CRITÉRIOS DE ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIOS EM METROLOGIA DE VOLUME

Preparado por: SADCAS Advisory Comité CLAS	**Aprovado por**: CEO da SADCAS	**Data de aprovação**: 2019-11-12 **Data de entrada em vigor**: 2019-11-12

Página Índice

1 OBJETO E ÂMBITO DE APLICAÇÃO 3

2 ABREVIATURAS 3

3 DEFINIÇÕES 3

4 REQUISITOS AMBIENTAIS 5

5 REQUISITOS GERAIS 6

6 PRESCRIÇÕES TÉCNICAS 7

6.1 Calibração de pipetas de pistão 7
6.2 Calibração de vidraria de laboratório 9
6.3 Calibração de Pipetas Automatizadas 10

7 REFERÊNCIAS 11

APÊNDICE A: REGISTO DE ALTERAÇÕES 12

APÊNDICE B: MODELO DO CALENDÁRIO DE ACREDITAÇÃO 13

APÊNDICE C: COEFICIENTES CÚBICOS DE EXPANSÃO 14

1. OBJETO E ÂMBITO DE APLICAÇÃO

O objetivo do presente documento é definir os requisitos ambientais, gerais e técnicos específicos a satisfazer pelos laboratórios acreditados no domínio da metrologia de volumes.

Este documento é aplicável aos laboratórios acreditados pelo Sistema de Acreditação da Comunidade de Desenvolvimento da África Austral (SADCAS). O presente documento não aborda os requisitos de acreditação para fins de conformidade com a legislação nacional em matéria de metrologia.

2. ABREVIATURAS

2.1. **Ex** - Capacidade nominal do volume a entregar.

2.2. **Em** - Capacidade nominal do volume contido.

2.3. **CMC** - Capacidade de calibração e medição.

2.4. **OIML** - Organização Internacional de Metrologia Legal.

2.5. **% rh** - % Humidade Relativa.

2.6. **SANS** - Normas Nacionais da África do Sul.

2.7. **UoM -** Incerteza de medição.

2.8. **UEE** - Unidade em Teste.

2.9. **ILAC** - Cooperação Internacional em Acreditação de Laboratórios.

2.10. **IAF** - Fórum Internacional de Acreditação.

3. DEFINIÇÕES

3.1. Critérios de acreditação

Os critérios de acreditação representam esses requisitos, incluindo os requisitos técnicos que os organismos acreditados são obrigados a cumprir em qualquer momento.

3.2. Organismo acreditado

Por organismo acreditado entende-se uma organização ou instalação acreditada pela SADCAS ou por um membro dos acordos de reconhecimento da Cooperação Internacional para a Acreditação de Laboratórios (ILAC) ou do Fórum Internacional para a Acreditação (IAF).

3.3. Diluidores

Os diluidores são utilizados para fornecer misturas de líquidos de proporções volumétricas definidas. [4]

3.4. Distribuidores

Os distribuidores são utilizados para a administração repetitiva (dispensa) de um volume de líquido medido. [4]

3.5. Micro Pipeta

Uma micropipeta é uma pipeta concebida para fornecer volumes entre 0,1 e 10 000 µl.

3.6. Valor nominal

Valor arredondado ou aproximado de uma quantidade caracterizadora de um instrumento ou sistema de medição que fornece orientação para a sua utilização adequada. Por exemplo, 1 000 ml como valor da quantidade nominal indicado num balão volumétrico de marca única. [9]

3.7. Volume nominal (aparelho de volume operado por êmbolo)

Volume especificado pelo fabricante e utilizado para a identificação e indicação do intervalo de medição. [4]

3.8. Volume nominal (aparelho de volume de vidro)

O volume que a medida se destina a conter ou a fornecer e que é definido por:

- a borda, onde a aba é a linha de datum; quer
- nas medidas de vidro de valor único, a linha de graduação que indica o volume; quer
- a linha de graduação que pretende ser o volume nominal, independentemente das linhas de graduação assinaladas acima ou abaixo dessa linha de volume nominal. [4]

3.9. Pipetas operadas por pistão

As pipetas operadas por pistão são projetadas para pegar (ou aspirar) e entregar líquidos. As pipetas operadas por pistão podem ser predefinidas de fábrica para fornecer um determinado volume ou podem ter volumes selecionáveis pelo usuário dentro de uma faixa de volume útil. As pipetas acionadas por êmbolo podem ser do tipo deslocamento positivo ou deslocamento do ar [4]. Esta definição incluiria micropipetas do tipo operado por êmbolo.

