

Rastreabilidade metrológica: pontos relevantes para avaliação dos avaliadores

Paulo Paschoal Borges

*Pesquisador-Tecnologista em Metrologia e Qualidade
Divisão de Metrologia Química /Laboratório de Eletroquímica
Dimci/Inmetro Setembro-2011*

Conteúdo

- ✓ **Conceitos de medição**
- ✓ **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)**
- ✓ **Desenvolvimento de um MRC**
- ✓ **ISO REMCO, ABNT/CEE-150**
- ✓ **Cadeia de rastreabilidade de pH**
- ✓ **Cadeia de rastreabilidade de condutividade eletrolítica**

Conceitos gerais em medição

Medição: Processo de obtenção experimental de um ou mais valores que podem ser, razoavelmente, atribuídos a uma grandeza.

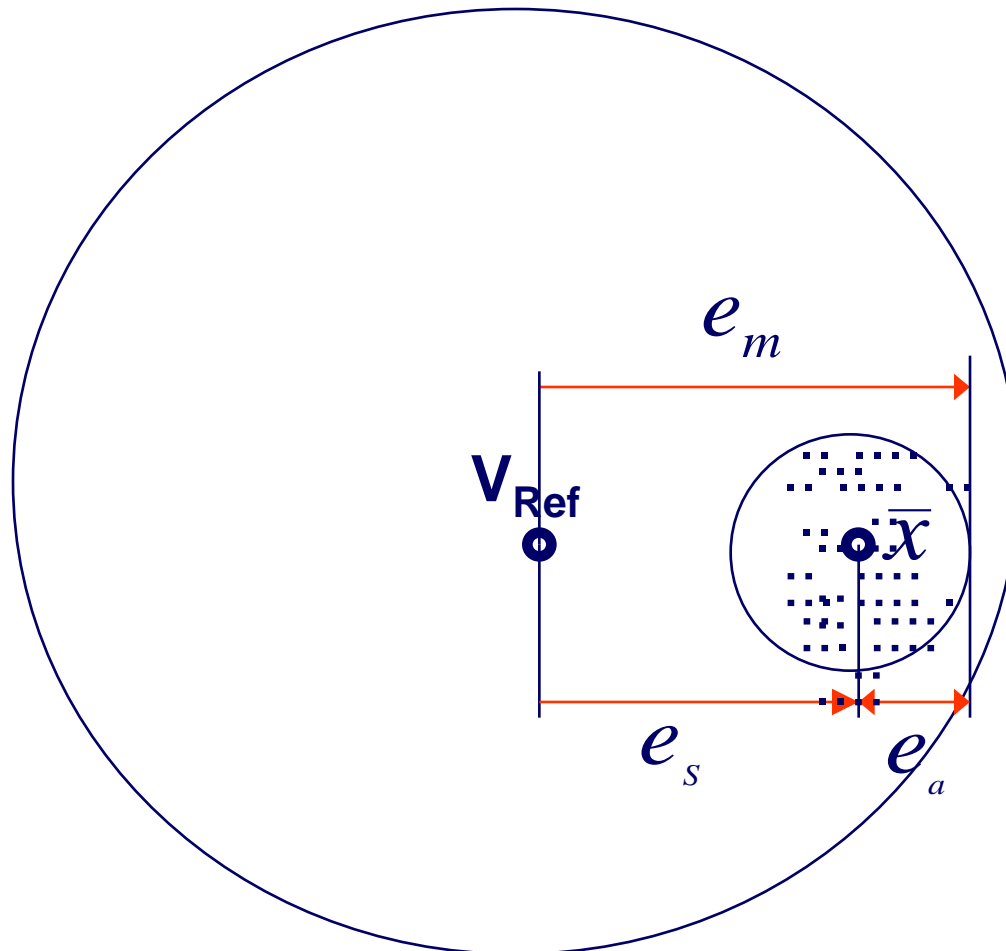
Grandeza – propriedade de um fenômeno, corpo, ou substância, que pode ser expressa quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência → Uma referência pode ser uma unidade de medida, um procedimento de medição, um material de referência ou uma combinação destes. *(VIM 2008)*

Um resultado de medição é geralmente expresso como um valor de uma **grandeza** medida e uma **incerteza de medição**.

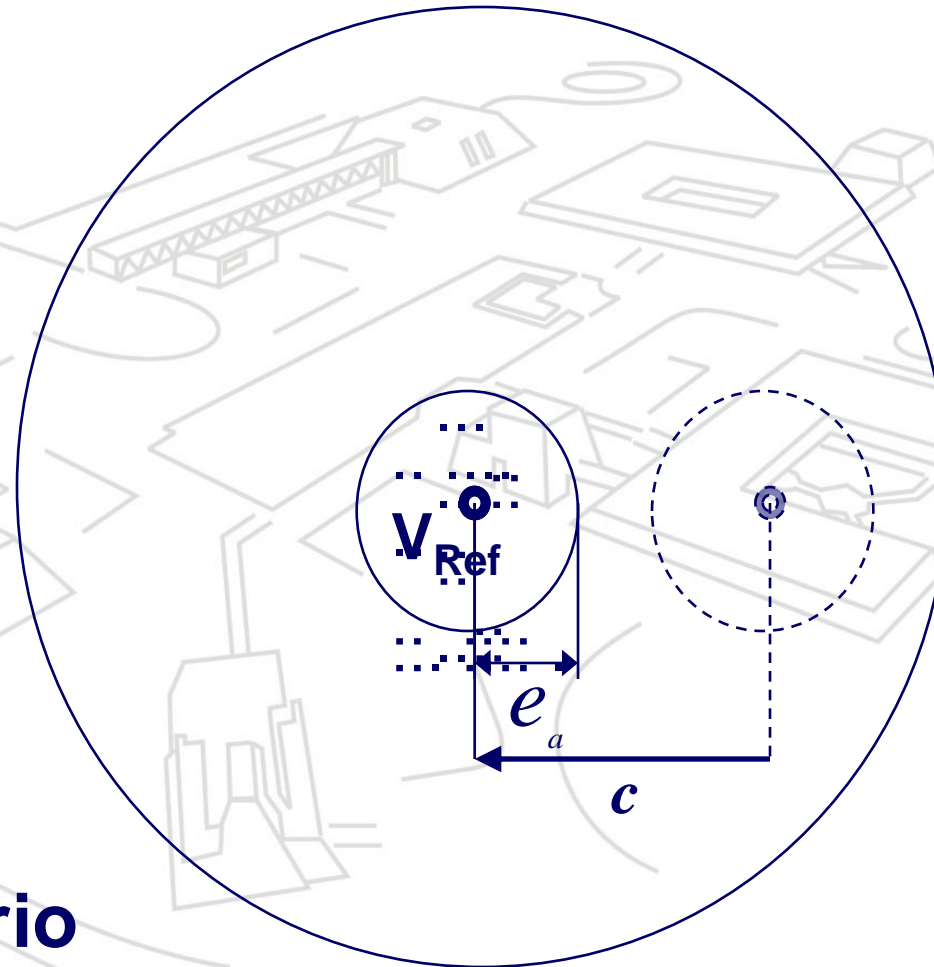
Mensurando – grandeza que se pretende medir.

