



Desmistifique a Calibração

Desmistifique a Calibração

Desmistifique a Calibração



Desmistifique a Calibração

E descubra as vantagens
deste investimento

Desmistifique a Calibração

Desmistifique a Calibração

Desmistifique a Calibração



A Control-Lab, visando a constante melhoria da qualidade em exames, estruturou um Laboratório de Calibração que hoje conta com uma equipe altamente capacitada aguardando para calibrar seus instrumentos e pela sua visita. E como não poderia deixar de ser é credenciado junto a RBC/Inmetro para volume e oferece calibrações rastreáveis, em conformidade com a ISO série 9000.

Além de toda a competência acumulada, nosso tempo de entrega é mínimo, garantindo a agilidade necessária para que seus instrumentos retornem à rotina sem grandes interrupções e nosso preço seguramente é o que oferece a melhor relação custo/benefício do mercado. Comprove!!!



Laboratório Credenciado pelo
INMETRO sob o nº 214

Neste guia, voltado para usuários de serviços de calibração, buscamos instruí-lo quando a:

- interpretação dos dados de um certificado de calibração;
- critérios de aprovação de um instrumento;
- definição da periodicidade de calibração;
- elaboração de um plano de calibração;
- sistemática de controle;

Laboratório de Calibração

Rua Ana Neri, 416 - Benfica • CEP 20911-440 • Rio de Janeiro - RJ

CNPJ 29.511.607/0001-18 • Insc. Mun. 01.360.221

☎ (21) 3891-9900 • 📠 (21) 3891-9901

✉ calibracao@control-lab.com.br

Calibração

...mais que um diferencial, uma EXIGÊNCIA !

Por que calibrar?

Realidade !!!

Que surpresa não seria constatar que a pipeta usada em sua rotina não dispensa o volume requerido pelo método, ou que a centrífuga não gira na rotação indicada?! Certamente, liberar laudos com base nestas medições seria um grande problema!!!

Uma pesquisa com nossos clientes nos mostra que:

- Cerca de 30% das micropipetas calibradas são reprovadas, contudo apenas 70% destas permitem o ajuste;
- 50% das alças microbiológicas apresentam um erro superior ao permitido pela American Society for Microbiology;
- 10% das vidrarias apresentam um erro superior a tolerância declarada.

Laboratórios que desenvolvem as suas atividades de acordo com as boas práticas laboratoriais (BPLC) ou ainda que estejam inseridos em outros sistemas de garantia da Qualidade como a ISO 9001, necessitam verificar rigorosamente a conformidade de seus equipamentos e instrumentos de medição às especificações requeridas e que os mesmos sejam calibrados periodicamente.

Certificação, Acreditação e Credenciamento!!

A qualidade nos processos deixou de ser apenas um adicional e tornou-se um item obrigatório.

Alguns critérios e normas são de suma importância para o bom funcionamento de seu Laboratório. Dentre eles, os critérios estipulados pelo NCCLS, *American Society for Microbiology*, normas ISO série 9000 (para certificação) e ISO guia 17025 (para credenciamento), que exigem a calibração de vidraria, micropipetas, alças microbiológicas, termômetros, dentre outros.

Satisfação dos Clientes?!?

Se a sua preocupação é a satisfação de seus clientes não deixe esta oportunidade passar, pois na verdade, quem faz a qualidade somos todos nós; cada um buscando o que há de mais importante para seus clientes.

Concorrência?!?

Garantir a CONFIABILIDADE e CREDIBILIDADE dos seus resultados é estar na frente, é tornar-se uma opção natural. E qualidade é um diferencial de mercado determinante, principalmente quando estes resultados interferem na saúde e meio ambiente, que é o caso de ensaios clínicos, de alimentos, água, entre outros.

O que é calibração?

Calibração é um conjunto de operações que busca determinar o valor (ou a faixa de valores) que está sendo medido por um instrumento. Estas operações são feitas através da comparação entre os resultados obtidos pelo instrumento e os obtidos por padrões (rastreadáveis a padrões de referência nacionais e/ou internacionais), sob condições pré-estabelecidas e controladas.

