



Serviço Público Federal
Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro)

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1376/2023
Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de Acefato em acetonitrila

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 7561.0001

Código do serviço

7561

Data de emissão: A data de emissão deste certificado é correspondente à data da última assinatura eletrônica presente ao final do certificado.

Declaração

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos das normas ABNT NBR ISO 17034 [1] e ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2] e ao guia ABNT ISO GUIA 31 [3]. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste de uma solução preparada por gravimetria a partir de um padrão de acefato e acetonitrila como solvente. O MRC foi envasado em ampolas de vidro âmbar de 2,0 mL de capacidade, contendo aproximadamente 1,1 mL de solução.

Uso pretendido

Este MRC tem seu uso pretendido como solução de calibração para análise de acefato pelos laboratórios de ensaio, bem como no controle da qualidade, desenvolvimento e validação de métodos. A avaliação da comutatividade não é aplicável para este material.

Valor certificado

O valor certificado é o que apresenta a mais elevada confiança na sua exatidão e para o qual todas as fontes de erro conhecidas ou potenciais foram pesquisadas e consideradas.

Os valores certificados com suas incertezas expandidas (U) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % ($k = 2$) [5] estão discriminados a seguir:

Fração mássica de acefato: $(1094 \pm 49) \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

Concentração de acefato: $(856 \pm 38) \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

Para determinar a incerteza expandida do valor certificado de fração em massa foram avaliadas as contribuições da incerteza-padrão da caracterização por preparo gravimétrico e por CLAE_DAD e dos estudos de homogeneidade e estabilidade (transporte e armazenamento) [4]. Para o valor de concentração, além dessas fontes foi contemplada a incerteza da determinação da massa específica do material, que foi $0,78276 \pm 0,00006$ (g/mL), $k=2$.

Valor informativo

Valor informativo é um valor não certificado que não atende aos requisitos da ABNT NBR ISO 17034 para a certificação e pode ou não ser fornecido com incerteza associada. Esta incerteza pode refletir apenas a precisão das medições e não incluir todas as fontes de incerteza ou refletir uma falta de concordância estatística suficiente entre diferentes métodos.

Não aplicável.

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado possui rastreabilidade metrológica por meio da caracterização do MRC pelo preparo gravimétrico da solução, utilizando padrão de acefato cuja pureza foi determinada no Inmetro por ressonância magnética nuclear quantitativa de hidrogênio (RMNq de ^1H), um método primário de medição.

Método analítico

A caracterização e os estudos de homogeneidade e estabilidade foram baseados no ISO Guide 35 [4]. O valor da caracterização foi determinado pelo preparo gravimétrico do lote de MRC e confirmado por cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (CLAE-DAD), utilizando calibração externa.

Tanto o estudo de estabilidade para o transporte quanto o estudo de homogeneidade foram realizados por cromatografia líquida com detector de arranjo de diodos (CLAE-DAD). A estabilidade para o transporte foi avaliada por 5 semanas nas temperaturas de 4 e 50 °C.

O estudo de estabilidade de armazenamento foi realizado por cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de diodos (CLAE-DAD) na temperatura de -20 °C durante 6 meses.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

O MRC somente deve ser aberto após atingir a temperatura ambiente do laboratório. O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado.

Após aberto, o MRC deve ser manipulado apenas durante o tempo necessário para a realização da medição e utilizado uma única vez. A quantidade mínima do MRC a ser utilizada no ensaio é de 5 microlitros.

Transporte e armazenagem

O MRC deve ser armazenado em local protegido contra a incidência de luz na temperatura entre -15 e -25 °C.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponíveis no endereço eletrônico (http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp).

Prazo de validade

O **MRC 7561.0001** é válido até **31 de dezembro de 2024**.

Este MRC deve ser manuseado e armazenado de acordo com as instruções contidas neste certificado. O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado. O Inmetro garante a integridade deste MRC até o seu primeiro uso.

O Inmetro mantém um programa de monitoramento de todos os MR e MRC. Qualquer alteração no valor de referência ou no valor certificado durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe da Divisão de Metrologia de Metrologia Química	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsável pelas medições analíticas	Rodrigo Vivareli Leal Jane Luiza Nogueira Fernandes Waldemar da Silva Souza
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

Não aplicável.

Histórico de revisão

Não aplicável.

Referências

- [1] ABNT NBR/ISO 17034:2017 Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [2] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] ISO Guide 35:2017, Materiais de referência, guia para caracterização e avaliação de homogeneidade e estabilidade.
- [5] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement GUM 2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.

Inmetro – Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ – Brasil – CEP: 25250-020 Dimci – Tel: (21) 2679 9077/9210 – e-mail: mrc-solicitacao@inmetro.gov.br



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 29/12/2023, ÀS 14:12, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

ELIANE CRISTINA PIRES DO REGO
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 03/01/2024, ÀS 10:09, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAÍNA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO
Chefe da Divisão de Metrologia Química

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site
https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1599593** e o código CRC **0DB9D4F2**.

