

# Rastreabilidade metrológica: pontos relevantes para avaliação dos avaliadores

**Vanderléa de Souza**

*Diretoria de Metrologia Científica e Industrial*

*Dimci/Inmetro 17/10/11*

## **Conteúdo**

- ✓ **Conceitos de Medição**
- ✓ **Estrutura Organizacional Metrológica**
- ✓ **O Sistema Internacional de Unidades – SI**
- ✓ **Hierarquia do Sistema Metrológico**
- ✓ **A Complexidade da Metrologia Química**
- ✓ **Rastreabilidade Metrológica das Medições**
- ✓ **Material de Referência e Material de Referência Certificado (MRC)**
- ✓ **Exemplos de Certificados de Materiais de Referência**

## *O conceito de Metrologia*

Segundo o Vocabulário Internacional de Metrologia ( VIM ):

**“Metrologia é a Ciência da Medição e suas aplicações”**

Inclui todos os aspectos práticos e teóricos que se referem às medições, qualquer que seja a incerteza e em qualquer campo da ciência ou da tecnologia na qual elas ser realizem.(VIM-2007)

**Problema Central: Confiabilidade, Comparabilidade e Universalidade dos resultados.**

## *Medição, segundo o VIM:*

Conjunto de operações que tem por objetivo  
determinar um valor de uma grandeza

### **MEDIÇÃO ENVOLVE:**

- Valor numérico
- Analito/Matriz
- Unidade de medida
- Incerteza associada
- Comparabilidade, confiabilidade, equivalência

## Resultado de uma medição

0,027

0,027 Mn em farinha de trigo

0,027 mg/kg Mn em farinha de trigo

$(0,027 \pm 0,003)$  mg/kg Mn em farinha de trigo

$(0,027 \pm 0,008)$  mg/kg ( $U, k=2$ ) Mn em farinha de trigo

rastreável ao SI através de padrões do Inmetro



Uma medição analítica rastreável

# Por que comparabilidade é importante?

- Necessária para confiabilidade das medições
- Barreiras Técnicas ao Comércio
- Garantia de justas relações de troca
- Saúde, segurança (forense e alimentar) e meio ambiente
- Qualidade, inovação e competitividade



# Estrutura Organizacional Metroológica

**TRATADO DO METRO**  
(20 de maio de 1875)

*Tratado Diplomático*

Campo Diplomático

**CGPM**

Promove o SI, reúne-se a cada 4 anos  
Elege o CIPM, 48 países  
Aprova decisões do CIPM  
Aloca fundos para o BIPM

Campo Técnico

**CIPM**

Coordena os Comitês Consultivos, 18 membros  
Apresenta propostas ao CGPM  
Dirige operações do BIPM, reúne-se anualmente

**Comitês Consultivos**

- Eletricidade e Magnetismo
- Fotometria e Radiometria
- Termometria
- Comprimento
- Tempo e Frequência
- Radiação Ionizante
- Unidades
- Massa
- Quantidade de Substância**
- Acústica , Ultrasom e Vibrações

MRA  
1999



**BIPM**

**Institutos Nacionais de Metrologia**

Mantêm e disseminam padrões nacionais  
Cooperam com o BIPM e promovem membros para os Comitês Consultivos

# Sistema Internacional de Unidades-SI

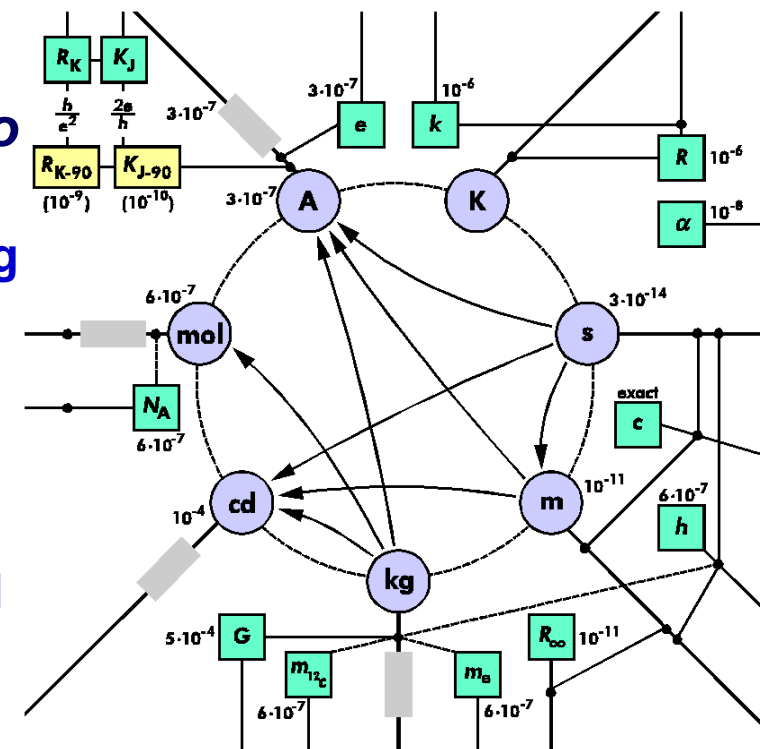
## Sete grandezas de base

## Unidade

1960  
1971

- comprimento
- Massa
- Tempo
- Corrente elétrica
- Temperatura
- Intensidade luminosa
- Quantidade de substância

nome	símbolo
metro	m
quilograma	kg
segundo	s
ampere	A
kelvin	K
candela	cd
mol	mol

