

GESTÃO DO PROGRAMA BRASILEIRO DE METROLOGIA EM QUÍMICA FOCO NA COMPETITIVIDADE

Vera Maria Lopes Ponçano¹, Maria Luiza Otero D'Almeida¹, Ieda Kanashiro Makiya¹

(1) IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, São Paulo, Brasil

Resumo: Este trabalho apresenta as ações do Programa Brasileiro de Metrologia Química no incentivo a programas interlaboratoriais, ao desenvolvimento de materiais de referência e na intensificação da capacitação de laboratórios de alta competência metrológica objetivando a competitividade brasileira no mercado globalizado.

Palavras-chave: metrologia, programas interlaboratoriais, materiais de referência.

1. INTRODUÇÃO

O crescimento acelerado da metrologia em química no contexto internacional permite prever que daqui a poucos anos não mais haverá espaço no mercado para produtos sem qualidade assegurada. E a qualidade assegurada exige que os resultados laboratoriais que sustentam os dados relatados para esses produtos tenham sua rastreabilidade a padrões internacionais garantida através do uso de materiais ou técnicas de referência reconhecida, em todos os laboratórios de ensaios, sejam eles de indústrias, centros de pesquisas, universidades ou órgãos de controle e de fiscalização.

Assim, é de extrema importância para o Brasil acelerar a conscientização dos laboratórios e ampliar a oferta das ferramentas metrológicas básicas, a fim de possibilitar o aperfeiçoamento metrológico rápido e homogêneo da comunidade laboratorial nacional, garantindo a credibilidade de seus resultados e dos produtos do País, bem como a participação nos organismos mundiais dirigentes da metrologia em química.

Com esse enfoque, o Programa Brasileiro de Metrologia em Química - PBMQ foi criado em 1998, no âmbito do Subcomitê de Metrologia em Química do Comitê Brasileiro de Metrologia do CONMETRO. Este Programa é constituído por um conjunto de ações que vem procurando dotar o País de uma sólida base metrológica em química, por meio do uso das competências nacionais nesta área.

O princípio do uso das competências já existentes que norteia o PBMQ, deve-se ao fato de que, dada a abrangência e a complexidade da área da metrologia em química, é praticamente impossível dispor em um

único instituto de todos os recursos necessários para a sua consolidação. Esta impossibilidade se coloca não só em relação ao volume de recursos materiais que seriam necessários, mas também aos recursos humanos, pois demandaria um tempo bastante longo para que o corpo técnico pudesse atingir um treinamento adequado nas diversas medições e este tempo deixaria o Brasil exposto a fragilidades, sem um sistema laboratorial confiável e reconhecido segundo os padrões internacionais vigentes.

Dentre as atividades desenvolvidas pelo PBMQ, três merecem destaque especial por constituírem alicerces fundamentais para o avanço da qualidade metrológica e, por conseguinte, para obtenção de competitividade. São elas:

- desenvolvimento de programas interlaboratoriais;
- produção de materiais de referência; e
- aprimoramento de laboratórios de alta competência metrológica.

2. PROGRAMAS INTERLABORATORIAIS (PIs)

O princípio de Programas Interlaboratoriais é a comparação de resultados obtidos por vários laboratórios, tendo como foco:

- **na certificação de material de referência**, onde o objetivo é avaliar sua adequação para utilização em ensaios específicos ou procedimentos de medição.
- **na validação de métodos de ensaio**, onde o objetivo é estabelecer a efetividade e a compatibilidade de novos métodos de ensaio ou de medição, e, similarmente, monitorar métodos estabelecidos; e
- **na avaliação de laboratórios de ensaio**, onde o objetivo é determinar e/ou monitorar o desempenho de laboratórios individuais para ensaios ou medições específicas.

Os programas interlaboratoriais seguem as diretrizes especificadas nos ISO/IEC Guias 43-1 e 43-2^[1,2]. Devem ter um coordenador, cujas funções principais são a de definir o propósito do programa, a natureza dos itens de ensaio, as metodologias a serem usadas,

além de cuidar das operações e sistemas envolvidos na aplicação do programa. Ao participante dos programas cabe seguir as orientações do coordenador.

