	Cronómetro
BO	Bombas	CR	Cromatografos
CE	Centrifuga	DI	Digestor
DE	Destilador / desionizador	ME	Medidor / peclisse
ES	Estufa	MP	Moinhos / Picadoras
SP	Espectrofotómetro	PE	Peneiros
CD	Conduktivimetro	PL	Polarimetro
TC	Termociclador	PR	Placa de CBO5
FE	Fonte de energia	TH	Termohigrografo
DW	Dispensador Whatman	TI	Tituladores
MP	Micropipetador	HT	Hottes
FL	Fluxos Laminar	AA	Amostrador de Águas
FR	Frigorífico	FO	Fogão
UV	Lâmpada UV	IE	Impressora Etiquetas
HO	Homogeneizador	MS	Máquina de Selar
MA	Massa	PT	Pirómetro
MI	Microscópio	TF	Sistema TEMPO Filler (estação preparação)
MO	Microondas	TR	Sistema TEMPO Reader (estação de leitura)
PI	Pipetadores	LI	Liofilizador
PO	Potenciómetro / Medidor pH	CL	Colunas de HPLC
TE	Termómetro	VIS	Viscosimetro
ML	Máquina de Lavar	BE	Batedeira eléctrica
TN	Tina de Electroforese	SQ	Sequenciador
UP	Unidade de purificação	BU	Bureta
SO	Sonda	AL	Abre latas industrial
SE	Data Logger		
DT	Destruidor de papel		
LG	Labguard		

Figura 36. Mod. 244 – Siglas de equipamentos

**ANEXO D**

**Ficha de Manutenção**  
**Mod. 214**

CONTROLVET SEGURANÇA ALIMENTAR		FICHA DE MANUTENÇÃO  IDENTIFICAÇÃO: XX:YY	
DESIGNAÇÃO:		MARCA:	
MODELO:		N° SÉRIE:	
		ESTADO DE RECEPÇÃO:	
Manutenção planeada:			
DATA	INTERVENÇÃO EFECTUADA		
Mod. 214 / 2			

Figura 37. Mod. 214 – Ficha de Manutenção

## **ANEXO E**

# **Erros Máximos Admissíveis para dispensadores de um único curso**

Quadro 16. Erros Máximos Admissíveis para dispensadores de um único curso  
(Fonte: EN ISO 8655-5:2002)

Volume Nominal (mL)	EMA Sistemático		EMA Aleatório	
	(%)	( $\mu$ L)	(%)	( $\mu$ L)
0,01	2,0	0,2	1,0	0,1
0,02	2,0	0,4	0,5	0,1
0,05	1,5	0,75	0,4	0,2
0,1	1,5	1,5	0,3	0,3
0,2	1,0	2,0	0,3	0,6
0,5	1,0	5,0	0,2	1,0
1	0,6	6,0	0,2	2,0
2	0,6	12,0	0,2	4,0
5	0,6	30,0	0,2	10,0
10	0,6	60,0	0,2	20,0
25	0,6	150,0	0,2	50,0
50	0,6	300,0	0,2	100
100	0,6	600,0	0,2	200
200	0,6	1200	0,2	400