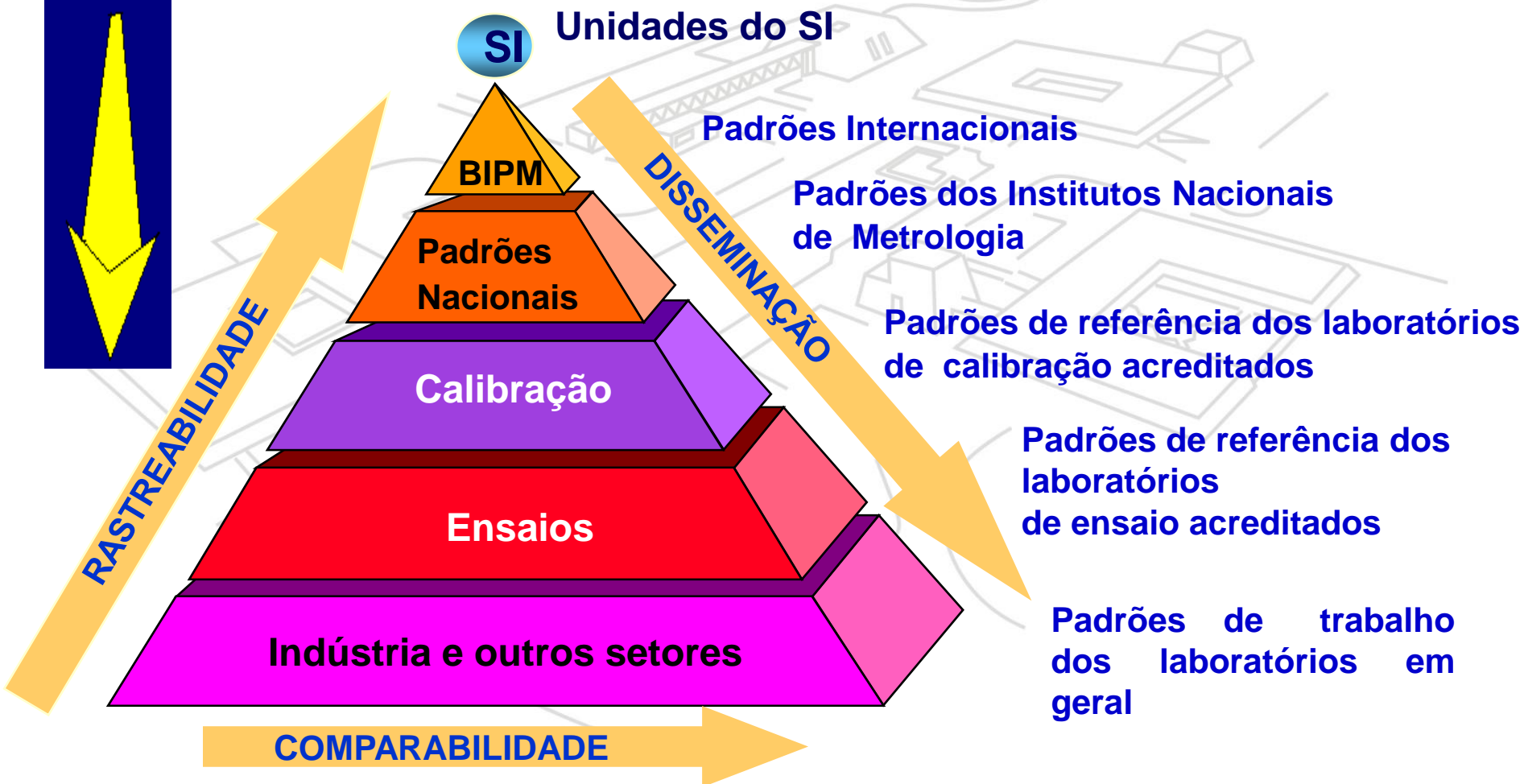


**BIPM - Bureau International des Poids et Mesures**  
(VIM 2008)



# HIERARQUIA DO SISTEMA METROLÓGICO

**Incerteza de medição**



## A complexidade da Metrologia Química

- A grandeza a ser medida : n : a tarefa é determinar **a quantidade de uma espécie química em uma determinada matriz** e não meramente “a quantidade de substância” (isto é, necessita da confirmação tanto da **identidade** quanto da **quantidade**).
- As medições químicas são multidimensionais:
  - um grande número de espécies químicas (  $> 10^5$  )
  - em uma ampla gama de matrizes (  $10^?$  )
  - frações mássicas variando de  $< 10^{-12}$  a 1
- Desafios associados com medições químicas de “amostras reais”:  
Medir com **exatidão** “praticamente nada” no meio de “alguma coisa”, tendo que escolher uma grande variedade de métodos.

## Multiplicidade de Métodos

### Atomic Spectroscopy

ICP-OES  
AAS (Graphite Furnace, Cold Vapor  
Conventional)  
XRF  
Other sources: OES, Glow Discharge,  
DCP

### Mass Spectrometry, inorganic

Thermal Ionization MS  
ICP-MS  
Glow Discharge-MS

### Nuclear Analytical Methods

Instrumental NAA  
Radiochemical NAA  
Preconcentration NAA  
PGAA  
NDP  
Charged Particle AA  
PIXE/PIGE  
Photon AA

### Classical techniques

### Molecular Spectroscopy

UV/Visible Spectroscopy  
Transmittance, Dispersive  
Transmittance, FT  
Reflectance  
Near IR Spectroscopy  
Transmittance, FT  
Transmittance, Dispersive  
Reflectance  
Raman Spectroscopy  
FT  
Dispersive  
Luminescence Spectroscopy  
Fluorescence  
Phosphorescence  
Chemi/Bio Luminescence  
Fluorescence Lifetime  
Nuclear Magnetic Resonance Spectroscop  
Proton, Carbon, Hetero-nuclear  
Polarization Spectroscopy  
Polarimetry  
Optical Rotation Dispersion  
Circular Dichromism

### Separation Science, organic

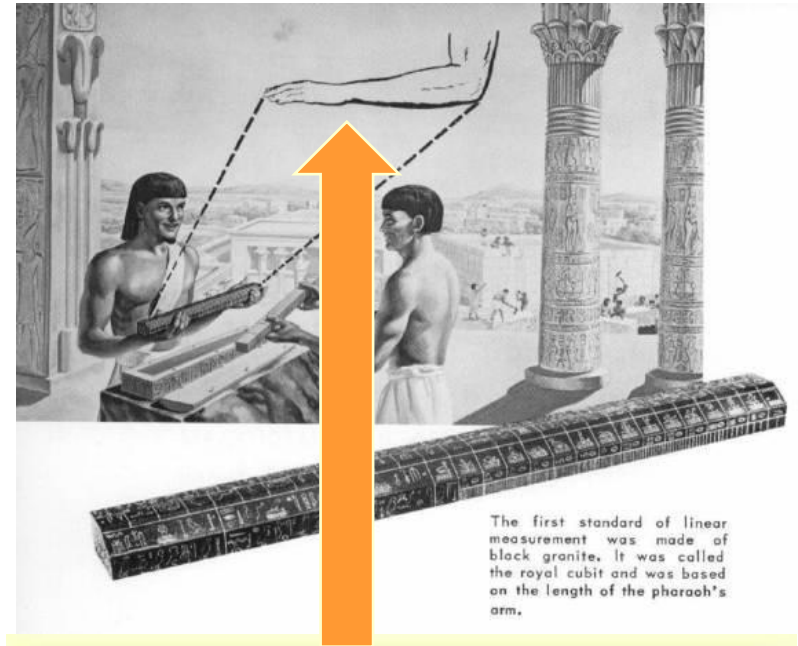
Liquid chromatography  
Gas chromatography: FID & ECD  
GC/MS  
GC/AED  
SFC  
Capillary electrophoresis  
Capillary electrochromatography

### Mass Spectrometry, organic

GC-ID/MS  
GC/MS  
LC/MS  
CE/Maldi  
High Resolution MS  
MS/MS

## O que o Conceito de Rastreabilidade Significa?

- Estabelecer a rastreabilidade metrológica é comparar um valor de medição desconhecido com um valor conhecido (com incerteza estabelecida), que por sua vez é ligado a um outro valor conhecido, e assim sucessivamente. Cada valor conhecido tem uma incerteza de medição menor do que o valor desconhecido.