O objetivo de uma **medição** é determinar o **valor do mensurando**, isto é, o valor de uma **grandeza particular** a ser medida. Uma medição portanto começa com uma especificação apropriada do **mensurando**, do **método de medição**, e do **procedimento de medição**. *(JCGM 2008)*

Representação de uma medição



Representação de uma medição: correção do erro sistemático



c = correção

e_a = erro aleatório

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 , Ultrassom 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

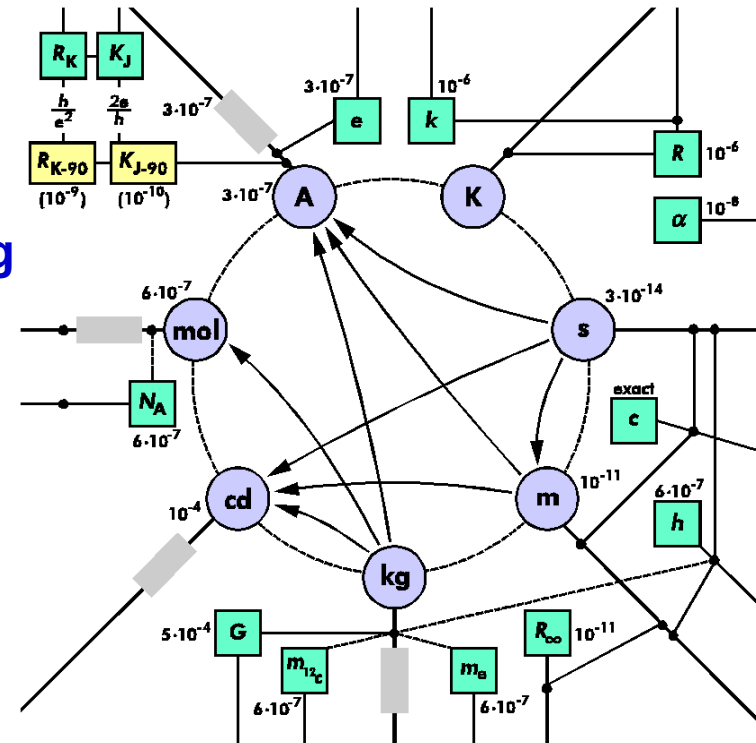
Sete grandezas de base

Unidade

1960
1971

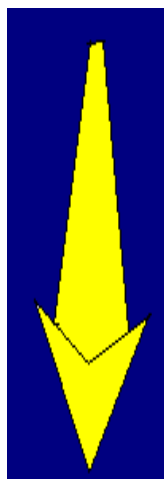
- comprimento
- Massa
- Tempo
- Corrente elétrica
- Temperatura
- Intensidade luminosa
- Quantidade de substância

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)

Incerteza de medição **HIERARQUIA DO SISTEMA METROLÓGICO**



Unidades do SI

Padrões Internacionais

BIPM

Padrões dos Institutos Nacionais de Metrologia

Padrões Nacionais

Padrões de referência dos laboratórios de calibração acreditados

Calibração

Padrões de referência dos laboratórios de ensaio acreditados

Ensaio

Padrões de trabalho dos laboratórios do chão de fábrica

Indústria e outros setores

RASTREABILIDADE

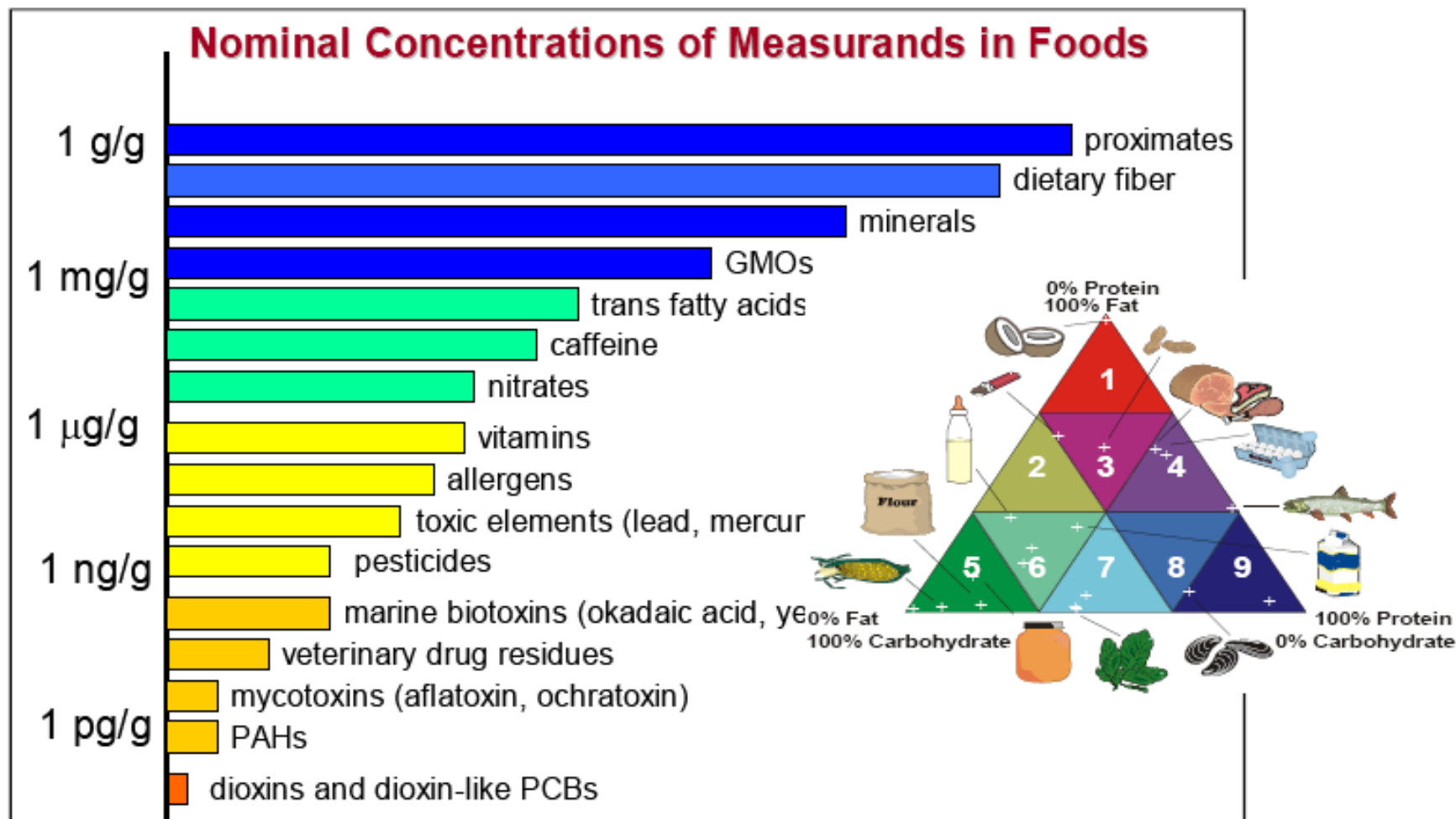
DISSEMINAÇÃO

COMPARABILIDADE

A complexidade da Metrologia Química

- Para a metrologia química: 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 ($10^?$)
 - e 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, de analitos e matrizes.