Em resumo, o objetivo da calibração é verificar se a medida obtida por um equipamento é compatível com o esperado e se o mesmo está adequado para a atividade a que se destina.

Por exemplo: Suponhamos que uma bureta de 10mL seja utilizada durante um ensaio no qual o erro máximo permitido é de $\pm 0,5$ mL (tolerância de 9,5 mL a 10,5 mL). Neste caso, se o resultado da calibração apresentar um resultado médio de 9,0mL ou 10,6mL este instrumento é considerado inadequado a este uso e deve ser destinado a uma atividade com tolerância maior.

Dados conclusivos de uma calibração

Média

Corresponde ao resultado médio obtido no instrumento em processo de calibração. Esta é a melhor estimativa do valor real que o instrumento pode apresentar.

Tolerância

É a variação máxima permitida para o instrumento, definida pelo usuário de forma a não prejudicar o resultado do ensaio.

Para estipular a tolerância o usuário deve considerar a variação máxima admissível no resultado final do ensaio em que o instrumento será usado. Lembrando que este pode ser apenas um dos instrumentos usados neste ensaio e que cada um contribui para o erro final.

Erro

É a diferença entre a média encontrada e o valor nominal do instrumento, ou seja, é a diferença entre o que o instrumento está medindo e o valor esperado.

Sempre que um instrumento admite ajustes, o erro pode ser reduzido. Para instrumentos que não admitem ajustes, como o termômetro de líquido em vidro, pode-se utilizar uma curva de correção.

Exemplo:

Um pipetador de volume nominal igual a $10,0\mu\text{L}$, após calibração apresentou como volume médio $7,0\mu\text{L}$. Desta forma, o erro apresentado é de $-3,0\mu\text{L}$ ($= 7,0\mu\text{L} - 10,0\mu\text{L}$).

Após serem feitos ajustes, o instrumento apresentou como volume médio $9,9\mu\text{L}$ e o erro passou a ser igual a $-0,1\mu\text{L}$ ($= 9,9\mu\text{L} - 10,0\mu\text{L}$).

Incerteza

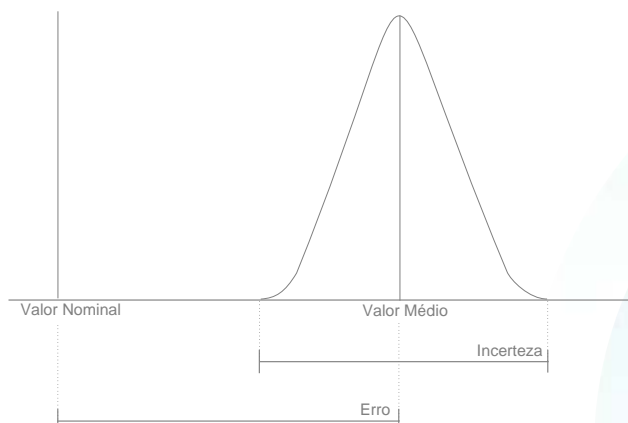
A incerteza representa a variação prevista de uma medida. Este valor é obtido "somando-se" todas as contribuições de variações identificadas (e mensuráveis) durante o processo de calibração.

Exemplo:

Durante o processo de calibração de um balão volumétrico, por método gravimétrico (massa), utiliza-se uma balança (para obter as medidas em unidade de massa) e um termômetro (para medir a temperatura da água).

Desta forma, para o cálculo da incerteza do volume contido no balão são "somadas": a variação das medidas (baseada no desvio padrão), a incerteza da balança e a incerteza do termômetro (obtidas a partir dos certificados de calibração da balança e do termômetro, respectivamente).

Neste caso, para um balão volumétrico de $10,0\text{mL}$, cujo certificado de calibração apresente um valor médio de $9,5\text{mL}$ e uma incerteza de $\pm 0,1\text{mL}$, há 95% de certeza (probabilidade para $k=2$) do volume contido estar entre $9,4$ e $9,6\text{mL}$.