**Unidade padrão de comprimento** – O comprimento do antebraço do faraó mais a largura de sua palma da mão- **cúbito real**

**Padrão primário** em granito

Realização do cúbito: Uma vara de madeira

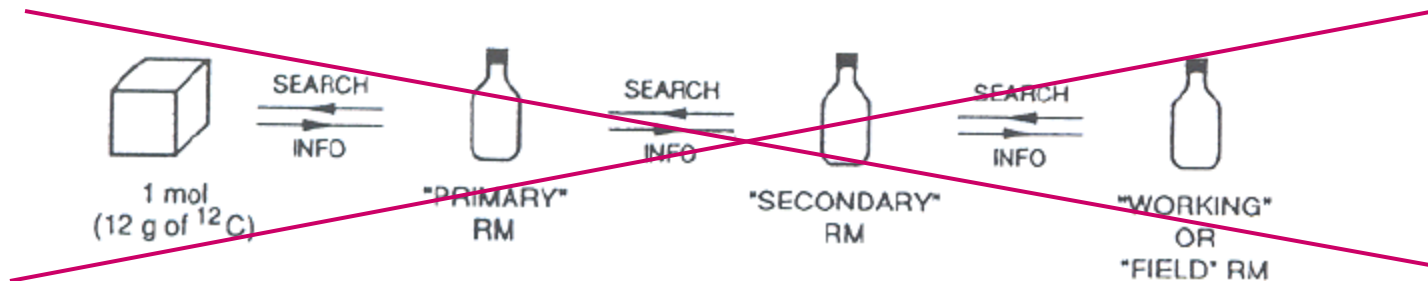
**Padrão de trabalho** / Comparabilidade

Recalibração do cubito de madeira toda lua cheia



**Penalidades severas** por descumprimento

# Rastreabilidade Metrológica I



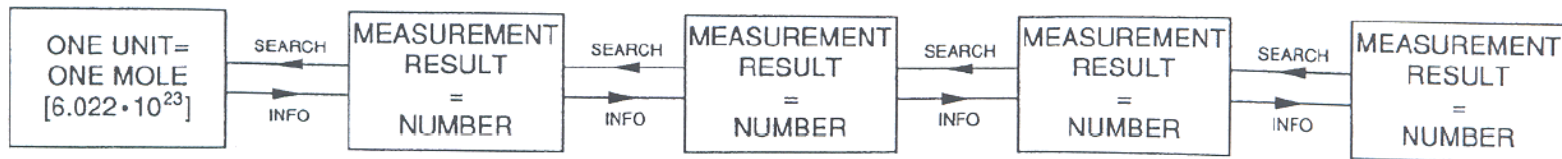
⇒ “Em medições de quantidade de matéria, os químicos pensam algumas vezes na rastreabilidade como sendo estabelecida através de uma cadeia de artefatos, tendo como ponto final da rastreabilidade **um mol (artefato)** da substância. Esta analogia com a cadeia de rastreabilidade de **massa é incorreta**, desde que “**um mol padrão**” não está disponível para uso em um laboratório.

- P. De Bièvre and P.D.P. Taylor. Traceability to the SI of amount-of-substance measurements: from ignoring to realizing, a chemist s view. Metrologia, 34, 67-75, 1997.

## Rastreabilidade Metrológica II

⇒ Para que medições de quantidade de matéria sejam rastreáveis deve-se:

- Rastrear resultados de medição (**números**);
- Conectar qualquer material de referência primário ao **SI** (rastreabilidade ao SI).



- P. De Bièvre and P.D.P. Taylor. Traceability to the SI of amount-of-substance measurements: from ignoring to realizing, a chemist's view. *Metrologia*, 34, 67-75, 1997.

## Rastreabilidade metrológica III

- A rastreabilidade metrológica requer uma **cadeia ininterrupta de calibrações** a referências declaradas todas tendo suas incertezas declaradas.
- A rastreabilidade metrológica, portanto, pertence a valores de grandezas de referência de padrões de medição, e **não ao organismo** que fornece os resultados.
- Por exemplo, a rastreabilidade metrológica não pode ser atrelada a uma organização particular, isto é, “rastreável a um Instituto Nacional de Metrologia (INM)”.

*(International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), 2011)*



## Rastreabilidade metrológica IV

- Quando o resultado de uma medição é descrito como *rastreável*, é essencial especificar a qual referência foi estabelecida a rastreabilidade metrológica.

Podendo ser:

- a uma grandeza de base do SI;
- a uma grandeza derivada (tal como fração mássica);
- a uma escala definida (tal como pH ou dureza);
- a um valor representado por um material de referência;
- ou a um valor resultante do uso de um método descrito em um padrão nacional ou internacional.

# Rastreabilidade metrológica ao SI

**Os equipamentos e padrões de referência devem ser calibrados:**

- por um INM (cujo serviço seja coberto pelo CIPM MRA estando no apêndice C do BIPM KCDB <http://kcdb.bipm.org/appendixC/default.asp>, que inclui a faixa e incerteza para cada serviço listado.
- por um laboratório de calibração acreditado cujo serviço seja coberto pelo acordo de reconhecimento do ILAC.

# Formas usadas para certificar Materiais de Referência ( MR )

1. Certificação usando Método Primário (matriz simples);
2. Certificação usando dois ou mais Métodos independentes por um único laboratório;
3. Medições realizadas envolvendo uma rede de laboratórios utilizando um ou mais métodos de exatidão comprovada que estejam aptos a medir a incerteza de medição do processo;
4. Medições realizadas envolvendo uma rede de laboratório usando um método específico (normalizado).

## Necessidade de comparabilidade metrológica dos resultados de medição ao longo do tempo

- Os resultados de medição obtidos em um **tempo** devem ser comparáveis com aqueles obtidos em uma **outra ocasião**, no mesmo ou em outro laboratório.
- Isto é assegurado quando os **resultados** são **rastreáveis a uma mesma referência metrológica (SI)**, mesmo que os calibrantes ou sistemas de medição ou as incertezas de medição relativas sejam diferentes (fisicamente).

## Comparabilidade metrológica dos resultados de medição

Comércio, ciência e sociedade

Comparabilidade metrológica dos valores das grandezas medidas

Hierarquia de calibrações

Cadeias de rastreabilidade metrológicas

Estabelecimento da rastreabilidade metrológica dos valores das grandezas medidas

Referência metrológica simples e estável

**Materiais de referência certificados** são os padrões mais importantes para disseminar as unidades de medição ao usuário

**Incerteza de medição associada**

## Material de referência

Material, suficientemente homogêneo e estável em relação a propriedades específicas, preparado para se adequar a uma utilização pretendida numa medição ou num exame de propriedades qualitativas.

