



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

# *Certificado de Material de Referência*



DIMCI 0343/2020c

Número do Certificado

## **Identificação do item**

Material de Referência Certificado (MRC) de HPA – acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo[*a*]antraceno, criseno, benzo[*b*]fluoranteno, benzo[*k*]fluoranteno, benzo[*a*]pireno, indeno[1,2,3-*cd*]pireno e benzo[*ghi*]perileno em tolueno.

## **Unidade produtora**

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

## **Numeração do lote**

MRC 8363.0001b

## **Código do serviço**

8363

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

## **Declaração**

Este certificado é consistente com as Capacidades de Medição e Calibração (CMCs) que estão incluídas no apêndice C do Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA) estabelecido pelo Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM). Conforme os termos do MRA, todos os institutos participantes reconhecem entre si a validade dos seus certificados de calibração e medição para cada uma das grandezas, faixas e incertezas de medição declaradas no Apêndice C (para maiores detalhes ver <http://www.bipm.org>).

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 [1] e ABNT NBR ISO 17034 [2] e da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [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 MRC consiste de uma solução de acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo[*a*]antraceno, criseno, benzo[*b*]fluoranteno, benzo[*k*]fluoranteno, benzo[*a*]pireno, indeno[1,2,3-*cd*]pireno e benzo[*ghi*]perileno - HPA - em tolueno, preparada através do método gravimétrico. O material também contém três Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos não certificados: naftaleno, antraceno e dibenzo[*a,h*]antraceno. Este MRC foi envasado em ampolas de vidro âmbar contendo 1,2 mL de solução por ampola.

### Uso pretendido

Este MRC tem sua utilização destinada como solução de calibração, provendo rastreabilidade metrológica à medição, bem como no controle de qualidade, desenvolvimento e validação de método para determinação dos contaminantes ambientais acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo[*a*]antraceno, criseno, benzo[*b*]fluoranteno, benzo[*k*]fluoranteno, benzo[*a*]pireno, indeno[1,2,3-*cd*]pireno e benzo[*ghi*]perileno. 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 do MRC 8363.0001b, com as respectivas incertezas expandidas, para um nível de confiança de 95 % ( $k = 2$ ), estão descritos nas Tabelas 1 e 2.

**Tabela 1: Valores Certificados ( $\mu\text{g/g}$ ) e suas respectivas incertezas expandidas**

Substância	Valor ( $\mu\text{g/g}$ )	U ( $\mu\text{g/g}$ )
Acenaftileno	4,86	0,20
Acenafteno	4,77	0,23
Fluoreno	4,85	0,24
Fenantreno	4,96	0,27
Fluoranteno	5,04	0,23
Pireno	5,08	0,34
Benzo[ <i>a</i> ]antraceno	4,95	0,19
Criseno	4,93	0,31
Benzo[ <i>b</i> ]fluoranteno	4,95	0,33
Benzo[ <i>k</i> ]fluoranteno	4,97	0,27
Benzo[ <i>a</i> ]pireno	5,49	0,72
Indeno[1,2,3- <i>cd</i> ]pireno	5,08	0,73
Benzo[ <i>ghi</i> ]perileno	5,07	0,32

**Tabela 2: Valores Certificados ( $\mu\text{g/mL}$ )\* e suas respectivas incertezas expandidas**

Substância	Valor ( $\mu\text{g/mL}$ )	U ( $\mu\text{g/mL}$ )
Acenaftileno	4,21	0,17
Acenafteno	4,13	0,20
Fluoreno	4,21	0,21
Fenantreno	4,30	0,24
Fluoranteno	4,37	0,20
Pireno	4,41	0,29
Benzo[ <i>a</i> ]antraceno	4,29	0,16
Criseno	4,27	0,27
Benzo[ <i>b</i> ]fluoranteno	4,29	0,29
Benzo[ <i>k</i> ]fluoranteno	4,31	0,24
Benzo[ <i>a</i> ]pireno	4,76	0,63
Indeno[1,2,3- <i>cd</i> ]pireno	4,41	0,63
Benzo[ <i>ghi</i> ]perileno	4,39	0,28

\* O valor certificado em  $\mu\text{g/mL}$  foi convertido através da densidade do MRC de HPA a 20 °C  $d = (0,8668562 \pm 0,0000011) \text{ g/cm}^3$ . Esta incerteza foi incorporada na incerteza expandida em  $\mu\text{g/mL}$ .

A incerteza expandida, com fator de abrangência  $k = 2$  (aproximadamente 95 % de confiança) foi calculada pela combinação da incerteza da caracterização, do estudo de homogeneidade do lote e do estudo de estabilidade de longa duração (armazenamento) conforme ISO GUM [4] e ISO Guide 35 [5]. A incerteza de caracterização contempla a pureza dos padrões que foi determinada por  $^1\text{H-RMNq}$  [6]. O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado, estando seu nível de heterogeneidade incluído na incerteza do MRC.