3.10. Picnómetro

Um recipiente padrão usado para medir e comparar as densidades de líquidos.

3.11. Temperatura de referência

A temperatura padrão de referência, ou seja, a temperatura a que o artigo de material volumétrico de laboratório se destina a conter ou entregar o seu volume nominal (capacidade nominal) deve ser de 20 °C [3].

3.12. Seringas

As seringas utilizadas nos Laboratórios dividem-se em duas grandes categorias, instrumentos de metal e vidro de alta precisão e seringas de plástico descartáveis de uso geral, de baixa precisão. [11]

3.13. Unidade de Volume

A unidade de volume é o centímetro cúbico (cm3) ou, em casos especiais, o decímetro cúbico (dm3) ou o milímetro cúbico (mm3), para os quais podem ser utilizadas as denominações mililitro (ml), litro (l) ou microlitro (µl). [3]

4. REQUISITOS AMBIENTAIS

4.1. Aquando da calibração das pipetas e dos objetos de vidro de laboratório, a temperatura ambiente deve ser mantida entre 15 °C e 30 °C, desde que seja estável e constante dentro ± 0,5 °C durante o período de medição.

4.2. Quando as pipetas estiverem calibradas, a humidade relativa deve ser mantida acima de 50 % HR, a fim de minimizar os efeitos da evaporação. [4]. A humidade relativa não é tão crítica na calibração de objetos de vidro de laboratório devido à área de superfície relativamente menor do líquido exposto à atmosfera quando comparada com o volume do líquido.

4.3. Se necessário, o laboratório deve manter registos adequados para demonstrar e confirmar tanto a estabilidade da temperatura como a temperatura.

4.4. A iluminação no laboratório deve ser adequada para facilitar a correta execução dos trabalhos de calibração efetuados. Devem ser tidos em conta os níveis mínimos de iluminação especificados nos regulamentos ambientais locais.

4.5. As correntes de ar produzidas em laboratório por portas, ventiladores e/ou aparelhos de ar condicionado devem ser de molde a não terem um efeito adverso nos resultados das medições, devendo, sempre que necessário, ser utilizado o isolamento local sob a forma de proteções de rascunho.

4.6. Os instrumentos de medição utilizados para medir e registar a temperatura ambiente, a humidade relativa e/ou a pressão barométrica no laboratório devem ser calibrados por um laboratório de calibração conforme com a norma TR da SADCAS 09: Critérios para a Realização de Calibração e Verificações Intermédias em Equipamentos Utilizados em Instalações Acreditadas.

5. REQUISITOS GERAIS

5.1. Os laboratórios devem dispor de uma política e de um procedimento que abordem a forma como as suas próprias normas e equipamentos, bem como os que pertencem aos clientes, devem ser manuseados, limpos e mantidos. Estas políticas e procedimentos devem igualmente abordar a descontaminação biológica e química.

5.2. Os laboratórios devem estar equipados com equipamento de medição calibrado adequado, necessário para efetuar a calibração por meios gravimétricos, e devem incluir:

- Um dispositivo de pesagem analítico, microbalança ou equivalente, conforme adequado;
- Termómetro/s;
- Higrômetro; e ainda
- Barómetro.

O quadro 1 indica a resolução mínima para o dispositivo de pesagem, adequada ao volume selecionado do aparelho submetido a ensaio [5]

Tabela 1 - Resolução Mínima Fou O DispositivoW eighing , Apropriado To O Seleito Volume Of OA pparatus Em Teste

Volume selecionado do aparelho a ensaiar	Resolução mínima do dispositivo de pesagem (mg)
1 µl ≤ V ≤ 10 µl	0.001
10 µl < V ≤ 100 µl	0.01
100 µl < V ≤ 1000 µl	0.1
1 ml < V ≤ 10 ml	0.1
10 ml < V ≤ 200 ml	1

5.3. Os dados em bruto não devem ser registados a lápis nem a tinta apagável.

5.4. O âmbito da acreditação deve enumerar os tipos de equipamento de medição e distribuição de volumes que o laboratório é competente para calibrar no âmbito do parâmetro «metrologia de volume». Esta lista pode incluir o seguinte:

- Seringas;
- Pipetas automatizadas (de vidro);
- Pipetas de pistão;
- Buretas;
- Fralos;

- Cilindros de medição;
- Picnómetros;
- Diluidores;
- Distribuidores;
- Medidas simples que não o vidro;
  - Medidas de Greve de Metais; e ainda
  - Outras medidas metálicas.