Como aprovar um instrumento?

Para aprovar um instrumento o usuário deve comparar o resultado da calibração (média e incerteza) com a tolerância estipulada.

No caso do instrumento ser reprovado após a comparação existem alguns caminhos possíveis:

- Ajustar para diminuir o erro e calibrar novamente;
- Enviar para a manutenção e calibrar novamente;
- Destinar o instrumento a outra atividade para a qual a tolerância é maior;
- Descartar o instrumento, caso nenhuma das opções acima possam ser adotadas.

Exemplo:

Considere que para a realização de um ensaio é necessário utilizar uma micropipeta de 100,00µL com tolerância de 10 %. A micropipeta é calibrada pela Control-Lab e seu certificado de calibração apresenta os seguintes dados:

Média = 96,30µL e Incerteza = $\pm 0,50\mu\text{L}$.

Será que o pipetador está adequado para o ensaio ?

Média	96,30µL	96,30µL
Incerteza	<u>-0,50µL</u>	<u>+ 0,50µL</u>
	95,80µL	96,80µL

Desta forma, a faixa de resultados prevista para o equipamento é de 95,80µL a 96,80µL.

Aplicando a tolerância de 10% ao volume nominal do pipetador (100L), verificamos que a faixa de variação permitida pelo usuário é de 90,00µL a 110,00µL.



Comparando as duas faixas de valores podemos observar que a faixa prevista na calibração está contida no intervalo definido pelo usuário, o que define o instrumento como **aprovado** para ser utilizado neste ensaio.

Como definir o intervalo entre calibrações?

Baseado no método "Escalonado" NBR ISO 10012-1/1993

O intervalo entre calibrações deve ser definido pelo usuário de forma a garantir que o valor medido pelo instrumento não se altere durante este período. Para definir este intervalo devem ser levados em consideração o uso contínuo ou esporádico do equipamento e os cuidados durante seu manuseio e armazenagem.

Uma boa dica a ser seguida inicialmente é o prazo indicado pelo fornecedor do instrumento.

Independentemente do intervalo estipulado o instrumento deve ser calibrado:

- Após a aquisição, antes de iniciar seu uso;
- Antes de uma manutenção;
- Após uma manutenção.

Para definir o intervalo entre calibrações pode-se usar o seguinte princípio:

- 1º Estipular um intervalo inicial, por exemplo 3 meses;
- 2º Executar 4 (quatro) calibrações utilizando este intervalo inicial:



A cada calibração é necessário comparar o resultado com a tolerância permitida. Lembrando que, se em alguma das calibrações o instrumento for reprovado deve-se diminuir o intervalo entre calibrações imediatamente (recomendação: reduzir a metade).

Caso não ocorra nenhuma reprovação e havendo compatibilidade entre os resultados obtidos em cada calibração este prazo pode ser estendido a, no máximo, o dobro do intervalo anterior.

No entanto, deve-se ter muito cuidado ao estipular um novo intervalo, pois é preferível manter intervalos curtos que possibilitem bons resultados a aumentar o prazo demasiadamente e se arriscar a obter resultados ruins.

Como elaborar um plano de calibração?

Abaixo, são apresentadas sugestões para planejamento e implementação de requisitos mínimos a serem cumpridos quando o objetivo é calibrar instrumentos de medição.

O esquema proposto pode ser desenvolvido em 6 etapas:

1ª Identificação: Cada instrumento de medição deve receber uma identificação única (código, nome, letras/número, etc) que o diferencie dos demais.

Dois dígitos (tipo de instrumento) e três algarismos (seqüencial). Pipetadores: PI__

2ª Classificação: Após identificar todos os instrumentos, montar uma tabela contendo a descrição (tipo, fabricante, modelo, capacidade, valor de uma divisão, etc) e uso (local e atividade em que é usado). (página 08)

Com estes dados é possível definir quais instrumentos devem ou não ser calibrados.

Nota: Equipamentos que quantificam alguma medida relevante no ensaio, interferindo no resultado final devem ser calibrados.