### 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.

O MRC 8363.0001b possui três compostos orgânicos com valores informativos, conforme descrito nas Tabelas 3 e 4.

**Tabela 3: Valores informativos ( $\mu\text{g/g}$ ) e suas respectivas incertezas expandidas**

Substância	Valor ( $\mu\text{g/g}$ )	$U$ ( $\mu\text{g/g}$ )
Naftaleno	4,51	0,15
Dibenzo[ <i>a,h</i> ]antraceno	4,50	0,25
Antraceno	5,01	0,14

**Tabela 4: Valores informativos ( $\mu\text{g/mL}$ )\* e suas respectivas incertezas expandidas**

Substância	Valor ( $\mu\text{g/mL}$ )	$U$ ( $\mu\text{g/mL}$ )
Naftaleno	3,91	0,13
Dibenzo[ <i>a,h</i> ]antraceno	3,90	0,22
Antraceno	4,34	0,12

\* O valor informativo em  $\mu\text{g/mL}$  foi convertido através da densidade do MRC de HPA a 20 °C  $d = (0,8668562 \pm 0,0000011) \text{ g/cm}^3$ . Esta incerteza foi incorporada na incerteza expandida em  $\mu\text{g/mL}$ .

### Rastreabilidade metrológica

Os valores certificados da fração mássica de acenaftileno, acenafteno, fluoreno, fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo[*a*]antraceno, criseno, benzo[*b*]fluoranteno, benzo[*k*]fluoranteno, benzo[*a*]pireno, indeno[1,2,3-*cd*]pireno e benzo[*ghi*]perileno possuem rastreabilidade metrológica à unidade de quantidade de matéria (mol) do Sistema Internacional de Unidades (SI), por determinação da pureza dos padrões utilizados no preparo gravimétrico das soluções de calibração, através da Ressonância Magnética Nuclear quantitativa ( $^1\text{H-RMNq}$ ) [6], que é um método de medição primário. O preparo gravimétrico da solução de calibração garantiu rastreabilidade ao kg, unidade de massa do SI, por meio do uso de balanças calibradas com padrões de massa nacionais.

### Método analítico

A caracterização foi realizada pela técnica de cromatografia gasosa com espectrometria de massas de diluição isotópica (CG-EMDI), utilizando a quantificação por *exact matching*. Os demais estudos de certificação foram realizados pela técnica de cromatografia gasosa com espectrometria de massas de diluição isotópica (CG-EMDI).

### Subcontratação

Não aplicável.

### Instruções para uso

Este MRC é de uso único, devendo ser manipulado o mais rápido possível após abertura da ampola. Material tóxico. A fim de garantir a tomada de uma amostra homogênea, a quantidade mínima a ser utilizada é 0,5 g.

### Transporte e armazenagem

Este MRC deve ser armazenado em local protegido contra a incidência de luz e em temperatura de  $(4 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ .

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponíveis no endereço eletrônico do Inmetro ([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 **8363.0001b** é válido até **6 de Junho de 2025**, podendo ser renovado após essa data e as informações estarão disponíveis no site do Inmetro ([www.inmetro.gov.br](http://www.inmetro.gov.br)).

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 MRC. Qualquer alteração no valor certificado observada durante o monitoramento será imediatamente comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
<b>Chefe da Divisão de Metrologia Química</b>	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
<b>Chefe do Laboratório de Análise Orgânica</b>	Eliane Cristina Pires do Rego
<b>Responsáveis pelas medições analíticas</b>	Evelyn de Freitas Guimarães Lucas Junqueira Carvalho Bruno Carius Garrido Renato Rubim Ribeiro de Almeida Telma Fagundes Fernandes
<b>Responsáveis pela avaliação dos resultados</b>	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro Eliane Cristina Pires do Rego

**Observações**

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0343/2020b**, emitido em 21 de junho de 2023.

**Histórico de revisão**

18/10/2023 : Revisão do campo Uso Pretendido, do campo Rastreabilidade Metrológica e dos valores certificados (ug/mL) do indeno[1,2,3-*cd*]pireno e benzo[*ghi*]perileno descritas na Tabela 2.

06/06/2023 : Extensão da validade do material.

20/04/2021 : Extensão da validade do material.

**Referências**

- [1] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência – Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [2] ABNT NBR/ISO 17034:2017 Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [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 – GUM 2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [5] ISO Guide 35:2017, Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [6] Guimarães, E.F.; Rego, E.C.P.; Cunha, H.C.M.; Rodrigues, J.M.; Figueroa-Villar, J.D.; Certified reference material for traceability in environmental analysis: PAHs in toluene. [Journal of the Brazilian Chemical Society](#), vol.25, nº.2, São Paulo, 2014.

**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](mailto: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 03/11/2023, ÀS 15:14, 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 07/11/2023, ÀS 13:43, 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](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1631878** e o código CRC **CCE1D7BF**.



MOD-Dimci-013 - Rev. 17 – Publicado Fev/23 - Responsabilidade: Dimci – Referência(s): NIG-Dimci-003