Exemplo da complexidade das Medições Químicas (diferentes mensurandos em cada classe)



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

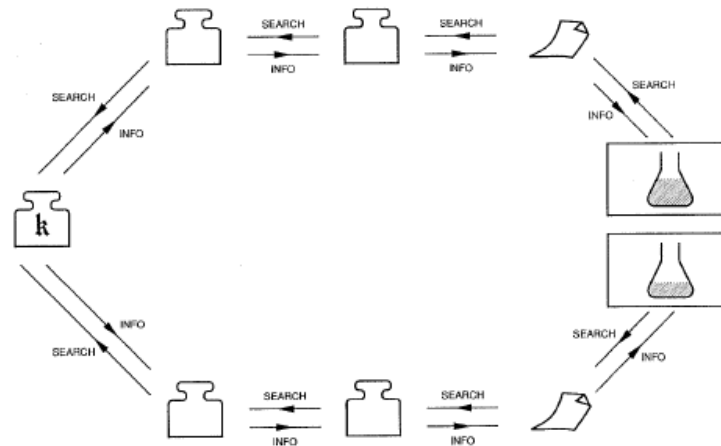
GC-ID/MS
GC/MS
LC/MS
CE/Maldi
High Resolution MS
MS/MS

A rastreabilidade metrológica em química

- Em Física, as hierarquias de calibração foram há muito estabelecidas.
- Para as medições químicas, complexas, o estabelecimento formal de hierarquias de calibração é mais recente.
- Uma preocupação inerente em química é que, quando a quantidade de substância é reportada na unidade do SI, o mol, a **corporificação da definição do mol** necessitaria de **um padrão de medição primário para cada um dos milhões de compostos químicos**.
- O **Comitê Consultivo para a Quantidade de Substância: Metrologia em Química (CCQM)** selecionou princípios de medição e métodos que têm o potencial de se desenvolver como **procedimentos de medição de referência primários** gerando valores de grandeza específicos para cada componente em mol ou suas unidades derivadas para as grandezas realizadas por calibradores primários.
- Desde que a grandeza em medição seja diferencial ou racional, a referência metrológica pode então ser a definição de outra unidade de medição, tal como o **quilograma** ou a Unidade Internacional WHO de um dado tipo de atividade biológica.

Rastreabilidade metrológica

Propriedade de um resultado de medição pela qual tal resultado pode ser relacionado a uma **referência** através de uma **cadeia ininterrupta e documentada de calibrações**, cada uma contribuindo para a incerteza de medição.



- **Referência** pode ser uma definição de uma **unidade de medida** por meio de sua realização prática, ou um **procedimento de medição** que engloba a unidade de medida para uma grandeza não ordinal, ou um **padrão**.

Rastreabilidade metrológica II

- Cadeia de rastreabilidade metrológica – *sequencia* de cadeia de rastreabilidade de *padrões de medição* e *calibrações* que é usada para relacionar um resultado de medição a uma referência.
- Rastreabilidade metrológica a uma unidade de medição – rastreabilidade metrológica na qual a referência é a definição de uma unidade de medição através de sua realização prática.
- A expressão “ *rastreabilidade ao SI* ” significa rastreabilidade metrológica a uma unidade de medição do Sistema Internacional de Unidades (SI).

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)”.

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.**

Pure Appl. Chem., ASAP Article

doi:10.1351/PAC-REP-07-09-39

© 2011 IUPAC, Publication date (Web): 15 June 2011

**Metrological traceability of measurement results
in chemistry: Concepts and implementation
(IUPAC Technical Report)**

Paul De Bièvre, René Dybkaer, Aleš Fajgelj, D. Brynn Hibbert

“O estabelecimento da *rastreabilidade metrológica* dos resultados de medição é um pré-requisito para a obtenção da *comparabilidade metrológica* dos resultados de medição.”

Dentre os muitos aspectos de medição que afetam a **confiabilidade** de um resultado de medição, a obtenção da **rastreabilidade metrológica** é essencial. Ela dá suporte e faz com que o analista seja capaz de afirmar que o seu resultado “é aquele que se propõe ser”.

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**, mesmo que os calibrantes ou sistemas de medição ou as incertezas de medição relativas sejam diferentes.

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

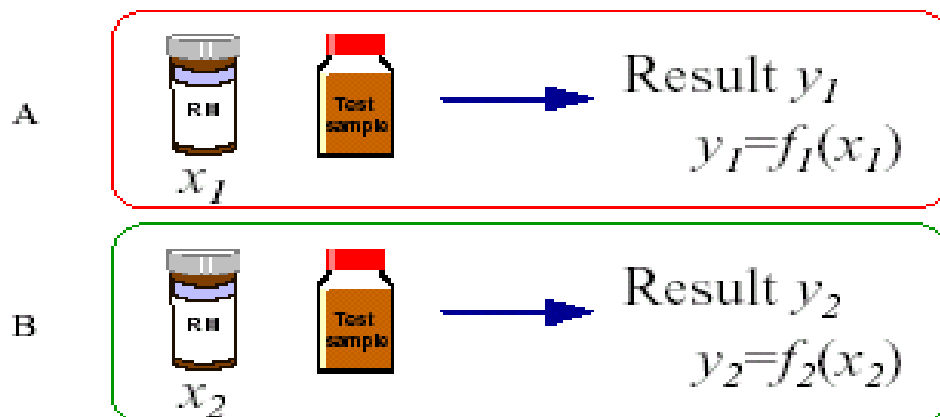
Material, suficientemente homogêneo e estável em relação a propriedades específicas, preparado para se adequar a uma utilização pretendida numa medição ou num exame de propriedades qualitativas.

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

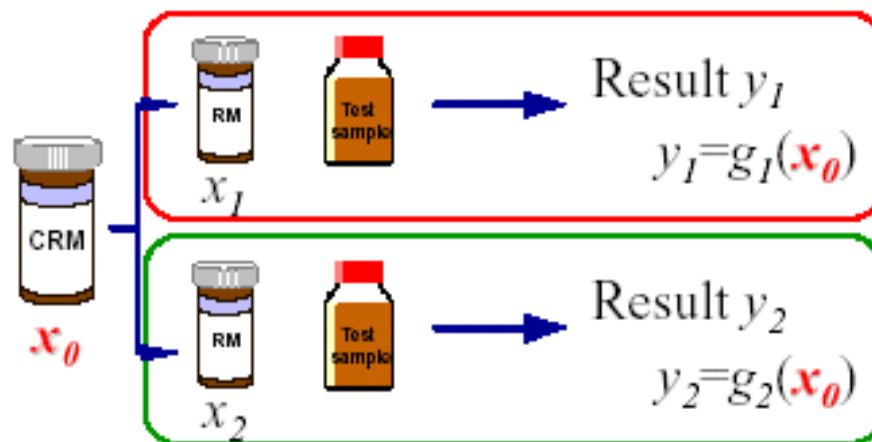
Material de referência certificado (MRC)

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.



- Valores obtidos por Materiais de Referência (MR)



- Valores obtidos por Materiais de Referência Certificados (MRC)

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.