Os métodos internos e os métodos de referência devem ser indicados no calendário de acreditação.

6. PRESCRIÇÕES TÉCNICAS

6.1. Calibração de pipetas de pistão

6.1.1. Deve utilizar-se água destilada ou desionizada para calibrar pipetas e permitir que tanto a água como o equipamento a calibrar estabilizem durante um período não inferior a 2 horas antes de se efetuar a calibração. [5]

6.1.2. Ao dispensar volumes especialmente inferiores a 50 µl, devem ser tidos em conta os erros devidos à evaporação do líquido de ensaio durante a pesagem. Se a evaporação tiver sido determinada experimentalmente e corrigida, a incerteza associada à correção deve ser incluída no orçamento de incerteza. [5]

6.1.3. Quando os volumes de distribuição forem superiores a 50 µl, a incerteza associada à evaporação pode ainda ser um fator de influência na incerteza de medição associada. Se se considerar que a incerteza associada à evaporação é insignificante, o laboratório deve dispor de provas documentadas em apoio desta alegação.

6.1.4. Ao calibrar pipetas que produzem um volume selecionado variável, as pipetas devem ser calibradas a um mínimo de 3 volumes diferentes, a saber:

- O volume nominal;
- 50% do volume nominal; e ainda
- 10% do volume nominal ou do limite inferior especificado pelo fabricante.

Cada canal de uma pipeta multicanal deve ser tratado como uma pipeta separada.

6.1.5. Ao calibrar pipetas pelo método gravimétrico, efetuar-se-á, no mínimo, 10 medições em cada volume de ensaio [5]

6.1.6. Antes do início e após a entrega concluída, registam-se a pressão barométrica, a humidade relativa, a temperatura do ar e a temperatura do líquido de ensaio com uma aproximação de 1 kPa, 10 % e 0,2 ^{oC}. [5]

6.1.7. O laboratório deve dispor de um procedimento exaustivo que descreva o processo de calibração, devendo esse procedimento abranger, no mínimo:

- Procedimento de manuseamento da pipeta;
- A adição de água ao recipiente de pesagem;
- Registo das condições de medição;
- Pré-humedecimento da ponta da pipeta;
- A aspiração do volume de ensaio;
- A entrega do volume de teste;
- Blow out;
- O procedimento de pesagem;
- Conversão da massa em volume;
- Evaporação;
- Medições por volume;
- A estimativa da incerteza; e ainda
- Validação.

6.1.8. O certificado de calibração deve incluir:

- A identificação da pipeta, incluindo o nome do fornecedor (ou fabricante), o tipo ou número do modelo, o número de série (número único ou outro número de inventário), o volume nominal ou a gama de volumes;
- A temperatura de referência;
- Identificação da ponta da pipeta (ou descrição);
- As condições ambientais (pressão barométrica, humidade relativa e temperatura); e ainda
- Referência ao procedimento utilizado.

6.1.9. Quando os dispositivos são feitos de materiais compósitos (por exemplo, pipetas de êmbolo), é difícil indicar um valor específico para o coeficiente térmico de expansão, pelo que a calibração deve ser conduzida a uma temperatura tão próxima da temperatura a que a pipeta vai ser utilizada, devendo esta temperatura ser especificada no certificado de calibração. Um valor aproximado do coeficiente cúbico de expansão deve então ser usado para estimar a incerteza da medição. Ver apêndice C.

6.1.10. Ao calcular a incerteza de medição:

- A massa (balanço ou peças de massa dependentes do método);
- A evaporação e/ou correção da evaporação;
- A temperatura da água;
- A densidade do ar determinada a partir da temperatura, pressão e humidade relativa do ar;
- Características do instrumento, tais como coeficiente de expansão térmica;
- A repetibilidade da medição; e ainda
- A conversão de massa em volume, inclusive quando são usados fatores de correção Z.