Pontos relevantes em Programas Interlaboratoriais são a obtenção e preparação das amostras encaminhadas aos participantes e o sistema estatístico utilizado no tratamento dos dados enviados pelos participantes.

Dos tipos de Programa Interlaboratorial citados o mais premente é o com foco em laboratórios, pois há uma demanda conseqüente de sistemas de qualidade que visam confiabilidade metrológica. A participação em programas interlaboratoriais é requisito da norma *NBR ISO-IEC 17025:2001 - Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e de Calibração (item 5.9)* [3] como forma de um laboratório demonstrar sua proficiência ou a compatibilidade de resultados.

Tais tipos de programas são primordiais no diagnóstico da qualidade de serviços de laboratórios em áreas

específicas e para a implantação de ações que venham propiciar a eles a necessária confiabilidade metrológica.

Os laboratórios participantes de programas têm também benefícios que indiretamente atribuem a eles competitividade no mercado globalizado. Entre estes benefícios, podem-se citar: melhoria da confiabilidade metrológica dos dados emitidos pelo laboratório; conhecimento da natureza dos desvios cometidos (sistemáticos ou aleatórios); monitoramento de metodologias e da calibração/afecção dos equipamentos; detecção de necessidades de treinamento; aprimoramento dos serviços prestados; e *benchmarking*.

O PBMQ tem uma Rede de provedores de Programas Interlaboratoriais, apresentada na Tabela 1, sendo constante o incentivo à entrada de novos provedores.

Tabela 1. Rede de Programas Interlaboratoriais do PBMQ

PROGRAMA	PROVEDOR	ENSAIOS OFERECIDOS
Óleo cítrico	IPT	Densidade (digital e picnômetro), índice de refração, rotação ótica, índice de peróxido, resíduo de evaporação, limoneno, componentes carbonílicos, butirato de etila, valenceno.
Óleo lubrificante	IPT	Viscosidade cinemática, número de acidez total, ponto de fulgor, ponto de combustão, cor, densidade relativa, teor de água.
Aço	IPT	Carbono, silício, manganês, fósforo, enxofre, cromo, níquel, molibdênio, cobre, alumínio, titânio, vanádio.
Borracha	IPT	Densidade hidrostática, dureza tipo A, resistência ao rasgamento, resistência à abrasão, tensão na ruptura (antes e após envelhecimento), alongamento na ruptura (antes e após envelhecimento), módulo de elasticidade a 100%.
Papel	IPT	Umidade, gramatura, espessura, permeância ao ar (<i>Gurley e Bendtsen</i>) aspereza <i>Bendtsen</i> , absorção superficial de tinta K&N, resistência superficial com cera <i>Dennison</i> , alvura direcional, alvura difusa, opacidade direcional, opacidade difusa, brilho especular, resistência à tração, resistência ao rasgo, resistência ao esmagamento de anel, resistência à compressão (<i>Concora</i>), rigidez <i>Taber</i> , pH do extrato aquoso (a frio e a quente), cinza, capacidade de absorção de água <i>Cobb</i> , resistência à permeação de líquidos (<i>Hércules</i>).
Pasta celulósica	IPT	Sujeira, viscosidade (dinâmica e intrínseca), número Kappa, solúveis em diclorometano, avaliação da moagem <i>Jokro</i> , avaliação da moagem PFI, resistência à drenagem <i>Shopper Riegler</i> , drenabilidade CSF, avaliação do processo de formação de folhas.
Papelão ondulado	IPT	Gramatura, espessura, resistência ao esmagamento (<i>flat crush</i>), resistência à compressão (<i>edge crush</i>), capacidade de absorção de água <i>Cobb</i> .
Tinta anticorrosiva	IPT	Viscosidade <i>Stomer</i> , viscosidade do copo <i>Ford</i> , sólidos por massa, sólidos por volume, massa específica, grau de dispersão, poder de cobertura.
Água	SENAI/CETIND	Cloreto, cianeto, fosfato, carbonato, benzeno, tolueno, etil-benzeno, m,p-xilenos, o-xileno, hidrocarbonetos poliaromáticos (HPAs).
Sangue	IAL	Chumbo.
Alimentos	CIENTEC	Gordura por hidrólise em pó para alimentos, açúcares totais em pó para alimentos, fibra alimentar em produtos de confeitaria, proteínas em produtos de confeitaria.
Radio-fármacos	IRD	Ga-67, I-131, I-123, Tc-99m, Tl-201.