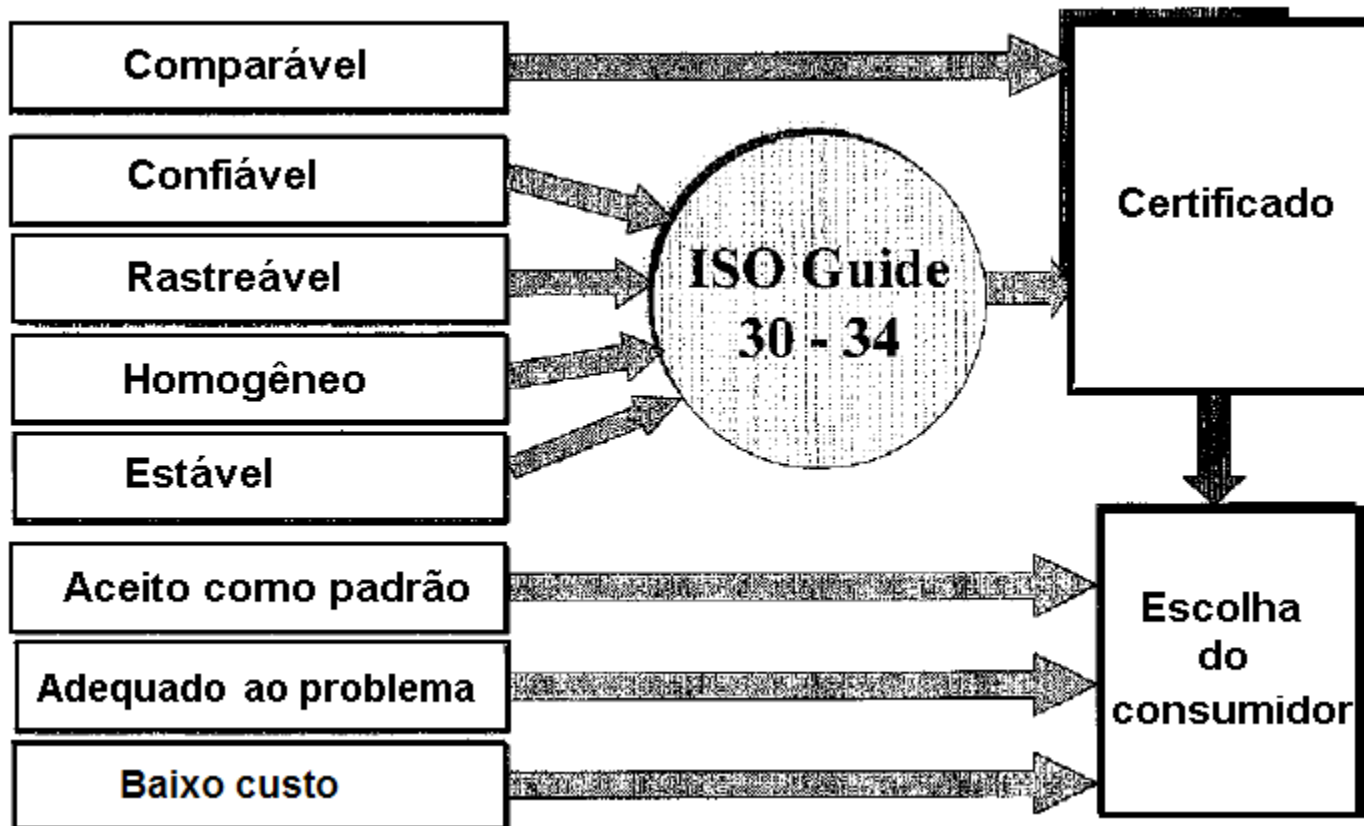
Produtor de Material de Referência

Órgão tecnicamente competente (organização ou empresa, pública ou privada), que é totalmente responsável pela atribuição dos valores certificados ou outros valores de propriedade dos materiais de referência produzidos e fornecidos por ele, de acordo com a ABNT ISO Guia 31 e ISO Guide 35.

- ✓ **ABNT ISO GUIA 31:2000 – Conteúdo dos Certificados (em revisão)**
- ✓ **ISO GUIDE 35:2006 – *Reference materials – General and statistical principles for certification***

ABNT ISO GUIA 34:2004 – Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.

Requisitos de um MRC



Desenvolvimento de um MRC

Estudo de viabilidade
Planejamento

Vale a pena produzir um determinado MRC?

Quanto, como, em que tempo produzir?

Preparação

Lote do candidato a MRC (volume)

Homogeneidade

As unidades do lote estão homogêneas?

Caracterização

Qual o valor da propriedade do lote ?

Estabilidade

A propriedade do candidato a MRC permanece estável ao longo do tempo ?

+

Incerteza de Medição

Incertezas resultantes dos estudos de homogeneidade, caracterização e estabilidade

=

MRC

Garantia da rastreabilidade metrológica, comparabilidade e confiabilidade dos resultados das medições químicas

O Uso de Materiais de Referência Certificados

⇒ **Calibração**

⇒ **Controle de qualidade**

⇒ **Fornecer valores a outros materiais (futuros MRC)**

⇒ **Rastreabilidade**

⇒ **Manter e estabelecer rastreabilidade a escalas**

(ex.: número de octano, escalas de dureza e pH)

⇒ **Validação de métodos**

▪ 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.

(ISO GUIDES 32, 33 e 35)

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.

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
- ✓ Informações sobre MR produzidos internacionalmente podem ser obtidas em www.comar.bam.de

Para garantir a rastreabilidade metrológica e qualidade analítica das medições químicas



Comissão ABNT CEE-150

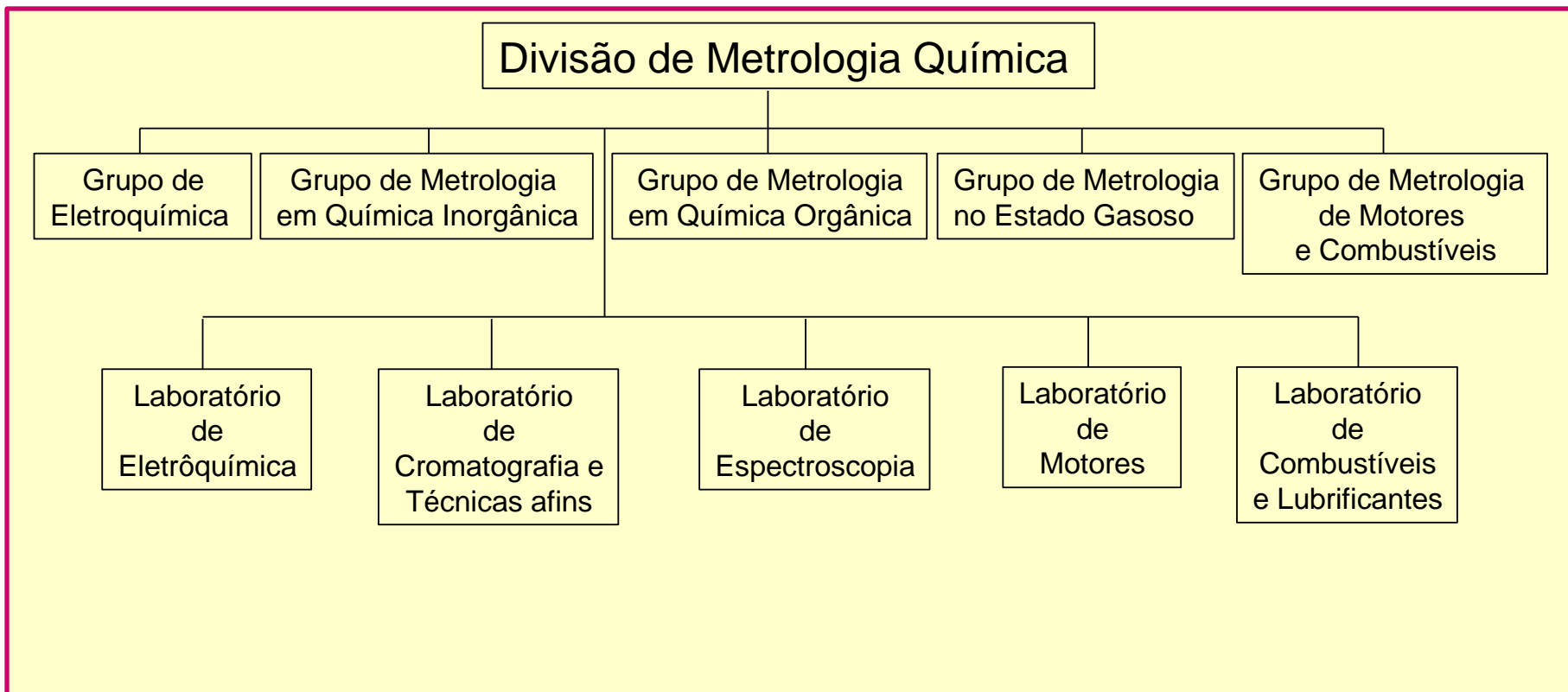
- ✓ A Comissão de Estudo Especial de Materiais de Referência da ABNT, a ABNT CEE-150, foi criada com o objetivo de assegurar que representantes brasileiros (corpo técnico interessado) sejam representados nas discussões técnicas do ISO REMCO (Comitê da ISO responsável pela elaboração e revisão das ISO *Guides* para materiais de referência), formar grupos de trabalho-espelhos, isto é, semelhantes aos GT do ISO REMCO, bem como conduzir as traduções dos ISO Guides, ISO TR, etc.
- ✓ Os primeiros documentos em fase de tradução são os ISO Guides 34:2009 e 35:2006.