✓ Soro humano sem o valor designado da concentração da quantidade de substância de colesterol, usado somente como material de controle da precisão da medição.

## Material de referência certificado (MRC)

Material de referência acompanhado de uma documentação emitida por um organismo com autoridade, a qual fornece um ou mais valores de propriedades especificadas com as incertezas e as rastreabilidades associadas, utilizando procedimentos válidos.

✓ Soro humano com o valor da concentração da quantidade de substância de colesterol e sua incerteza de medição associada fornecidos em um certificado, usado como calibrador ou material de controle da exatidão da medição.

Quando um padrão de medição é usado especificamente para calibração e não para controle de qualidade, ele é denominado de **calibrador**. O termo **calibrante** também é usado [VIM-5.12].

Além do valor da grandeza designada e a incerteza de medição, um **calibrador** deve ser acompanhado de informação sobre: **a origem** (rastreabilidade do material), **produção, definição da grandeza, matriz, homogeneidade, estabilidade, procedimento usado na designação do valor da grandeza e incerteza de medição, declaração da rastreabilidade metrológica, data de validade, uso pretendido para o calibrador, e instruções para o seu uso**. Além dessas propriedades essenciais, o seu uso na hierarquia de calibração requer que ele seja **comutável**.



## Comutatividade de um material de referência

É a propriedade de um material de referência expressa pela proximidade de concordância entre, por um lado, a relação entre os resultados de medição obtidos a partir de dois dados procedimentos de medição para uma dada grandeza desse material e, por outro lado, a relação entre os resultados de medição para outros materiais especificados. [VIM 5.15]

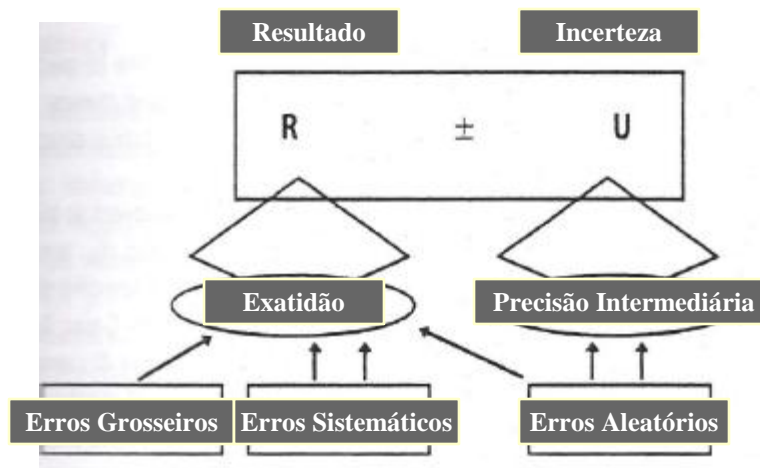
**A falta de comutatividade em um material de referência gera erro sistemático de medição.**

- Em outras palavras, um material de referência é comutável se o comportamento do analito alvo por meio de um dado procedimento de medição é equivalente no material de referência e em amostras de rotina.
- Isto implica que o procedimento aplicado ao material de referência produziria a mesma resposta quantitativa conforme obtida para uma amostra contendo a mesma concentração/atividade/quantidade do analito.

## Importância dos MRC segundo a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025

✓ Segundo a ABNT ISO/IEC 17025, para a garantia da rastreabilidade das medições (5.6), validação de métodos (5.4.1 – 5.4.5), incerteza de medição (5.4.6) e controle de qualidade (5.9), os laboratórios devem usar materiais de referência certificados, provenientes de um fornecedor competente, de forma a dar uma caracterização confiável, física ou química, de um material.

✓ Ao utilizar um MRC o usuário tem os meios de avaliar a exatidão e a precisão do seu método de medição e estabelecer a rastreabilidade metrológica dos resultados.



(ABNT ISO GUIA 33:2002)

## O usuário deve verificar se:

- Os MRC sejam efetivamente certificados para o elemento de interesse, e que o valor não seja meramente **indicativo** ⇒ **análise crítica do certificado**;
- Qualquer rastreabilidade definida sem a avaliação da incerteza não constitui uma rastreabilidade apropriadamente demonstrada.

# Material de referência: Sim ou Não?

◆ Um material de referência somente pode ser utilizado num procedimento de medição para um único propósito?

**SIM**

◆ Um material de referência pode ser utilizado num mesmo procedimento de medição como padrão de calibração e como controle de qualidade?

**NÃO**

◆ Um material de referência pode ter aplicações variadas quando utilizado em procedimentos distintos de medição?

**SIM**

# Uso de Materiais de Referência Certificados

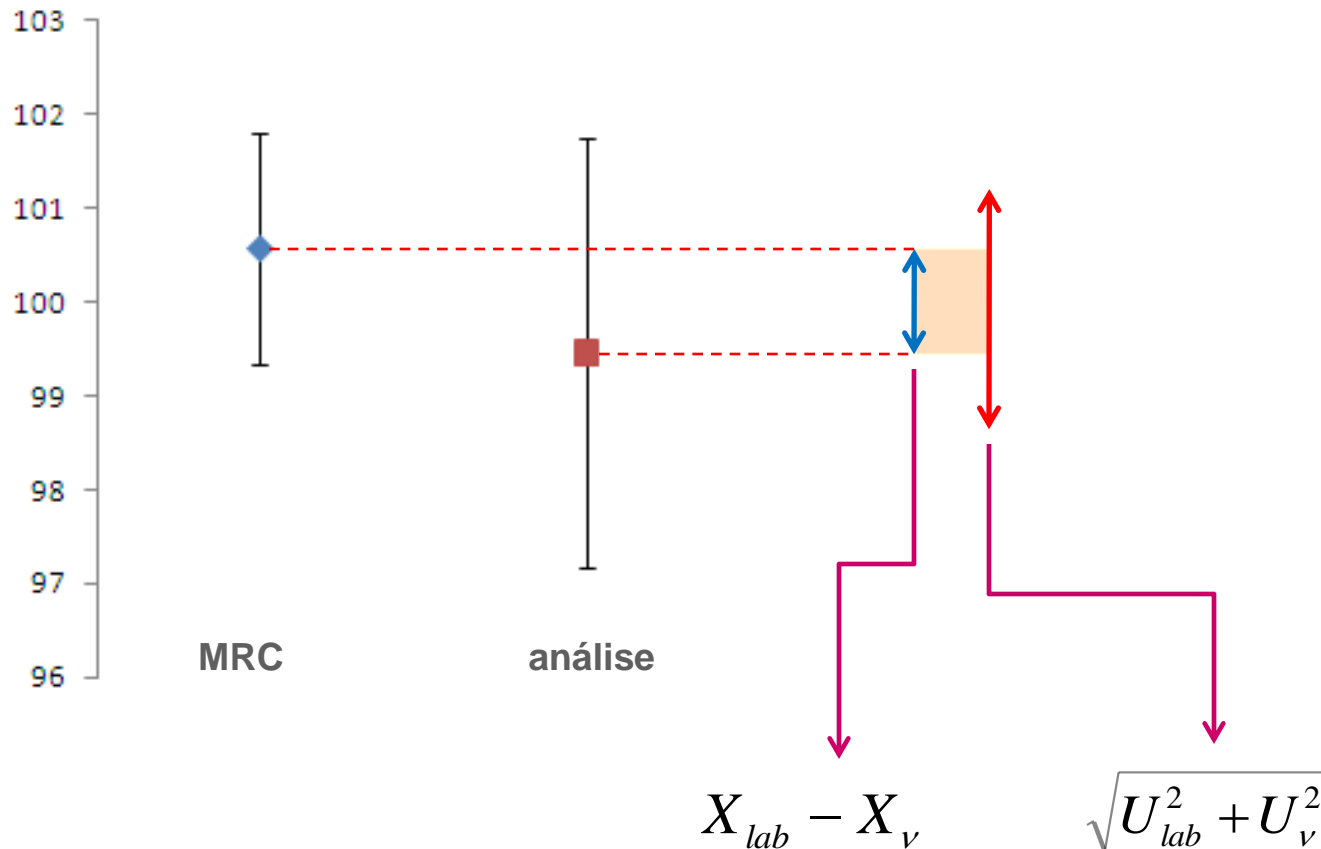
(DOC-CGCRE-008 – documento orientativo sobre validação de métodos analíticos)

