



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

Certificado de Material de Referência



DIMCI 1477/2010o

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de BTEX – Benzeno, Tolueno, Etilbenzeno e Xilenos (orto-, meta- e para-) em metanol

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 8298.0001

Código do serviço

8298

Data de emissão: A data de emissão deste certificado é correspondente à data da última assinatura eletrônica presente ao final do certificado.

Declaração

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 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.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (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.

Uso pretendido

Este MRC tem sua utilização destinada como solução de calibração, provendo rastreabilidade metrológica à medição, bem como no controle de qualidade, desenvolvimento e validação de método para determinação dos contaminantes ambientais benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (orto-, meta- e para-). A avaliação da comutatividade não é aplicável para este material.

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 do MRC 8298.0001, com as respectivas 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 (µg/g) e suas respectivas incertezas expandidas.

Substância	Valor (µg/g)	U (µg/g)
Benzeno	34,1	3,1
Tolueno	172,6	4,5
Etilbenzeno	87,2	3,2
orto-Xileno	87,3	2,8
meta-Xileno	86,4	2,4
para-Xileno	86,9	4,1

Tabela 2: Valores Certificados (µg/mL)* e suas respectivas incertezas expandidas.

Substância	Valor (µg/mL)	U (µg/mL)
Benzeno	27,0	2,5
Tolueno	136,7	3,6
Etilbenzeno	69,0	2,5
orto-Xileno	68,8	2,2
meta-Xileno	68,4	1,9
para-Xileno	69,1	3,2

* Valor Certificado em µg/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 (µg/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) [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.

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 benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (orto-, meta- e para-) possuem rastreabilidade metrológica à unidade de quantidade de matéria (mol) do Sistema Internacional de Unidades (SI), por determinação da pureza dos padrões utilizados no preparo gravimétrico das soluções de calibração, através do balanço de

massas, e pelo uso da espectrometria de massas com diluição isotópica, que constituem um método de medição primário. O preparo gravimétrico da solução de calibração garantiu rastreabilidade ao kg, unidade de massa do SI, por meio do uso de balanças calibradas com padrões de massa nacionais.

Método analítico

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

Condições cromatográficas: razão de split 1:50; volume de injeção de 1 mL; 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 mm); 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 vazão constante de 1 mL/min. Outros parâmetros: *axial modulation voltage*: 4.0 V; *multiplier offset*: 0 V; *emission current*: 10 mA; *electron multiplier voltage*: 1500 V.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

Este MRC é de uso único, devendo 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 0,3 g.

Transporte e armazenagem

Este MRC deve ser armazenado em local protegido contra a incidência de luz e em temperatura de (4 ± 2) °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 (www.inmetro.gov.br).

Prazo de validade

O **MRC 8298.0001** é válido até **31 de agosto de 2026**.

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 garante a integridade deste MRC desde que respeitadas as condições de utilização do mesmo descritas neste certificado.

O Inmetro mantém um programa de monitoramento de todos os MR e MRC. Qualquer alteração no valor de referência 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
Responsáveis pelas medições analíticas	Lucas Junqueira Carvalho
	Laura Alves das Neves Valente
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
	Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado DIMCI 1477/2010n, emitido em 08/11/2023.

Histórico de revisão

- 13/06/2024 : Extensão da validade do material.
- 19/10/2023 : Revisão do campo Uso Pretendido, do campo Rastreabilidade Metrológica e dos títulos das Tabelas 1 e 2.
- 10/08/2022 : Extensão da validade do material.

21/04/2021 : Revisão editorial para emissão de certificados eletrônicos.

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 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 da Incerteza de Medição – GUM 2008, Primeira Edição Brasileira da Primeira edição do BIPM de 2008, Inmetro, 2012.
- [5] ISO GUIDE 35:2017, Reference materials -- Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [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.

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
02/07/2024, ÀS 15:26, 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
03/07/2024, ÀS 14:51, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO
Chefe da Divisão de Metrologia Química

A autenticidade deste documento pode ser conferida no
site
[https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0)
[acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0,](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0)
informando o código verificador **1836978** e o código CRC
494E0BE9.