ABNT/CEE-150 – Materiais de Referência

Grupos de trabalho – espelho do ISO/REMCO

Working group	Grupo de trabalho
GT 6 – Serviços de informação	WG 6 – Information Services
GT 8 – Diretrizes para QCMs	WG 8 – Guidance on QCMs
GT 9 – Revisão do ISO Guide 33	WG 9 – Revision of ISO Guide 33
GT 10 – Definições, incluindo a revisão do ISO Guide 30	WG 10 – Definitions, including of ISO Guide 30
GT 13 – MR para analyses qualitativas	WG 13 – RMs for qualitative analysis
GT 14 – Revisão do ISO Guide 31	WG 14 – Revision of ISO Guide 31
GT 15 – Rastreabilidade Metrológica	WG 15 – Metrological traceability
GT 16 – Revisão do ISO Guia 35	WG 16 – Revision of ISO Guide 35

Estrutura da Dquim



Laboratório de Eletroquímica

- O Label possui o seu Sistema de Qualidade implantado (ABNT NBR ISO/IEC 17025) e é submetido a avaliações internas anuais e, de 2 em 2 anos, a *peer-review* (avaliação entre pares) realizada por avaliadores/pesquisadores de outros INM.

Produção de MRC

- pH (*sistema primário de medição de pH*)
- Condutividade eletrolítica (*sistema primário de condutividade eletrolítica*)
- Compostos químicos puros: padrões primários (*sistema primário de coulometria*)
- Álcool combustível e biodiesel (pH, condutividade eletrolítica e acidez)

Calibração

- Medidores de pH, de condutividade e simuladores de pH/mV

Demais atividades:

- Participação em Comparações Internacionais (CCQM)
- Participação na CT-05 (Cgcre/Dicla) e na ABNT/CEE-150 – Materiais de Referência
- Ensaio de Proficiência na área de metrologia eletroquímica
- Pesquisas (desenvolvimento de métodos de referência /validação)
- Ensino (técnico em metrologia, mestrado profissional)
- Disseminação da Cultura Metrológica (publicação, congressos, fóruns e cursos)
- Convênios nacionais e internacionais: UFRJ, PUC-RJ, UNESP-Araraquara, PTB (Alemanha), NIST (EUA), UNIIM (Rússia) e LNE (França)
- Projetos com bolsas de pesquisa: CNPq e FAPERJ

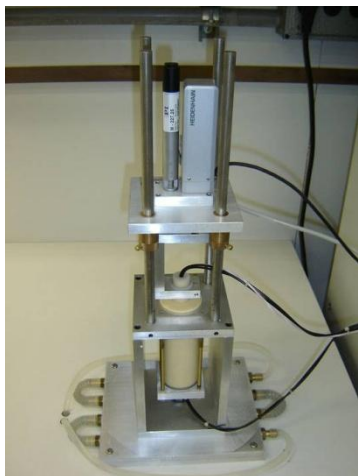
Condutividade Eletrolítica: Rastreabilidade

Rastreabilidade ao SI

calibração da parte geométrica da célula (K_{cel}), área (A) e comprimento (l), e medições rastreáveis de impedância, frequência (tempo) e temperatura

Célula primária (Inmetro)

$$K = \frac{\Delta l}{A \cdot (R_1 - R_0)}$$



Soluções de referência primárias $\kappa_{\text{prim}} \Rightarrow$ calibração da constante da célula secundária $K_{\text{cel(sec)}} \Rightarrow$ Medição de amostra rastreável a κ_{prim}

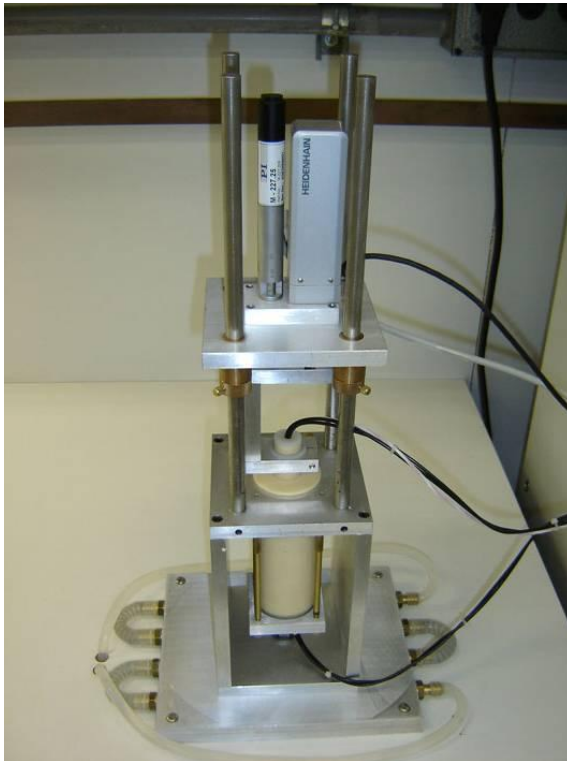
$K = 0,5 \text{ cm}^{-1}$

$K = 10 \text{ cm}^{-1}$

Células secundárias (Inmetro)

$$K_{\text{cel(sec)}} = K_{\text{prim}} \cdot R$$

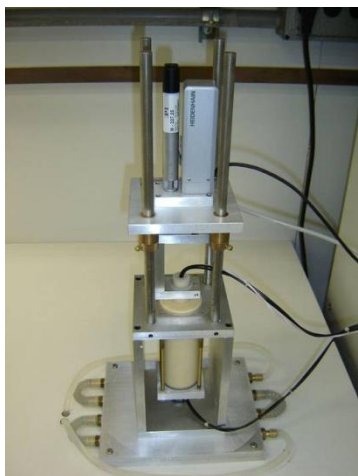
Inmetro: Célula de Condutividade primária



