

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1453/2015
Número do Certificado

Identificação do Item

MRC: Etanol Hidratado Combustível

Certificador: Divisão de Metrologia Química (Dquim)
Divisão de Metrologia Mecânica (Dimec)

Numeração do Lote: MRC 8313.0006

Código do Serviço: 8313

04/08/2015

Data de Emissão

Valnei Smarçaro da Cunha, D.Sc.
Chefe da Divisão de Metrologia Química

José Carlos Valente de Oliveira, M.Sc.
Chefe da Divisão de Metrologia Mecânica

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 [1] e ABNT ISO GUIA 34 [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.

DIMCI 1453/2015

Número do Certificado

Preparação do MRC

O MRC (Material de Referência Certificado) consiste de uma solução de etanol hidratado combustível homogêneo e suficientemente estável de acordo com as propriedades específicas determinadas.

O etanol hidratado combustível utilizado neste MRC foi adquirido em um posto de combustível. O MRC foi envasado em frascos de vidro âmbar contendo aproximadamente 500 mL da solução.

Metodologia Analítica

Acidez total: A determinação da acidez total foi realizada por titulação volumétrica com detecção potenciométrica automatizada para os estudos de homogeneidade e caracterização. Para a obtenção da curva de titulação e a determinação do ponto final foi utilizado um eletrodo combinado de pH contendo uma solução etanólica de LiCl 2,0 mol L⁻¹ como eletrólito interno. O titulador acoplado ao eletrodo de pH foi calibrado com os MRC de pH 6,9 (8855.0002, Inmetro) e pH 4,0 (8832.0004, Inmetro). As amostras foram tituladas com solução de NaOH 0,02 mol L⁻¹, cuja concentração foi determinada com o MRC de KHP 99,854% (8118 0001, Inmetro), o qual foi certificado pelo método primário de titulação coulométrica. O resultado é expresso como massa de ácido acético, em mg, por volume de etanol combustível, em L.

Condutividade eletrolítica: A determinação da condutividade eletrolítica na etapa de caracterização foi realizada no sistema primário de medição de condutividade eletrolítica [4]. Para o estudo de homogeneidade usou-se um medidor de condutividade eletrolítica, calibrado pelo Inmetro [3], acoplado a uma célula eletrolítica com constante de aproximadamente 0,1 cm⁻¹, previamente calibrado com MRC de 5 μS cm⁻¹ (8435.0003, Inmetro). As medições foram feitas a 25 °C com o uso de um termômetro de resistência Pt 100 calibrado pelo Inmetro. O resultado é expresso como condutividade eletrolítica, em μS cm⁻¹.

Massa específica: A determinação da massa específica foi realizada com um densímetro digital DMA-5000M para o estudo de homogeneidade. Para a caracterização foram usados o densímetro digital e um picnômetro de Gay-Lussac de 25 mL. As medições foram feitas a 20 °C, de acordo com a literatura [5-7]. Em cada medição, a célula interna do densímetro foi lavada com etanol (P.A.); no picnômetro, após cada medição a amostra é descartada. O resultado é expresso como massa específica, em g cm⁻³ de etanol combustível.

pH: A determinação do pH no estudo de homogeneidade foi realizada com um medidor de pH acoplado a um eletrodo combinado de pH contendo uma solução etanólica de LiCl 2,0 mol L⁻¹ como eletrólito interno e o sistema foi calibrado com os MRC de pH 6,9 (8855.0002, Inmetro) e pH 4,0 (8832.0004, Inmetro). A caracterização do pH foi realizada com o uso de dois medidores de pH de fabricantes diferentes, acoplados com eletrodos combinados de pH, contendo o mesmo eletrólito interno descrito acima. As medições foram feitas a 25 °C com o uso de um termômetro de resistência Pt 100 calibrado pelo Inmetro. O resultado é expresso como pH.

NOTA: Certos equipamentos, instrumentos ou materiais comerciais são identificados neste Certificado para especificar adequadamente o procedimento experimental. Isso não implica recomendação ou o endosso pelo Inmetro de que os materiais ou equipamentos identificados são os mais apropriados para esse propósito.

Rastreabilidade Metrológica

Os valores certificados dos parâmetros acidez total e pH possuem rastreabilidade metrológica garantida pelo uso de materiais de referência certificados e equipamentos calibrados. O parâmetro de condutividade eletrolítica é garantido por meio da caracterização do MRC realizada no sistema primário de condutividade eletrolítica. O valor certificado para o parâmetro de massa específica é fornecido por um densímetro digital, rastreado ao sistema primário (de pesagem hidrostática), e por um picnômetro (calibrado pelo método gravimétrico).

Finalidade de Uso

O MRC tem sua utilização destinada para a validação dos métodos e garantia da qualidade dos resultados das medições dos parâmetros que constam neste Certificado. Para o parâmetro condutividade eletrolítica, a finalidade deste MRC se estende ao provimento de rastreabilidade metrológica [1-2, 8-9].

Armazenagem e Manipulação

O volume mínimo do MRC a ser utilizado para os parâmetros acidez total, condutividade eletrolítica e pH é de 20 mL. Entretanto para o parâmetro massa específica o volume mínimo é de 3 mL.

O MRC deve ser armazenado na temperatura de $(20,0 \pm 5,0)$ °C. Considerando que o etanol é volátil e higroscópico, recomenda-se que deve ser manipulado rapidamente e, após o uso, fechar o frasco evitando contato com possíveis contaminantes (vapores ácidos, óxidos e demais gases).

Valor Certificado

Os valores certificados com as suas respectivas incertezas expandidas, para um nível de confiança de aproximadamente 95% ($k=2$) [10], estão discriminados abaixo:

Acidez total: $(7,66 \pm 0,84)$ mg L⁻¹

Condutividade eletrolítica a 25,0 °C: $(1,36 \pm 0,26)$ μS cm⁻¹

Massa específica a 20,0 °C: $(0,80961 \pm 0,00014)$ g cm⁻³

pH a 25,0 °C: $6,59 \pm 0,30$

O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado e a incerteza inerente à heterogeneidade da amostra está incluída na incerteza expandida do MRC [8, 10].

A avaliação dos resultados foi realizada por F. B. Gonzaga e D. E. Santo Filho.

Prazo de Validade

O MRC 8313.0006 é válido até **04 de agosto de 2016**. 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.

Observações

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

Referências

- [1] ABNT ISO GUIA 31:2004, Materiais de Referência – Conteúdo de certificados e rótulos.
- [2] ABNT ISO GUIA 34:2012, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [4] Jensen, H.D., Final Report on CCQM-K36.1, Metrologia, 46, Tech. Suppl., 08004, 2009.
- [5] ISO Guide 15212-1 – *Oscillation-type density meters – Part 1: Laboratory Instruments*, 1998.
- [6] ISO Guide 15212-2 – *Oscillation-type density meters – Part 2: Process Instruments for Homogeneous Liquids*, 2002.
- [7] ISO 3507:1999 - *Laboratory glassware – Pyknometers*.
- [8] ABNT ISO GUIA 35:2012, Materiais de Referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [9] Fraga, I. C. S., Ribeiro, C. M., Sobral, S. P., Dias, J. C., Gonçalves, M. A., Borges, P. P., Gonzaga, F. B., *Certified reference material of bioethanol for metrological traceability in electrochemical parameters analyses*, Talanta, 99, 99-103, doi:10.1016/j.talanta.2012.05.024
- [10] 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.