Um bécher que é usado apenas para mistura ou transferência de soluções não precisa ser calibrado. Contudo uma micropipeta utilizada em uma diluição interfere no resultado final e deve ser calibrado.

3ª Características (Parâmetros) da Calibração: Antes de qualquer iniciativa visando calibrar o instrumento, deve-se definir a tolerância aceitável (ver página 02), o intervalo entre calibrações (página 05) e, para instrumentos com capacidade variável (ex.: micropipeta de volume variável, termômetro, etc), os pontos nos quais devem ser calibrados, preferencialmente, dentro da faixa de uso.

Termômetros usados em estufas bacteriológicas normalmente funcionam na faixa de 35 °C a 37 °C; uma boa opção pode ser calibrar nos pontos 0°C, 35 °C, 36 °C e 37 °C. Da mesma maneira, é indicado em um banho-maria para reações enzimáticas a 0°, 25°C, 30 °C e 37°C, a calibração nos referidos pontos.

4º Calibração: Na escolha do serviço de calibração é necessário selecionar um Laboratório de Calibração que possua melhor capacidade de medição compatível com o instrumento e seu uso, preferencialmente com confiabilidade metrológica garantida pelo INMETRO/RBC. E este deve ser informado de quais os pontos de calibração.

Um termômetro usado em uma estufa bacteriológica, com menor divisão de 0,1 °C, deve ser calibrado em um laboratório cuja melhor capacidade de medição é inferior a 0,1°C.

5ª Análise dos Resultados: O certificado de calibração deve ser analisado criticamente. Parâmetros, tais como, a forma de apresentação dos resultados, evidência de rastreabilidade e conteúdo, (ver página 09) devem ser observados. Os resultados devem ser avaliados em função da tolerância definida para o instrumento (ver página 02).

Um termômetro usado em uma estufa bacteriológica, com menor divisão seja de 0,1 °C, não deve ser calibrado em um laboratório cuja melhor capacidade de medição seja de 1°C, contudo, se este mesmo instrumento for usado para medir temperatura ambiente, esta capacidade pode ser adequada.

6ª Programação: Após cada calibração deve-se definir a data da próxima, de acordo com o intervalo estabelecido. (ver página 05)

Uma balança analítica, calibrada em Maio/2001, com intervalo de calibração semestral, se aprovada, deve ser calibrada novamente em novembro/2001.



Controle de Calibração

Modelo de um formulário

INSTRUMENTO		Uso		CALIBRAÇÃO	
Identificação PI 002	Fabricante / Modelo Brand Transferpette	Local de Uso Bioquímica	Tolerância 5 % do volume nominal		
	Valor de 1divisão 5 mL		Intervalo 3 meses		
Descrição Pipetador de volume variável	Capacidade 10 - 50 mL	Atividade / Modo de uso Diluição de urina	Pontos de Calibração 10/ 20/ 30/ 40/ 50 mL		
HISTÓRICO DE CALIBRAÇÃO					
Data da Calibração	Analisado por		Situação	Comentários	Próxima Calibração
	Nome	Rubrica			
21/05/2001	Carla		Reprovado	Necessita de manutenção	03/06/2001
03/06/2001	Iris		Aprovado	Apto a continuar em uso	03/09/2001
03/09/2001	Iris		Reprovado	Necessita de Ajustes	15/09/2001
15/09/2001	Carlos		Aprovado	Apto a continuar em uso	15/12/2001
Observações					

O que um certificado deve apresentar?