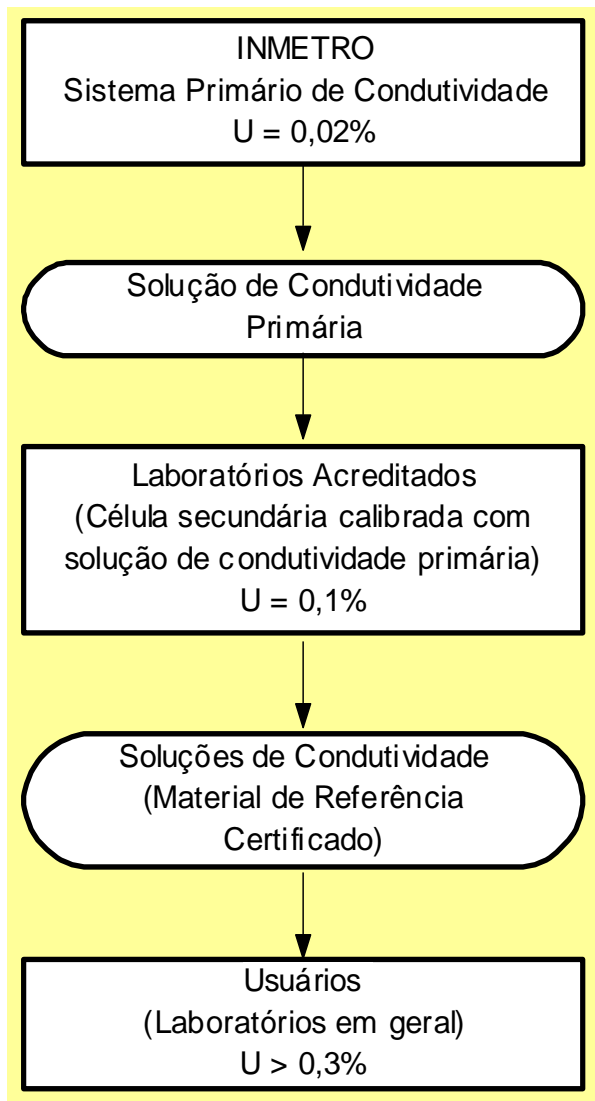
Inmetro



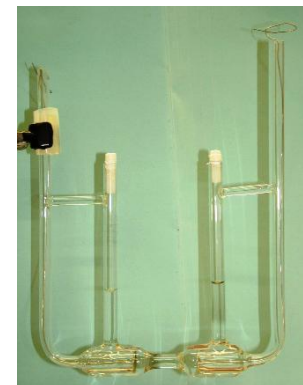
$U = 1$ a $0,05\%$ ($0,0002$ a 15 S/m)



Rastreabilidade



Confiabilidade



pH: Rastreabilidade

Célula primária (Inmetro)

Eletrodo de
hidrogênio



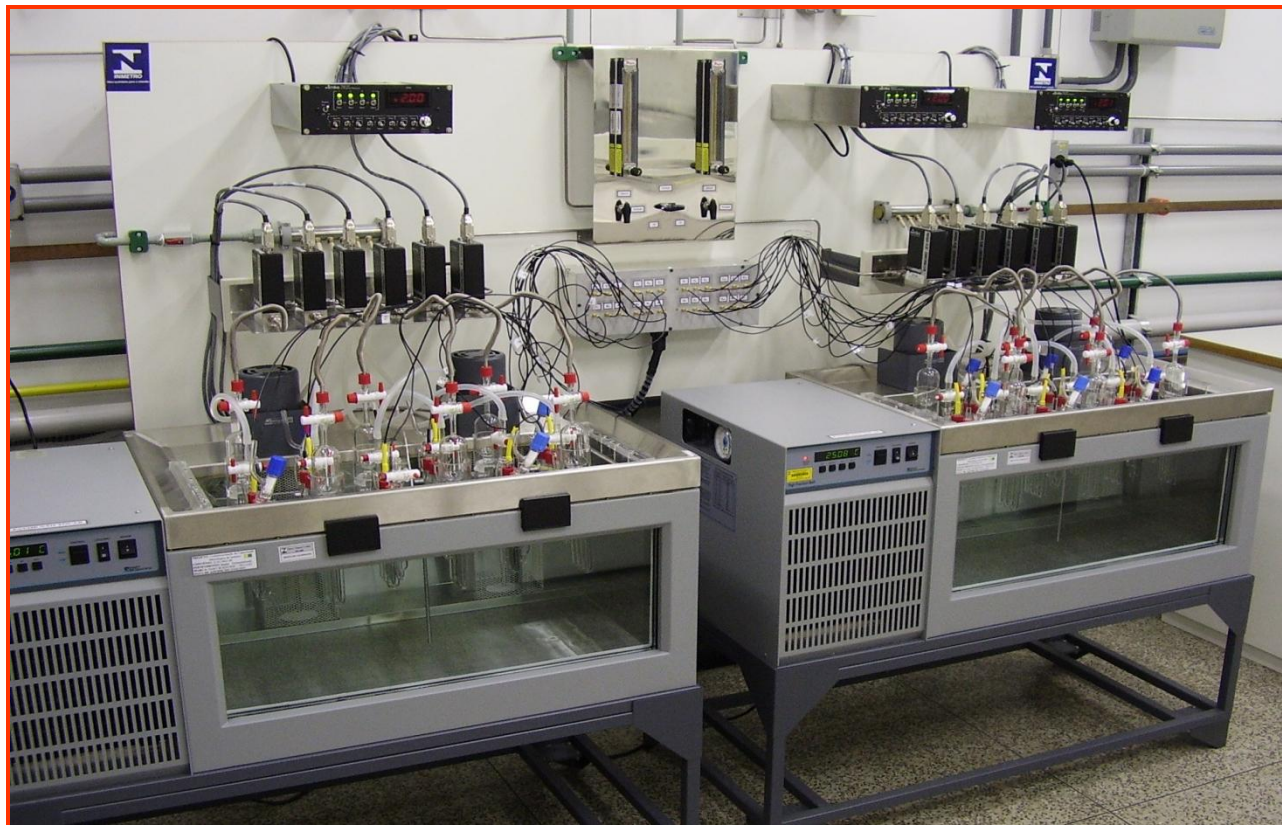
Eletrodo
prata/cloreto
de prata

Célula secundária (Inmetro)



2 Eletrodos de hidrogênio

Sistema Primário de Medição de pH (Célula Harned): Inmetro



Incerteza: $U = 0,003$

Incertezas típicas das medições de pH

Medições de pH primárias

↓ $U(\text{pH(PS)}) = 0,003$

Medições de pH secundárias

Composição química igual a das primárias

↓ $U(\text{pH(S)}) = 0,004$

Composição química diferente e/ou

Força iônica diferente da primária

↓ $U(\text{pH(S)}) = 0,01$

Força iônica diferente do MR primário

“tampões comerciais”

↓ $U(\text{pH(S)}) = 0,02$

Calibração de Medidores de pH

Calibração multipontos (5 pontos)

