

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1477/2010f
Número do Certificado

Identificação do Item

MRC: BTEX – Benzeno, Tolueno, Etilbenzeno e Xilenos (*orto-*, *meta-* e *para-*) em metanol

Certificador: Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do Lote: MRC 8298.0001

Código do Serviço: 8298

22/10/2015

Data de Emissão

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA

Valnei Smarçaro da Cunha
Chefe da Divisão de Metrologia Química

Valido somente com a chancela

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 ISO GUIA 34 [2] e da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [3]. Este certificado é valido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Preparação do MRC

Este MRC consiste de uma solução de benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (*orto-*, *meta-* e *para-*) - BTEX - em metanol, preparada através do método gravimétrico. Este MRC foi envasado em ampolas de vidro âmbar contendo 1,5 mL de solução/ampola.

Metodologia Analítica

A certificação foi realizada pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas íon trap (CG/EM/IT) utilizando a técnica de diluição isotópica.

Condições cromatográficas: razão de *split* 1:50; volume de injeção de 1 µl; temperatura do injetor, do trap, da linha de transferência e da *manifold* de 220 °C, 220 °C, 230 °C e 50 °C respectivamente; detecção em modo scan; coluna cromatográfica ZB-WAX (30 m x 0,32 mm x 0,5 µm); programação do forno: 40 °C (1 min) → 48 °C (rampa de 2 °C/min) → 70 °C (rampa de 30 °C/min) → 80 °C (rampa de 4 °C/min) → 150 °C (rampa de 40 °C/min). Utilizou-se como gás carreador hélio 6.0 com um fluxo constante de 1 mL/min. Outros parâmetros: *axial modulation voltage*: 4.0V; *multiplier offset*: 0V; *emission current*: 10 µA; *electron multiplier voltage*: 1500V.

Rastreabilidade Metrológica

O valor certificado possui rastreabilidade metrológica garantida por meio de uso da gravimetria e da espectrometria de massas com diluição isotópica, métodos primários de medição, além da determinação da pureza do benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (*orto-*, *meta-* e *para-*) utilizados para o preparo das soluções de calibração. A pureza dos padrões foi determinada por cromatografia gasosa com detecção por ionização em chama, utilizando duas colunas de polaridades diferentes.

Finalidade de Uso

Este MRC tem sua utilização destinada a ensaios na determinação dos contaminantes ambientais benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (*orto-*, *meta-* e *para-*), provendo rastreabilidade às medições desses parâmetros.

Armazenagem e Manipulação

Este MRC deve ser armazenado em local protegido contra a incidência de luz e em temperatura de 4 °C.

Este MRC deve 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 0,3g.

Valor Certificado

Os valores certificados do MRC 8298.0001, com as respectivas incertezas expandidas, para um nível de confiança de aproximadamente 95 % ($k = 2$), estão descritos nas Tabelas 1 e 2.

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

Analitos	Valor Certificado	
	($\mu\text{g/g}$)	U ($\mu\text{g/g}$)
Benzeno	34,1	3,1
Tolueno	172,6	4,5
Etilbenzeno	87,2	3,2
<i>orto</i> -xileno	87,3	2,8
<i>meta</i> -xileno	86,4	2,4
<i>para</i> -xileno	86,9	4,1

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

Analitos	Valor Certificado	
	($\mu\text{g/mL}$)	U ($\mu\text{g/mL}$)
Benzeno	27,0	2,5
Tolueno	136,7	3,6
Etilbenzeno	69,0	2,5
<i>orto</i> -xileno	68,8	2,2
<i>meta</i> -xileno	68,4	1,9
<i>para</i> -xileno	69,1	3,2

* Valor Certificado em $\mu\text{g/mL}$ foi convertido através da densidade do MRC de BTEX a 20 °C ($d = 0,791773 \pm 0,000032 \text{ g/cm}^3$). Esta incerteza foi incorporada na incerteza expandida relativa à unidade de volume ($\mu\text{g/mL}$).

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 cromatografia gasosa [6]. O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado, estando seu nível de heterogeneidade incluído na incerteza do MRC.

As medições analíticas foram realizadas por L. A. N. Valente e L.J. Carvalho. A avaliação dos resultados foi realizada por E. C. P. Rego e J. M. Rodrigues.

DIMCI 1477/2010f

Número do Certificado

Prazo de Validade

O MRC 8298.0001 é válido até **31 de dezembro 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).

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1477/2010e**, emitido em 17 de dezembro de 2014.

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] Guia para a Expressão da Incerteza de Medição – GUM 2008, Primeira Edição Brasileira da Primeira edição do BIPM de 2008, Inmetro, 2012.
- [5] ABNT ISO GUIA 35:2012, Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [6] David L. Duewer, Reenie M. Parris, Edward White V, Willie E. May; An Approach to the Metrologically Sound Traceable Assessment of the Chemical Purity of Organic Reference Materials, NIST Special Publication 1012, 2004.