8.2.6.1 Materiais de referência certificados: comparação com o valor certificado do MRC.

Erro relativo	$ER = \frac{X_{lab} - X_v}{X_v} \cdot 100$
Índice z	$z = \frac{(X_{lab} - X_v)}{s}$
Erro normalizado	$E_n = \frac{(X_{lab} - X_v)}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}}$

Considera a  
incerteza ( $U_{ref}$ )  
do valor  
certificado

# Uso de Materiais de Referência Certificados



Para avaliar o desempenho do método, compara-se  $\Delta m$  com  $U_{\Delta}$ : se  $\Delta m \leq U_{\Delta}$ , a diferença entre o resultado da medição e o valor certificado **não será significativa.**

# Como avaliar o resultado de medição de um MRC?

## Application Note 1



### Comparação do resultado de uma medição com o valor certificado

Janeiro de 2010

**Autor:** Thomas Linsinger

Comissão Europeia – Centro Comum de  
Investigação

Instituto de Materiais e Medições de Referência  
(IRMM)

Retieseweg 111, 2440 Geel, Bélgica

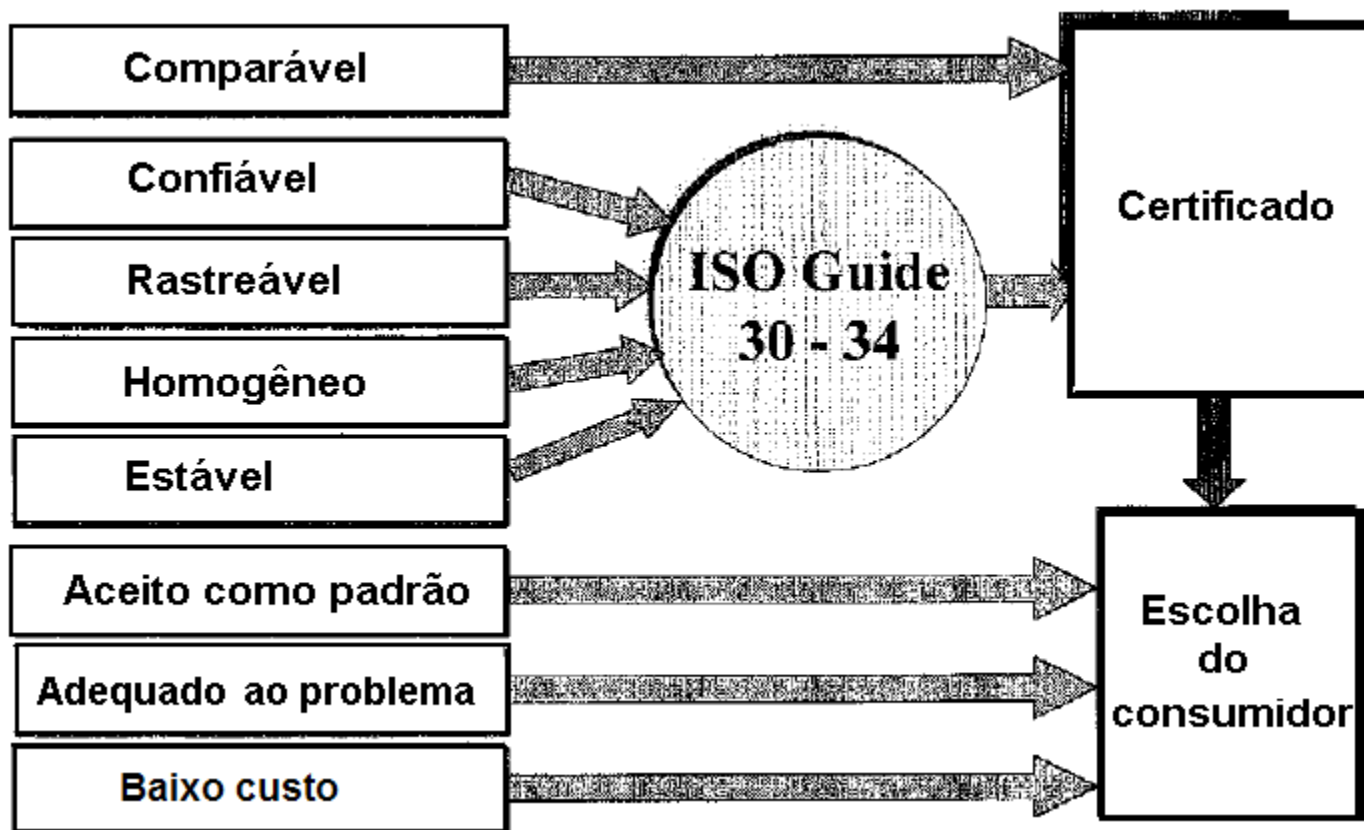
*Email:* [thomas.linsinger@ec.europa.eu](mailto:thomas.linsinger@ec.europa.eu)

[www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org)