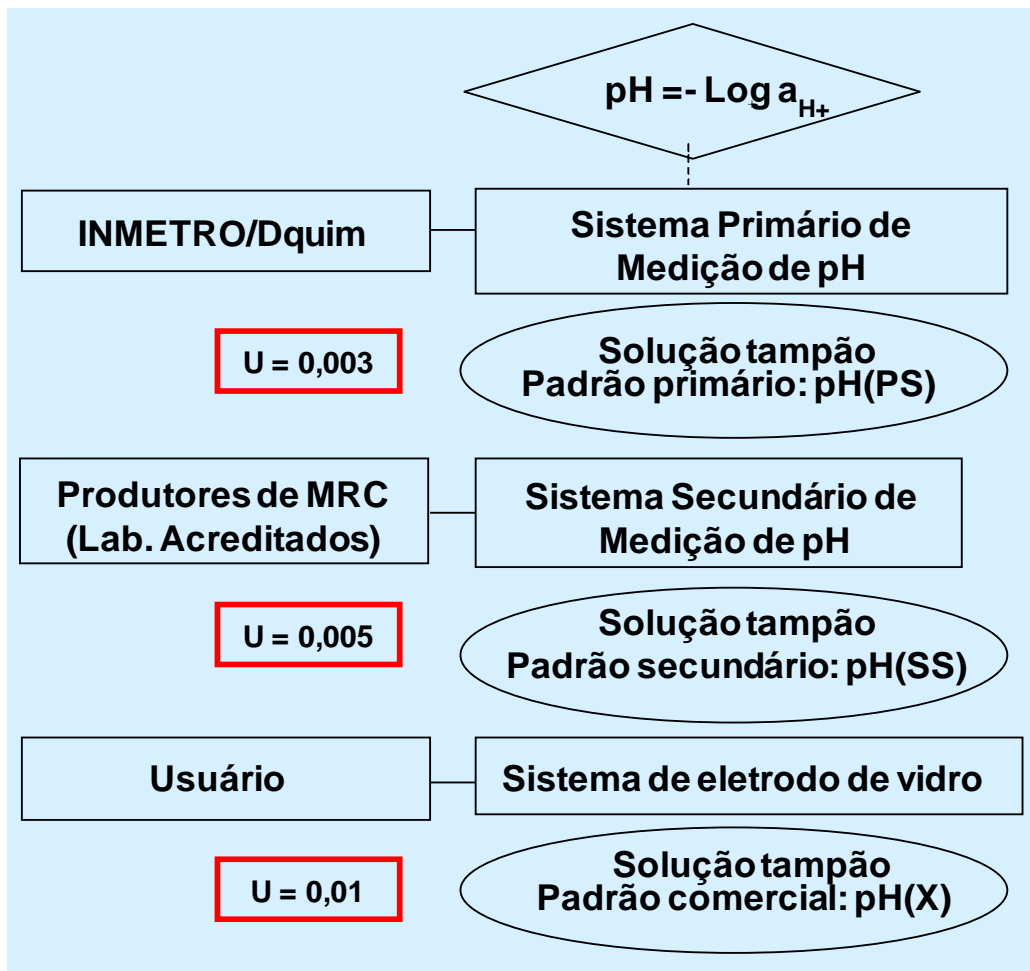
↓ $U = 0,01 - 0,03$

Calibração por 2 pontos

↓ $U = 0,02 - 0,03$

Cadeia de rastreabilidade

Rastreabilidade



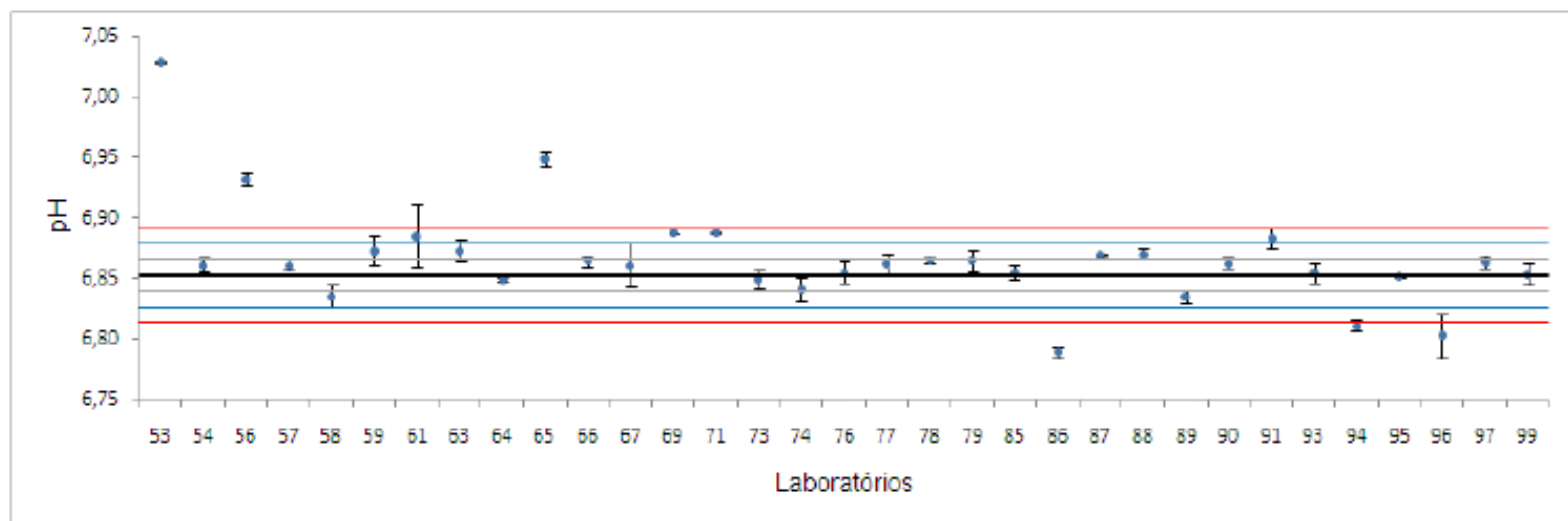
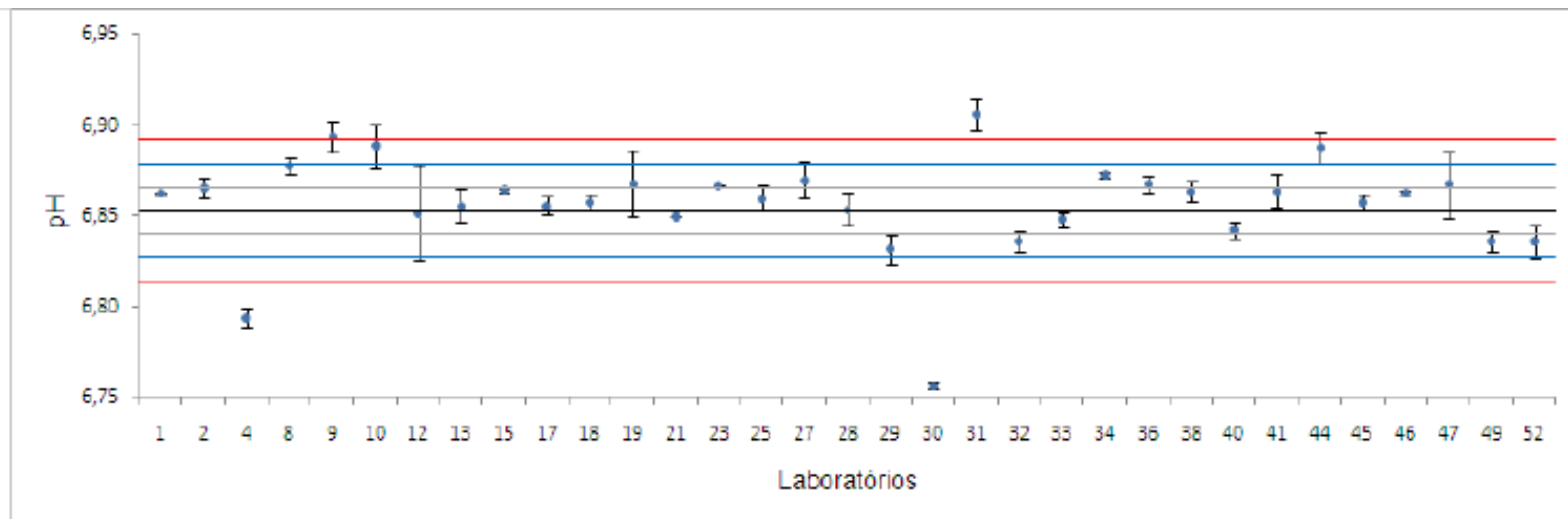
Confiabilidade