Qualquer desvio em relação ao acima exposto deve ser tecnicamente justificado e apoiado por provas documentadas. [8]

6.2. Calibração de vidraria de laboratório

6.2.1. Além dos equipamentos identificados no ponto 5.2, o laboratório deve dispor de um cronómetro necessário para a avaliação do prazo de entrega.

6.2.2. A temperatura padrão de referência, ou seja, a temperatura a que os objetos volumétricos de vidro se destinam a conter ou a fornecer o seu volume nominal, é de 20 °C [3]. Se o laboratório calibrar os objetos de vidro a uma temperatura de referência diferente de 20 °C, tal deve ser claramente indicado no certificado ou relatório de calibração.

6.2.3. Antes da calibração, os objetos de vidro devem ser inspecionados visualmente para determinar se existem defeitos visíveis, as linhas de graduação devem estar limpas, permanentes e de espessura uniforme e devem situar-se em planos perpendiculares ao eixo longitudinal dos objetos de vidro. Não deve haver irregularidade no espaçamento das linhas de graduação. [6] Se for observado qualquer defeito nas linhas de vidro ou de graduação, tal deve ser indicado no certificado ou relatório de calibração.

6.2.4. As medições devem ser efetuadas com água destilada ou desionizada própria para uso laboratorial geral. [3]

6.2.5. Deve medir-se a temperatura do líquido e corrigir-se a temperatura a partir da temperatura de referência.

6.2.6. Os objetos de vidro de laboratório devem ser convenientemente limpos antes da calibração.

6.2.7. O procedimento laboratorial deve abranger os seguintes aspetos:

- Limpeza dos vidros;
- Pesagem dos objetos de vidro;
- Enchimento dos vidros;
- Detalhes de como o menisco deve ser definido e lido;
- Prazo de entrega;
- Correções a aplicar em termos de flutuabilidade, temperatura, expansão térmica e densidade da água;
- A conversão de massa em volume;
- A estimativa da incerteza; e ainda
- Validação.

6.2.8. O certificado de calibração deve incluir:

- A identificação e descrição dos objetos de vidro, o nome do fornecedor (ou fabricantes), o volume ou capacidade nominal, o número de série (ou outra identificação única);
- A temperatura de referência;

- Indicação se os objetos de vidro se destinam a conter (Em) ou a entregar (Ex) o volume indicado;
- As condições ambientais (Pressão Barométrica, Humidade Relativa e Temperatura); e ainda
- O coeficiente cúbico de expansão utilizado. «(Apêndice C)

6.3. Calibração de Pipetas Automatizadas

6.3.1. Para além do equipamento identificado no ponto 5.2, o laboratório deve dispor de um suporte capaz de suportar a pipeta na posição vertical.

6.3.2. As pipetas automáticas são normalmente utilizadas para a calibração de instrumentos volumétricos – incluindo normas volumétricas de ordem inferior. [7]

6.3.3. A pipeta automática deve ser inscrita com:

- A capacidade nominal;
- ex 20ºC;
- Um número de identificação;
- O nome do fabricante ou fornecedor; e ainda
- O prazo de entrega.

6.3.4. O processo de calibração deve abranger:

- Estabilidade térmica do líquido;
- Limpeza da pipeta automática;
- Pré-umectação de superfícies internas;
- O prazo de entrega;
- Pesagem da amostra volumétrica;
- Recolha de gotejamentos;
- Número de medições a efetuar;
- Correções a aplicar, incluindo densidade da água, flutuabilidade e expansão térmica;
- A estimativa da incerteza; e ainda
- Validação do método.

6.4. As fontes de incerteza na determinação do volume pelo método gravimétrico são as seguintes:

- Massa (balança ou peças de massa);
- Evaporação ou correção da evaporação;
- Temperatura da água;
- Densidade do ar;
- Repetibilidade da medição;
- Leitura do menisco;
- Coeficiente de expansão térmica cúbica;
- Densidade da água; e ainda
- Densidade da peça de massa.