*É explicada a comparação, com o valor certificado, do resultado de uma medição efectuada a um material de referência certificado. O método compara a diferença entre o valor certificado e o valor medido com a incerteza associada – a incerteza combinada dos valores certificado e medido. São dadas orientações para a determinação das incertezas-padrão dos valores certificados e de incertezas-padrão de resultados de medições.*



## Requisitos de um MRC



## MR que garantem a rastreabilidade das medições

- ✓ A procedência dos materiais de referência exigidos pela Cgcre/Inmetro para a garantia da rastreabilidade metrológica dos resultados das medições são:
  - ✓ Inmetro
  - ✓ Laboratórios brasileiros designados pelo Inmetro signatários do acordo de reconhecimento mútuo (MRA) do CIPM
  - ✓ INM de outros países signatários do MRA do CIPM
  - ✓ Produtores de materiais de referência que sejam acreditados para essa modalidade por organismos de acreditação de laboratórios signatários do MRA do ILAC e/ou da EA e/ou da APLAC
- ✓ Informações sobre os MR produzidos pelos INM signatários da MRA do CIPM estão em [www.bipm.fr](http://www.bipm.fr)
- ✓ Informações sobre MR produzidos internacionalmente podem ser obtidas em [www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)

# Seleção de MRC



## ➤ **ISO GUIDE 32:1997:**

▪ Catálogos dos produtores ⇒ Inst. Nac. de Metrologia e instituições acreditadas

▪ **COMAR:** [www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)

✓ **Apêndice C do CIPM MRA: CMC**

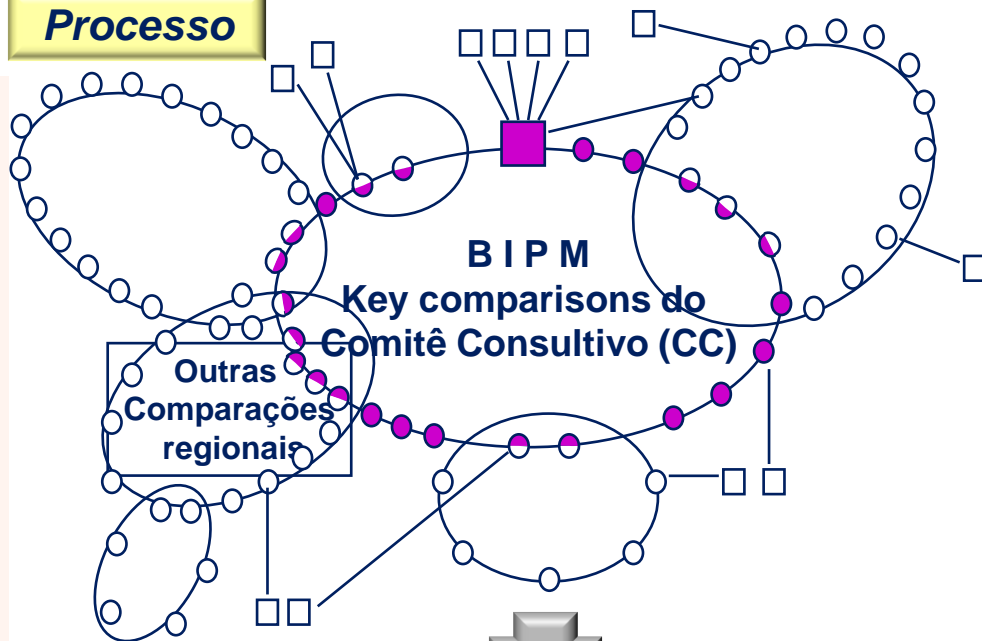
➤ **Inmetro: Cgcre** → 5 laboratórios acreditados

# Pontos Essenciais do CIPM MRA

## Objetivos

- Estabelecer o *grau de equivalência*\* entre os padrões nacionais mantidos pelos INM;
- Reconhecimento mútuo dos certificados de calibração e medições; e
- Fornecer fundamentação técnica segura aos governos e outras partes visando acordos relacionados ao comércio internacional e regulamentação.