Ensaio de Proficiência (Inmetro)

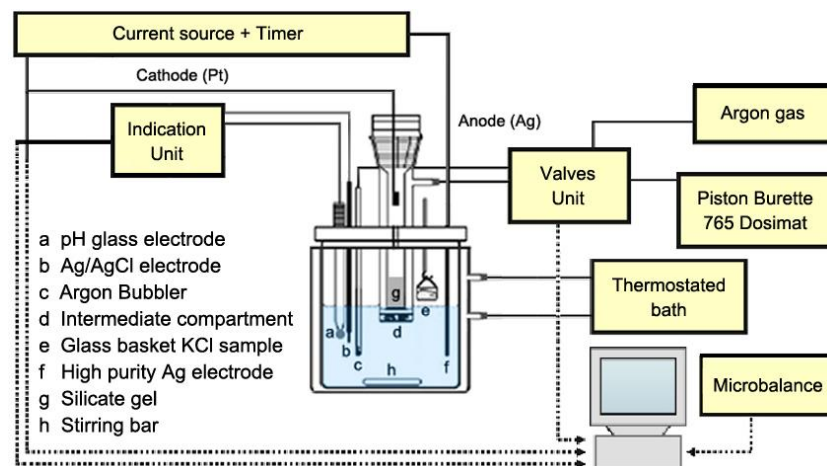


3ª Rodada – maio/ 2010, pH 6,86



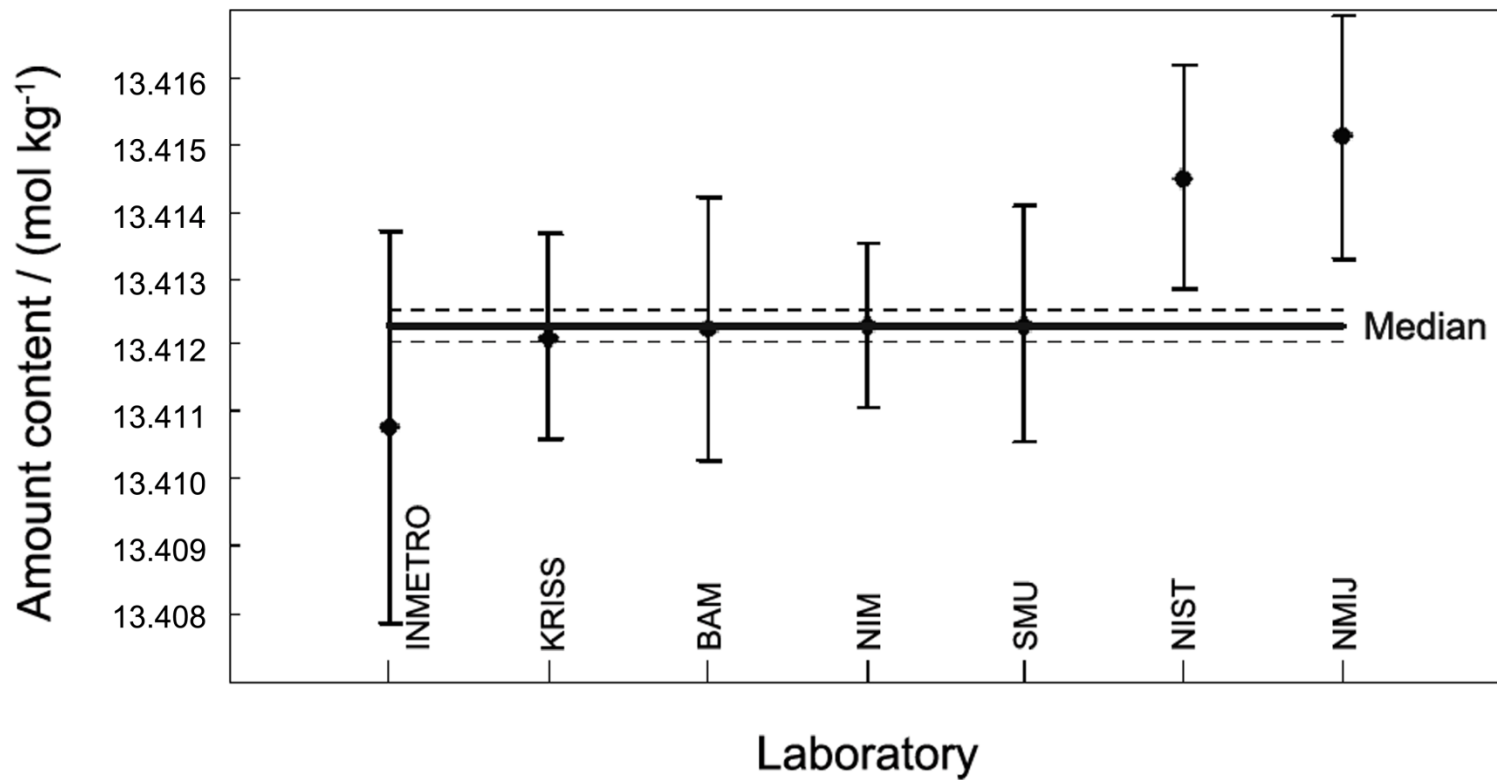
Coulometria

- É um método de eletroanálise, baseado na lei de Faraday e utilizado pelos INM para a determinação da quantidade de substância (mol) em compostos químicos puros, rastreáveis diretamente ao SI.
- A coulometria é considerada um dos métodos primários pelo CCQM : metrologia química, por isso não necessita de material de referência para dar rastreabilidade às suas medições.
- A técnica coulométrica é utilizada para a certificação de MR, sais, ácidos e bases, o que irá garantir a disseminação da rastreabilidade e confiabilidade às medições químicas.



**Sistema primário de
coulometria do Inmetro**

CCQM-K48 Determinação da pureza do KCl



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.
- 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



Serviço Público Federal
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0308/2011
Número do Certificado

Identificação do Item

MRC: Solução Tampão de pH 4,0

Certificador: Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do Lote: MRC 8832.0001

Código do Serviço: 8832


Data da Certificação: 25/02/2011

25/02/2011
Data de Emissão

Dr. Valnei Smarcaro da Cunha
Chefe da Divisão de Metrologia Química

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 e ABNT ISO GUIA 34 e da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Inmetro – Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém, Duque de Caxias, RJ, Brasil, CEP: 25250-020 (Pág. 1/2)
Saenici – Tel: (21) 2679 9077/9210 – e-mail: mrc-solicitacao@inmetro.gov.br



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 hidrogenofalato de potássio, na concentração molar de 0,05 mol/kg, e água desionizada com condutividade eletrolítica inicial menor do que 0,1 µS/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 °C ± 5 °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 °C ± 0,1 °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 ± 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°. 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.

(Pág. 2/2)



MRC da área de Metrologia Eletroquímica



Condutividade eletrolítica



pH



HCl



KHP



KCl



Bioetanol



Biodiesel

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, Acenafileno, 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 ² /s
8311	MRC de Viscosidade 67 mm ² /s



Agradecimentos

Renata Borges



Cgcre



II Workshop de acreditação de produtores de materiais de referência e de provedores de ensaios de proficiência



Ministério do
Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior



Obrigado pela atenção!

www.inmetro.gov.br

ppborges@inmetro.gov.br