Nota: IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - São Paulo
 SENAI/CETIND - Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial/Centro de Tecnologia Industrial Pedro Ribeiro - Bahia
 IAL - Instituto Adolfo Lutz - São Paulo
 CIENTEC - Fundação de Ciência e Tecnologia - Rio Grande do Sul
 IRD - Instituto de Radioproteção e Dosimetria - Rio de Janeiro

Estão previstos para o período de 2004-2005 a realização de 22 rodadas de programas interlaboratoriais.

Ainda, o PBMQ por meio de suas interações internacionais tem recebido amostras, através de convênios com instituições estrangeiras, tais como: SIM (Sistema Inter-

americano de Metrologia), CCQM (Comitê Consultivo para a Quantidade de Matéria) e BERM (International Biological and Environmental Reference Material), que são encaminhadas a laboratórios nacionais permitindo a participação destes em programas de cunho internacional. Além disso, também tem viabilizado a inscrição de provedores da Rede em Programas Interlaboratoriais de interesse dos mesmos.

Tendo ações voltadas a aumentar o número de laboratórios nacionais participantes em Programas Interlaboratoriais, o PBMQ tem como meta o aumento da confiabilidade metrológica no país e, por conseguinte, de sua competitividade no mercado mundial.

3. MATERIAIS DE REFERÊNCIA (MR)

Materiais de referência são aqueles que têm um ou mais valores de propriedades que são suficientemente homogêneos e bem estabelecidos, para serem usados na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou na atribuição de valores a materiais ^[4].

Atualmente no Brasil, poucos materiais de referência são produzidos, fazendo com que os laboratórios

nacionais dependam de produtos importados para a maioria das análises, o que envolve altos custos e muita burocracia, inibindo o uso desta ferramenta, essencial para a qualidade de resultados. Esta dependência é agravada pelo fato de muitas vezes não existir no exterior determinados tipos de materiais de referência, específicos para o atendimento de produtos da indústria brasileira.

Neste âmbito, o PBMQ identificou áreas prioritárias e selecionou laboratórios com infra-estrutura e capacitação técnica adequadas para elaboração de materiais de referência.

O PBMQ deve viabilizar, no período de 2004-2005, a produção de 17 materiais de referência certificados, seguindo as diretrizes da ISO/IEC Guias de 30 a 35^[5-10]. Estes materiais são apresentados na Tabela 2 e serão utilizados por laboratórios que atuam nos setores de Petróleo, Mineração, Alimentos e Química.