## Processo



Fonte: BIPM

Sistema da Qualidade e Demonstração de Competência



BIPM

NMI em KC/CC do BIPM

NMI em KC/CC do BIPM e KC regional

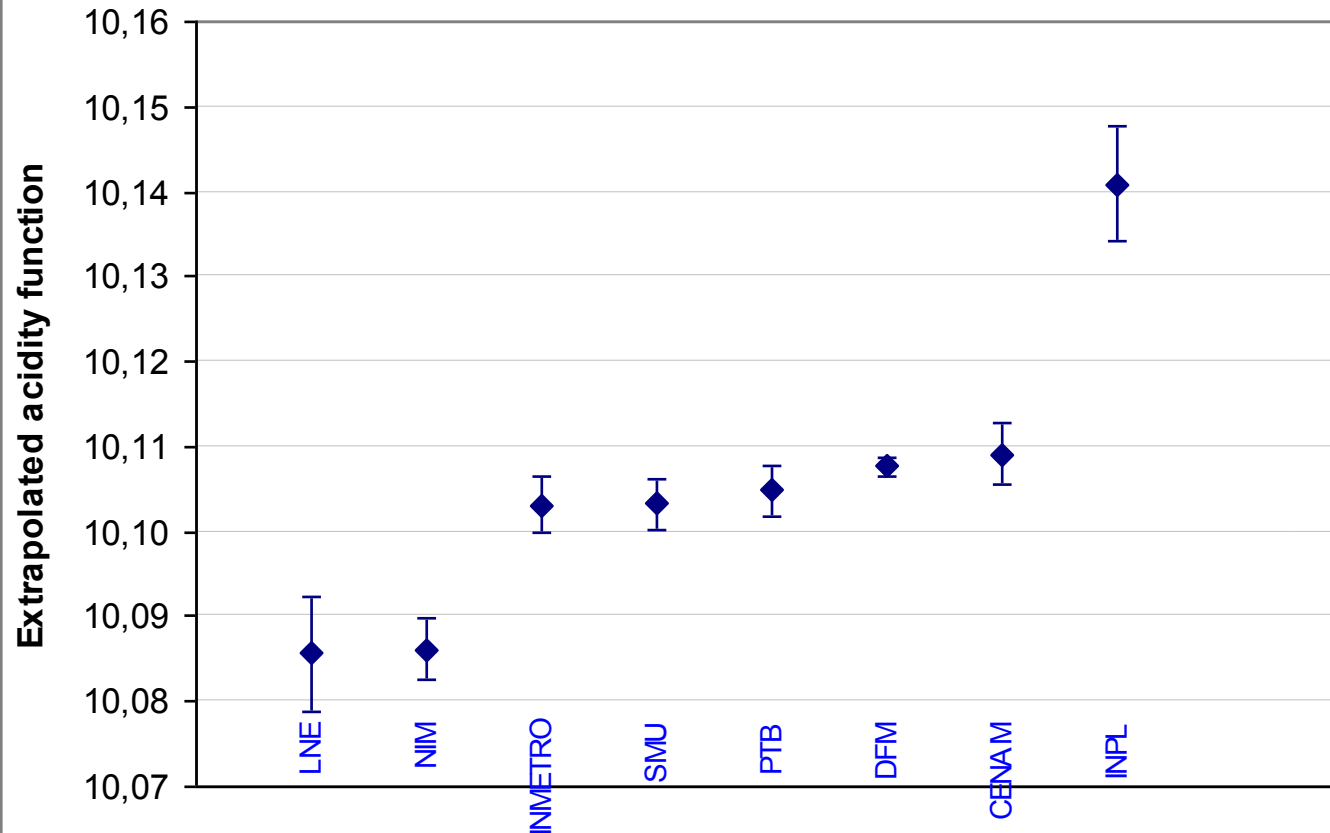
NMI em KC regional

NMI em comparação bilateral

\* Grau em que um padrão é consistente com o valor de referência de uma *Key Comparison*

# CCQM-K18.1 – Medição de pH de tampão carbonato (pH = 10) em 2007

Results of supplementary comparison K18.1



# Competência em medição e calibração



- Obtém-se a Competência em medição e calibração (CMC) junto ao BIPM, em função da **participação em comparações internacionais (key-comparisons)**. Dessa forma, o serviço de medição e calibração pode ser regularmente fornecido pelo INM ou instituto designado como meio de disseminação da rastreabilidade aos seus usuários.
- Devem realizar o “peer-review” que é a auditoria por pares a cada 05 anos em seus serviços.
- Os serviços são cobertos pelo MRA do CIPM estando no apêndice C do BIPM KCDB: <http://kcdb.bipm.org/appendixC/default.asp>, e contém o intervalo e incerteza de medição para cada serviço listado.

## MRC do Inmetro

Os laboratórios da Diretoria de Metrologia Científica e Industrial (Dimci) do Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro) desenvolvem materiais de referência certificados (MRC) com objetivo de prover laboratórios com MRC que são usados para calibrar instrumentos, atribuir valor às propriedades físicas/químicas de materiais, validar métodos de medição e garantir a qualidade de processos, fundamentais para assegurar a confiabilidade metrológica.

Os MRC do Inmetro são preparados em conformidade com critérios aceitos internacionalmente estabelecidos no ISO Guia 34. Esses MRC disponibilizados pelo Inmetro à sociedade contribuem decisivamente para o aumento da confiança das medições.

<http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/mrc.asp>

# Certificado de um MRC do Inmetro



## Certificado de Material de Referência

**DIMCI 0308/2011**

Número do Certificado

### Preparação do MRC

O MRC (Material de Referência Certificado) consiste de uma solução preparada gravimetricamente a partir do sal hidrogenoftalato de potássio, na concentração molar de 0,05 mol/kg, e água desionizada com condutividade eletrolítica inicial menor do que 0,1  $\mu\text{S/cm}$ . O MRC foi envasado em frasco de polietileno de alta densidade contendo aproximadamente o volume de 250 mL de solução.

A certificação foi realizada por: F. B. Gonzaga, J. C. Dias, S. P. Sobral.

### Metodologia e Instrumentação utilizada na Certificação

A caracterização foi realizada no sistema primário de medição de pH [1, 2]. Os estudos de estabilidade e homogeneidade foram baseados no ISO Guide 35 [3], usando-se um medidor de pH calibrado pelo Inmetro.

### Rastreabilidade Metrológica

O valor certificado possui rastreabilidade metrológica garantida através da caracterização do MRC realizada no sistema primário de medição de pH do Inmetro.

### Finalidade de uso

O MRC tem sua utilização destinada à calibração de medidores de pH.

### Armazenagem e Manipulação

O MRC deve ser armazenado na temperatura de  $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ . Recomenda-se, após o uso, fechar o frasco e armazená-lo em refrigeração, evitando contato com possíveis contaminantes (vapores ácidos, óxidos e demais gases).

### Valor Certificado e Incerteza Expandida

O valor certificado do material de referência, a  $25,0\text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1\text{ }^\circ\text{C}$ , com sua respectiva incerteza expandida, obtida a partir da incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência ( $k=2$ ) para um nível de confiança de aproximadamente 95%, baseada no "Guia para a Expressão da Incerteza de Medição" [4], está discriminado abaixo:

**pH  $4,007 \pm 0,005$**

### Prazo de Validade

O MRC 8832.0001 é válido até **25 de fevereiro de 2013**, na incerteza de medição especificada. O Inmetro assegura a integridade desse material de referência até a abertura de sua embalagem.

### Referências

- [1] Buck, R. P., *et al.*, Measurement of pH. Definitions, Standards, and Procedures (IUPAC Recommendations 2002), Pure Appl. Chem., Vol. 74, N<sup>o</sup>. 11, pp. 2169-2200, 2002.
- [2] V. Souza, *et al.*, Effect of NaCl and HCl concentrations on primary pH measurement for the certification of standard materials, Braz. arch. biol. technol., Vol. 49, pp. 79-85, 2006.
- [3] ISO Guide 35, Reference materials - General and statistical principles for certification, ISO, 2006.
- [4] Guia para a Expressão da Incerteza de Medição, Terceira Edição Brasileira, Edição Revisada, Inmetro/ABNT, 2003.



## MRC do Inmetro

Código do Serviço	Descrição
8648	MRC de Álcool Etilico Hidratado Combustível - Acidez Total, pH, Condutividade Eletrolítica, Massa Específica, Sulfato, Teor de Água, Teor de Etanol e Sódio
8857	MRC de Álcool Etilico Anidro Combustível - Massa Específica e Teor Alcoólico
8858	MRC de Álcool Etilico Hidratado Combustível - Massa Específica e Teor Alcoólico
8132	MRC de Álcool Etilico Hidratado Combustível - Teor de Água
8298	MRC de BTEX - Benzeno, Tolueno, Etilbenzeno e Xilenos (orto-, meta- e para-) em metanol
8646	MRC de Cachaça - As, Cu e Pb
8653	MRC de Cachaça - Contaminantes Orgânicos (metanol, butanol, 2-butanol)
8637	MRC de Captopril
8848	MRC de Etanol em Água - Concentração Nominal 0,05090 g-etanol/100-g-solução
8849	MRC de Etanol em Água - Concentração Nominal 0,0814 g-etanol/100-g-solução
8850	MRC de Etanol em Água - Concentração Nominal 0,1069 g-etanol/100-g-solução
8851	MRC de Etanol em Água - Concentração Nominal 0,4000 g-etanol/100-g-solução
8852	MRC de Etanol em Água - Concentração Nominal 0,5000 g-etanol/100-g-solução
8314	MRC de Etanol Combustível - sulfato, cloreto, ferro, cobre, teor de água, teor de etanol e sódio
8315	MRC de Etanol Combustível - ferro, cobre e sódio
8363	MRC de HPA - Naftaleno, Acenaftileno, Acenafteno, Fluoreno, Fenatreno, Antraceno, Fluoranteno, Pireno, Benzo[a]antraceno, Criseno, Benzo(b)fluoranteno, Benzo(k)fluoranteno, Benzo(a)pireno, Indeno[1,2,3-cd]pireno, Dibenzo[a,h]antraceno e Benzo(ghi)perileno em tolueno



