



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

# *Certificado de Material de Referência*

**DIMCI 0851/2023**  
**Número do Certificado**

## ***Identificação do item***

MRC: Hidroxiapatita - i.

## ***Unidade produtora***

Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat)

## ***Numeração do lote***

MRC 7965.0001

## ***Código do serviço***

7965

***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 um pó branco de hidroxiapatita (HA) de uma única fase cristalina (de morfologia isotrópica: HA-i), sintetizado a partir da reação entre nitrato de cálcio tetrahidratado e hidrogenofosfato de di-amônio. A razão molar de cálcio para fósforo (Ca/P) deste MRC é consistente com a razão molar teórica de 1,67 e a composição estequiométrica de hidroxiapatita com a fórmula química de  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Cada unidade deste MRC consiste em um frasco de aproximadamente 2 g de pó de HA-i.

## ***Uso pretendido***

Este MRC tem sua utilização destinada ao controle de qualidade, ao desenvolvimento e à validação de métodos para medições das propriedades físicas e químicas de apatitas de origem biológica, geológica ou sintética. A comutatividade deste MRC não foi avaliada.

### 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 da fração mássica total para cada constituinte (Ca e P) estão discriminados na Tabela 1. Os valores apresentados na Tabela 1 estão certificados em base seca. A razão molar Ca/P certificada apresentada na tabela 2 é derivada das determinações de cálcio e fósforo. A incerteza listada com cada valor certificado é a incerteza expandida ( $U$ ) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência  $k=2$  [4].

**Tabela 1: Valores certificados para a fração em massa de Ca e de P**

Mensurando	Fração em massa [%]	$U$ ( $k=2$ ) [%]
Ca	39,9	1,1
P	18,44	0,90

**Tabela 2: Valor certificado para razão molar Ca/P**

Mensurando	Razão molar	$U$ ( $k=2$ )
Ca/P	1,672	0,068

A incerteza expandida foi calculada pela multiplicação do fator de abrangência com a combinação das contribuições de incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade nas condições de transporte e armazenamento, e caracterização [5].

### 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.

Os valores informativos do MRC para os parâmetros de rede  $a$  e  $c$  e para tamanho médio dos cristalitos ( $L_v^{iso}$ ) obtidos por difração de raios X estão discriminados na Tabela 3. Os valores informados representam a média dos resultados obtidos durante o estudo de homogeneidade, estabilidade e caracterização. As incertezas-padrão ( $u$ ) indicadas representam a combinação dos desvios-padrão de avaliação da homogeneidade, estatísticos (refinamento Rietveld) e de avaliação da estabilidade de longo prazo.

**Tabela 3: Valores informativos para os parâmetros de rede e tamanho médio dos cristalitos**

$a$ [nm]	$u(a)$ [nm]	$c$ [nm]	$u(c)$ [nm]	$L_v^{iso}$ [nm]	$u(L_v^{iso})$ [nm]
0,942 02	0,000 04	0,688 12	0,000 04	436	73

### Rastreabilidade metrológica

Os resultados reportados possuem rastreabilidade metrológica garantida mediante o uso das soluções-padrão certificadas SRM 3109a (Ca) e SRM 3139a (P) – NIST. As frações mássicas expressas possuem rastreabilidade metrológica à unidade de massa (kg) do SI, por meio do uso de balanças calibradas.

### Método analítico

As medições dos estudos de homogeneidade e estabilidade foram realizados por ICP-OES. As medições dos estudos de caracterização foram realizados por duas técnicas analíticas independentes, apresentadas na Tabela 4. O valor de cada propriedade certificada foi obtido através da média entre os valores obtidos pelos métodos aplicados.

**Tabela 4: Técnicas analíticas empregadas na caracterização do MR**

Parâmetro	Técnica
Ca	ICP-OES, EAA
P	ICP-OES, ICP-MS

A razão molar Ca/P é derivada das medições das frações mássicas de cálcio e fósforo.

**Subcontratação**

Não aplicável.

**Instruções para uso**

Antes do uso, o MRC deve ser homogeneizado (inversão manual). Para as medições das frações mássicas de Ca e P, o MRC deve ser seco a 120 °C por no mínimo 4 horas. Alternativamente, pode-se usar outro método para a determinação do teor de umidade para expressar os resultados em base seca.

A quantidade mínima para que os valores certificados sejam válidos dentro das incertezas declaradas é de 200 mg.

Este MRC é de uso único.

**Transporte e armazenagem**

O MRC deve ser armazenado na faixa de temperatura de 19 °C a 25 °C. A temperatura máxima que a amostra pode ser submetida em condições de transporte é de 50 °C, por até 5 semanas.

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](http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp)).

**Prazo de validade**

O **MRC 7965.0001** é válido até 30 de novembro de 2027.

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

Atribuições	Nomes
<b>Chefe da Divisão de Metrologia de Materiais</b>	Oleksii Kuznetsov.
<b>Responsáveis pelas medições analíticas</b>	Emily S. Dutra. Marcelo D. de Almeida. Oleksii Kuznetsov. Rodrigo C. de Sena.
<b>Responsáveis pela avaliação dos resultados</b>	Sandra M. Landi. Vania S. de Oliveira.

**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 a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência – Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] 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 – GUM2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [5] ABNT ISO GUIA 35: 2020 Materiais de Referência - Guia para caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade.

**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  
25/07/2023, ÀS 16:08, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

**OLEKSII KUZNETSOV**

Chefe da Divisão de Metrologia de Materiais

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](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1567927** e o código CRC **3DE9B9A0**.