Tabela 2. Materiais de Referência Certificados Propostos

MATERIAL DE REFERÊNCIA	NÍVEIS	APLICAÇÃO	INSTITUIÇÃO
Material de referência de ponto de fluidez	Entre -50°C e -40°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de fluidez	Entre -25°C e -15°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de fluidez	Entre -15°C e -10°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de fluidez	Entre -5°C e 0°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de fluidez	Entre 0°C e 5°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de entupimento	Entre -6°C e 0°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de ponto de entupimento	Entre 0°C e 6°C	Controle da qualidade de lubrificantes e combustíveis	IPT
Material de referência de curva de destilação de óleo diesel	200; 270; 350; 370°C	Controle da qualidade de combustíveis	IPT
Material de referência de curva de destilação de gasolina	60; 110; 170; 200°C	Controle da qualidade de combustíveis	IPT
Minério de ferro com composição química certificada	Ferro total 63%; SiO ₂ 7%; CaO 0,01%; Al ₂ O ₃ 1%; P 0,05%; MgO 0,01%; MnO 0,4%; TiO ₂ 0,1%; S 0,01%	Controle de processos, calibração de instrumentos, validação de métodos de análise de matérias-primas para consumo de siderúrgicas e para a exportação	IPT
Solução tampão de pH	pH a 25°C = 3,567 tartarato de potássio	Calibração de instrumentos, controle da qualidade	INT
Solução tampão de pH	pH a 25°C = 4,005 bifalato de potássio	Calibração de instrumentos, controle da qualidade	INT
Solução tampão de pH	pH a 25°C = 6,865 fosfato de sódio dibásico + fosfato de potássio monobásico	Calibração de instrumentos, controle da qualidade	INT
Solução tampão de pH	pH a 25°C = 7,413 fosfato de sódio dibásico + fosfato de potássio monobásico	Calibração de instrumentos, controle da qualidade	INT
Solução tampão de pH	pH a 25°C = 10,012 carbonato de sódio + bicarbonato de sódio	Calibração de instrumentos, controle da qualidade	INT
Material de referência de peixe com metais pesados certificados	Pb < 500 ng/gr	Controle da qualidade de alimentos, rastreabilidade de ensaios mandatórios pela legislação em vigor	IPEN

Minério de cobre com composição química certificada	(Cu, C, S, Au, As, F, Cl e Mo) em várias faixas	Controle de processos, validação de análises de laboratórios de análises químicas do setor minero-metalúrgico	CETEM
---	---	---	-------

Nota: IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - São Paulo
 IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - São Paulo
 CETEM - Centro de Tecnologia Mineral - Minas Gerais

4. LABORATÓRIOS DE ALTA COMPETÊNCIA METROLÓGICA

O PBMQ tem como proposta formar um Grupo Técnico de Laboratórios de Alta Competência Metrológica em Química, com o objetivo de ter um corpo técnico capacitado para apoiar e discutir diretrizes e políticas metrológicas nacionais.

Uma seleção foi feita considerando a competência laboratorial e as seguintes áreas de atuação: Meio

Ambiente, Alimentos, Saúde, Gases, Fertilizantes, Medicamentos, Materiais, Metais e Minérios, Combustíveis, Produtos Químicos e Materiais Diversos.

Em um primeiro momento, 21 laboratórios formam este Grupo e terão sua alta competência intensificada pelo PBMQ, para melhor servir aos objetivos propostos. A Tabela 3 apresenta a relação destes laboratórios.

Tabela 3. Laboratórios de alta competência metrológica apoiados pelo PBMQ

NOME DA INSTITUIÇÃO	NOME DO LABORATÓRIO
CETEC	Laboratório de Traços Metálicos do Setor de Análises Químicas
CTGAS	Laboratório de Caracterização Química
IPEN	Grupo de Caracterização Química e Isotópica-GCQ
IPEN	Laboratório de Análise por Ativação Neutrônica-LAN
IPEN	Laboratório de Análises de Gases-CQMA
IPEN	Departamento de Radiometria Ambiental
IPEN	Centro de Química e Meio Ambiente
IPT	Laboratório de Análise Química Orgânica
IPT	Laboratório de Análises Químicas Inorgânicas
PUC/Rio	Laboratório de Espectrometria de Massas (ICP-MS)
PUC/Rio	Laboratório de Emissão Atômica (ICP-OES)
ITEP	LabTox - Análise de Resíduos de Agrotóxicos
CDTN	Serviço de Química e Mineralogia - Laboratório de Química Analítica
ITAL	Química - Centro de P&D em Química de Alimentos e Nutrição Aplicada
TECPAR	Departamento de Soluções Tecnológicas
CNEN/Poços de Caldas	Laboratório de Radioquímica
CETESB	Divisão de Análises Físico-Químicas
ANALYTICAL SOLUTIONS	Laboratório de Meio Ambiente
MAPA-Ministério da Agricultura	Laboratório para Análise de Microtoxinas
OXITENO	Coordenadoria de Pesquisa Analítica
IPEN	Centro de Química e Meio Ambiente
CENA	Laboratório de Radioisótopos