7. REFERÊNCIAS

1. EURAMET cg-19, Versão 3.0 (09/2018) - Orientações sobre a determinação da incerteza na calibração do volume gravimétrico.
2. ISO/IEC 17025:2017 - Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração.
3. ISO 4787:2010 Vidraria de laboratório – Instrumentos volumétricos – Métodos para capacidade de ensaio e para utilização.
4. ISO 8655-1:2002 - Aparelhos volumétricos operados por pistão – Parte 1: Terminologia, requisitos gerais e recomendações do usuário.
5. ISO 8655-6:2002 - Dispositivos volumétricos operados por pistão – Parte 6: Métodos gravimétricos para a determinação de erros de medição.
6. ISO 4788-2005 - Vidraria de laboratório - Cilindros de medição graduada.
7. OIML D26-1999 - Medidas de Entrega de Vidro – Pipetas Automáticas.
8. ISO/TR 20461 - Relatório Técnico - Determinação da incerteza para medições de volume efetuadas pelo método gravimétrico.
9. ISO/IEC Guide 99 (JCGM 200:2012) - Vocabulário internacional de metrologia — conceitos básicos e gerais e termos associados (VIM), emitido pelo BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP e OIML.
10. SANS 1698:2007 - Normas de verificação para a verificação de instrumentos de medição de volume, incluindo normas comerciais de volume. Edição 1.2 (ISBN 978-0-626-19459-8)
11. UKAS LAB 15 Rastreabilidade - Volumetric Apparatus Ed 2 março 2009

APÊNDICE A - REGISTO DE ALTERAÇÕES

Status da revisão	Alteração			Aprovado por	Data de Entrada em Vigor
	Página	Cláusula/Subcláusula	Descrição da Alteração		
Nº 1	-	-	-	SADCAS CEO	2019-11-12

APÊNDICE B: MODELO DO CALENDÁRIO DE ACREDITAÇÃO

S C H E D U L E DE A C C R E D I T A T I O N

METROLOGIA DE VOLUME

Número de acreditação de laboratório: CAL-9 ..... (ISO/IEC 17025:2017)

Endereço Permanente do Laboratório	**Signatários técnicos** : ....
Endereço postal	**Representante Nomeado** : ....
Tel. : .... **Célula** : .... **Telefax** : .... **Email** :	**Questão n.º** : .... **Data de emissão** : .... **Data de validade** : ....

ITEM	QUANTIDADE MEDIDA OU TIPO DE GABARITO OU INSTRUMENTO	MÉTODO	GAMA DE QUANTIDADES MEDIDAS	CAPACIDADE DE CALIBRAÇÃO E MEDIÇÃO EXPRESSA EM INCERTEZA (±)
1	Micropipetas / Seringas	Interna: por exemplo, *P-NMI-xyz* Referência: por exemplo, *EURAMET cg-19*	1 µl a 10 µl	0,3 µl
			10 µl a 100 µl	0,9 µl
			100 µl a 200 µl	0,8 µl
			200 µl a 500 µl	2,8 µl
2	Artigos de vidro	Interna: .... Referência:	10 ml a 5 l	0,05 %

Data original da acreditação: ....

A CMC, expressa como uma incerteza expandida de medição, é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada por um fator de cobertura k = 2, correspondendo a um nível de confiança de aproximadamente 95%.

.....

Gestor Técnico SADCAS

APÊNDICE C: COEFICIENTES CÚBICOS DE EXPANSÃO

Coeficientes cúbicos de expansão de diversos materiais utilizados na fabricação de dispositivos de medição e distribuição de volume

Materiais	**Coeficiente cúbico de expansão térmica**	**Fonte de referência**
Material plástico	0.000 300 $^{\circ C^{-1}}$ *	Guia sobre NPL 69
Sílica fundida (quartzo)	0.000 001 6 $^{\circ C^{-1}}$	Norma ISO 4787-1984
Vidro Borossilicato (Pyrex)	0.000 010 $^{\circ C^{-1}}$	Norma ISO 4787-1984
Vidro Soda-Lime	0.000 025 $^{\circ C^{-1}}$	Certificação ISO 4789-1984
Aço macio	0.000 033 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Aço Inoxidável	0.000 051 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Cobre, latão	0.000 053 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005
Alumínio	0.000 069 $^{\circ C^{-1}}$	SANS 1698-2005

* O coeficiente cúbico de expansão dos materiais "plásticos" pode variar muito devido à sua composição real.