## MRC do Inmetro (II)

Código-do-Serviço	Descrição
8643	MRC de Lâminas Epstein para perdas magnéticas
8134	MRC de Solução de Ácido Clorídrico 0,01 mol/kg
8133	MRC de Solução de Ácido Clorídrico 1 mol/kg
8103	MRC de Solução de Calibração de Cobre
8435	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 5 µS/cm
8436	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 25 µS/cm
8846	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 50 µS/cm
8485	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 100 µS/cm
8840	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 500 µS/cm
8844	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 1400 µS/cm
8845	MRC de Solução de Condutividade Eletrolítica 5000 µS/cm
8364	MRC de Solução Multielementar de Ânions em Água Mineral
8356	MRC de Solução Multielementar de Metais em Água Mineral
8487	MRC de Solução Multielementar de Metais em Água Sintética
8847	MRC de Solução Tampão de pH 1,7
8832	MRC de Solução Tampão de pH 4,0
8855	MRC de Solução Tampão de pH 6,9
8856	MRC de Solução Tampão de pH 9,2
8853	MRC de Solução Tampão de pH 10,0
8308	MRC de Viscosidade 13 mm <sup>2</sup> /s
8311	MRC de Viscosidade 67 mm <sup>2</sup> /s





National Institute of Standards & Technology

# Certificate of Analysis

## Standard Reference Material<sup>®</sup> 2772

### B100 Biodiesel (Soy-Based)

This Standard Reference Material (SRM) is a commercial 100 % biodiesel produced from soy. SRM 2772 is intended for use in evaluating analytical methods for the determination of selected chemical and physical properties in pure biodiesel (B100). A unit of SRM 2772 consists of five 10-mL ampoules, each containing approximately 10 mL of biodiesel.

The development of SRM 2772 was a collaboration between the National Institute of Standards and Technology (NIST), USA and the National Institute of Metrology, Standardization, and Industrial Quality (INMETRO), Brazil.

**Certified Values:** Certified values for concentrations, expressed as mass fractions, for nine fatty acid methyl esters and water are provided in Tables 1 and 2, respectively. Certified values for density at 20 °C and kinematic viscosity at 20 °C, 30 °C, and 40 °C are provided in Table 3. A NIST certified value is a value for which NIST has the highest confidence in its accuracy in that all known or suspected sources of bias have been investigated or taken into account [1]. The certified values are based on the agreement of results obtained at NIST using one or more analytical techniques and additional results from INMETRO and Cannon Instrument Company using different analytical techniques.

**Reference Values:** Reference values for concentration, expressed as mass fractions, are provided in Table 4 for three fatty acid methyl esters. Reference values for additional chemical and physical properties are provided in Tables 5 and 6. Reference values are noncertified values that are estimates of the true value; however, the values do not meet the NIST criteria for certification and are provided with associated uncertainties that may reflect only measurement precision, may not include all sources of uncertainty, or may reflect a lack of sufficient statistical agreement among multiple analytical methods [1].

**Information Values:** Information values for concentrations, express as mass fraction, of trace elements, glycerides, and ethanol are provided in Table 7. An information value is considered to be a value that will be of interest to the SRM user, but insufficient information is available to assess the uncertainty associated with the value or only a limited number of analyses were performed [1].

Table 3. Certified Value for Density at 20 °C and Kinematic Viscosity at 20 °C, 30 °C, and 40 °C of SRM 2772

	Value
Density at 20 °C <sup>(a)</sup>	0.88132 ± 0.00006 g/cm <sup>3</sup>
Kinematic Viscosity at 20 °C <sup>(b)</sup>	6.4310 ± 0.0098 mm <sup>2</sup> /s
Kinematic Viscosity at 30 °C <sup>(b)</sup>	5.0532 ± 0.0069 mm <sup>2</sup> /s
Kinematic Viscosity at 40 °C <sup>(c)</sup>	4.0843 ± 0.0057 mm <sup>2</sup> /s

Table 5. Reference Values for Additional Chemical and Physical Properties of SRM 2772

	Value <sup>(a)</sup>
Acid number <sup>(b)</sup>	0.173 ± 0.007 mg KOH/g
Diolen and Diolinolein <sup>(c)</sup>	707 ± 31 mg/kg
Free Glycerin <sup>(c)</sup>	164 ± 16 mg/kg
Gross Heating Value <sup>(b)</sup>	9465 ± 3 cal/g
Methanol <sup>(c)</sup>	587 ± 44 mg/kg
Monolein, Monolinolein, and Monolinolenin <sup>(c)</sup>	1994 ± 98 mg/kg
Monopalmitin <sup>(c)</sup>	29.7 ± 2.3 mg/kg
Oxidation Stability of Fatty Acid Methyl Esters at 110 °C <sup>(b)</sup>	4.41 ± 0.27 h
Triolein <sup>(c)</sup>	241 ± 17 mg/kg

Table 6. Information Concentration Values for Trace Elements, Glycerides, and Ethanol in SRM 2772

	Mass Fraction (mg/kg)
Calcium <sup>(a)</sup>	0.5
Copper <sup>(b)</sup>	<0.2 <sup>(c)</sup>
Diglycerides <sup>(b)</sup>	1960
Ethanol <sup>(b)</sup>	<0.2 <sup>(c)</sup>
Iron <sup>(b)</sup>	<0.2 <sup>(c)</sup>
Magnesium <sup>(a,b)</sup>	<0.2 <sup>(c)</sup>
Monoglycerides <sup>(b)</sup>	3620
Phosphorous <sup>(a,b)</sup>	<0.4 <sup>(c)</sup>
Potassium <sup>(a,b)</sup>	<0.1 <sup>(c)</sup>
Sodium <sup>(a)</sup>	0.07
Total Glycerin <sup>(b)</sup>	1520
Triglycerides <sup>(b)</sup>	1230

## Agradecimentos

**Renata Borges**  
e  
**Olga Benário**



**Obrigado pela atenção!**

**[www.inmetro.gov.br](http://www.inmetro.gov.br)**

**[vsouza@inmetro.gov.br](mailto:vsouza@inmetro.gov.br)**