Nota: CETEC - Centro Tecnológico de Minas Gerais - Minas Gerais
 CETGAS - Centro de Tecnologia do Gás - Rio Grande do Norte
 IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - São Paulo
 IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - São Paulo
 PUC/RIO - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro
 ITEP - Instituto Tecnológico do Estado de Pernambuco - Pernambuco
 ITAL - Instituto de Tecnologia de Alimentos - São Paulo
 TECPAR - Instituto de Tecnologia do Paraná - Paraná
 CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental - São Paulo
 Analytical Solutions - Rio de Janeiro
 MAPA - Ministério da Agricultura - Distrito Federal
 Oxiteno - São Paulo
 CENA - Centro de Energia Nuclear na Agricultura - São Paulo

5. CONCLUSÃO

O PBMQ conta atualmente com a participação direta de 132 pesquisadores, 44 laboratórios e 34 organizações, dispersas geograficamente entre o Distrito Federal e 8 estados brasileiros: Bahia, Minas Gerais,

Paraná, Pernambuco, Rio de Janeiro, Rio Grande do Norte, Rio Grande do Sul e São Paulo.

O PBMQ tem como meta o aumento do número de provedores e laboratórios participantes de Programas Interlaboratoriais e da produção de materiais de referência, assim como o fortalecimento de laboratórios de alta competência metrológica. Entre

as suas atividades, estão a disseminação, educação e treinamento e a preparação de Normas Brasileiras de interesse.

Outra atividade do PBMQ é a participação em Fóruns Nacionais e Internacionais, sendo as principais interações neste último as seguintes:

SIM - Sistema Interamericano de metrologia

CITAC - Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry

CCQM - Comitê Consultivo para a Quantidade de Matéria

ISO REMCO - International Organization for Standardization Committee on Reference Materials

BERM - International Biological and Environmental Reference Materials

SADCMET - Southern African Development Cooperation in Measurement Traceability

Com este conjunto de ações o PBMQ objetiva o aumento da confiabilidade metrológica no país e por conseguinte sua competitividade no mercado mundial.

REFERÊNCIAS

1. ABNT ISO/IEC Guia 43-1:1999 - Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência.
2. ABNT ISO/IEC Guia 43-2:1999 - Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios.
3. NBR ISO/IEC 17025:2001 - Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
4. VIM - *Vocabulário internacional de termos Fundamentais e gerais de metrologia* INMETRO - Instituto de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, 2ª edição, Brasília, 2000.
5. ABNT ISO GUIA 30:2000. Termos e Definições relacionados com materiais de referência.
6. ABNT ISO GUIA 31:2000. Conteúdo de certificados de materiais de referência.
7. ABNT ISO GUIA 32:2000. Calibração em química analítica e uso de materiais de referência certificados.

8. ISO GUIDE 33:2000. Uses of certified reference materials.
9. ISO GUIDE 34:2000. General requirements for the competence of reference material producers.
10. ISO GUIDE 35:2000. Certification of reference materials - General and statistical principles.

Autoras:

- Farmacêutica-Bioquímica Vera Maria Lopes Ponçano, Centro de Metrologia em Química do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, Av. Professor Almeida Prado, 532, CEP 05508-901, São Paulo, SP, Telefone (0XX11) 3767-4540. E-mail: vcponcano@ipt.br.
- Química Maria Luiza Otero D'Almeida, Divisão de Produtos Florestais/Agrupamento Celulose e Papel do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, Av. Professor Almeida Prado, 532, CEP 05508-901, São Paulo, SP, Telefone (0XX11) 3767-4449. E-mail: malu@ipt.br.
- Engenheira de Alimentos Ieda Kanashiro Makiya, Centro de Metrologia em Química do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, Av. Professor Almeida Prado, 532, CEP 05508-901, São Paulo, SP, Telefone (0XX11) 3767-4183. E-mail: iedakm@ipt.br.