



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

Certificado de Material de Referência



DIMCI 0077/2022a

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de contaminantes orgânicos em cachaça (metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol)

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 8653.0002

Código do serviço

8653

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.

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 medição para cada uma das grandezas, faixas e incertezas de medição declaradas no Apêndice C (para mais detalhes ver <http://www.bipm.org>).

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste de uma matriz comercial de cachaça fortificada. O MRC foi envasado em frasco de vidro âmbar contendo aproximadamente 6 mL de solução.

Uso pretendido

Este MRC é destinado à validação e ao controle de qualidade de métodos para a determinação de metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol em cachaça e bebidas destiladas com teor alcoólico similar. A comutatividade deste material 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 com suas incertezas expandidas (U) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência $k=2$ [4] estão descritos nas Tabelas 1 e 2:

Tabela 1: Valores certificados para os contaminantes orgânicos em mg/100 g de cachaça

Substância	Valor (mg/100 g)	U (mg/100 g)
metanol	11,37	0,50
butanol	1,59	0,31
2-butanol	4,29	0,24
propanol	19,9	1,2
isobutanol	21,4	1,0

Tabela 2: Valores certificados para os contaminantes orgânicos em mg/100 mL* de cachaça

Substância	Valor (mg/100 mL)	U (mg/100 mL)
metanol	10,80	0,47
butanol	1,51	0,29
2-butanol	4,08	0,23
propanol	18,9	1,1
isobutanol	20,3	0,9

*Valor certificado em mg/100 mL foi convertido através da densidade do MRC de contaminantes orgânicos em cachaça a 20°C ($d = 0,950179 \pm 0,000049 \text{ g/cm}^3$). Esta incerteza foi incorporada na incerteza expandida relativa à unidade de volume (mg/100 mL).

A incerteza expandida foi calculada pela multiplicação do fator de abrangência com a combinação das contribuições de incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade na condição de armazenamento, e caracterização [5]. A estabilidade na condição de transporte foi avaliada, mas não foi combinada na incerteza do MRC, por ser significativamente menor que a contribuição da estabilidade na condição de armazenamento.

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

Os valores certificados da fração mássica de metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol possuem rastreabilidade metrológica à unidade de quantidade de matéria (mol) do Sistema Internacional de Unidades (SI), por meio da determinação da pureza dos padrões de metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol, utilizados no preparo gravimétrico das soluções de calibração, através do balanço de massas, que é um procedimento de medição primária. O preparo gravimétrico da solução de calibração garantiu rastreabilidade metrológica ao kg, unidade de massa do SI, por meio do uso de balanças calibradas com padrões de massa nacionais.

Método analítico

O estudo de caracterização foi realizado por cromatografia gasosa com detecção por ionização em chama (CG-DIC) e por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM), conforme requisito descrito na ABNT ISO Guia 35 [5]. Os estudos de homogeneidade e estabilidade foram realizados por CG-EM.

CG-DIC. Coluna capilar HPFF-AP (50m x 0,25 mm, 0,33 µm); programação do forno: 39 °C por 3 min, de 65 °C a 120 °C a uma taxa de 4 °C/min, até 180 °C a uma taxa de 10 °C/min por 5 min; vazão do gás de arraste hélio 1,2 mL/min; temperatura do injetor 230 °C; modo de injeção *split* (razão 1:100); temperatura do detector 220 °C.

CG-EM. Condições cromatográficas: Coluna capilar HPFF-AP (50 m x 0,25 mm, 0,33 µm); programação do forno: 39 °C por 3 min, de 65 °C a 120 °C a uma taxa de 4 °C/min, até 180 °C a uma taxa de 10 °C/min por 5 min; vazão do gás de arraste hélio 1,2 mL/min; temperatura do injetor 230 °C; modo de injeção *split* (razão 1:100). Condições do espectrômetro de massas: Ionização por elétrons a 70 eV; modo de aquisição no monitoramento de íon selecionado (MIS); temperatura da fonte de íons, linha de transferência e quadrupolo de 230 °C, 280 °C e 150 °C, respectivamente.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

O MRC somente deve ser aberto após atingir a temperatura ambiente do laboratório. A alíquota mínima que deve ser utilizada é de 1,0 g. Este MRC deve ser manipulado o mais rápido possível após abertura do frasco, sendo de uso único.

O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado.

Transporte e armazenagem

O MRC deve ser armazenado na faixa de temperatura de $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$.

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

Prazo de validade

O **MRC 8653.0002** é válido até **30 de junho de 2025**.

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
Chefe da Divisão de Metrologia Química	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsável pelas medições analíticas	Tania Maria Monteiro
Responsável pela avaliação dos resultados	Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado DIMCI 0077/2022 emitido em 23/03/2022.

Histórico de revisão

04/08/2023: Extensão da validade do material.

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] 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 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 04/08/2023, ÀS 16:10, 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 11/08/2023, ÀS 08:56, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica

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 **1579372** e o código CRC **6AC684C4**.