De acordo com a NBR ISO/IEC 17025:2001



Laboratório de Calibração

Rua Ana Neri, 416 - Benfica • CEP 20911-440 • Rio de Janeiro - RJ
CNPJ 29.511.607/0001-18 • Insc. Mun. 01.360.221
Tel (21) 3891-9900 • Fax (21) 3891-9901

Certificado de Calibração Nº 3025/2000

I- Dados Gerais

Solicitante Laboratório de Análises Clínicas.
Endereço R. Oscar de Oliveira, 521 – Rio de Janeiro - RJ
Data da Calibração 29/06/2000
Data de Emissão 29/06/2000
Nº Solicitação 517/2000

II- Dados do Instrumento

Descrição Pipetador de volume variável
Fabricante ControlPipette
Modelo VPipette
Nº Série 13500289
Identificação PPLC-02
Faixa de Indicação 10 µL a 100 µL
Valor de uma divisão 0,01 µL
Tolerância ***
Recebido em 28/06/2000

III- Rastreabilidade

Instrumento/Padrão	Termômetro	Balança	Barômetro	Termohigrômetro
Fabricante	Temotest	KYJ	Torr	Temotest
Modelo	650	HM202	KMJ	615
Identificação	TD03	BA04	BR02	TH01
Nº Certificado	0430-3/99	B-2052/00	IN0750/00	IN8659/00
Próxima calibração	27/12/2000	08/03/2001	13/10/2001	25/04/2001

IV- Resumo do Método

Determinação do volume por metodologia gravimétrica, de acordo com procedimento interno PCL-02/00.

V- Condições do Teste

Temperatura ambiente 20,00 °C
Temperatura da água 20,52 °C
Umidade Relativa 65,0 UR%
Pressão 1.013 mbar

VI – Resultados

Volume Nominal (µL)	Volume Médio (µL)	Incerteza Total (µL)
20,00	20,02	± 0,03
50,00	50,01	± 0,03
100,00	100,02	± 0,03

VII- Observações

- Este certificado refere-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração, nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes. Poderá ser reproduzido apenas integralmente e com a aprovação do solicitante da calibração.
- A incerteza expandida relatada é baseada em uma incerteza padrão combinada, multiplicada por um fator de abrangência $k=2$ para um nível de confiança de aproximadamente 95 %.
- De acordo com o SI: 1L = 0,001 m³.

Roberto Canoa Dias
Metrologista

César França Silva
Gerente do Laboratório de Calibração

- 1 Identificação do Organismo Calibrador (normalmente razão social e endereço)
- 2 Título do Documento (*Certificado de Calibração*)
- 3 Identificação única do documento (normalmente o número do certificado)
- 4 Identificação do cliente (normalmente o nome/razão social e o endereço)
- 5 Data da execução da calibração e data da emissão do certificado
- 6 Identificação e descrição do item (instrumento) calibrado (normalmente fabricante, modelo, nº série e código)
- 7 Características do item. Exemplos:
 - Micropipeta Variável: Faixa de Indicação e Valor de uma divisão
 - Micropipeta Fixa: Valor nominal e Valor de uma divisão
 - Vidraria Volumétrica: Valor nominal e Tolerância
 - Vidraria Graduada: Faixa de Indicação, Valor de uma divisão e Tolerância
- 8 Data em que o organismo calibrador recebeu o item para calibrar
- 9 Demonstração da rastreabilidade a padrões nacionais ou internacionais (normalmente identificação do padrão e nº do certificado)
- 10 Indicação do método de calibração (resumo do método, referência do procedimento ou norma(s) utilizada(s))
- 11 Condições ambientais durante a calibração (todas as variáveis relevantes durante o processo)
- 12 Resultados obtidos com a calibração (obrigatoriamente o valor medido (média) e a incerteza). Estes resultados podem ser apresentados na forma numérica ou gráfica, sendo a primeira mais usual. A incerteza tem que ser apresentada na mesma unidade do item calibrado e todos os resultados devem ser expressos em unidades aceitas pelo Sistema Internacional de Unidades (SI) ou deve ser apresentado o fator de conversão equivalente.
- 13 Declaração de que os resultados referem-se apenas ao instrumento calibrado. E declaração de que o certificado só pode ser reproduzido por inteiro e com a autorização do solicitante (dono do instrumento).
- 14 Declaração da incerteza estimada (obrigatoriamente com o fator de abrangência e o nível de confiança)
- 15 Assinatura, nome e título do(s) responsável (eis) pelo conteúdo do certificado. (pelo menos um responsável)
- 16 Número da página e total de páginas