



Serviço Público Federal
Ministério da Economia (ME)
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – Inmetro

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1100/2022

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de Dicromato de Potássio

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dimqt)

Numeração do lote

MRC 8477.0001

Código do serviço

8477

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

Declaração

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.

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 medição para cada uma das grandezas, faixas e incertezas de medição declaradas no Apêndice C (para mais detalhes ver <http://www.bipm.org>).

Descrição e preparação do MRC

O Material de Referência Certificado (MRC) consiste do sal dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$), proveniente de um produtor comercial. O lote do MRC foi preparado após etapas de peneiramento, quarteamento e homogeneização aplicadas previamente a uma quantidade do sal. Amostras representativas do lote foram colocadas em frascos de vidro contendo cada um, aproximadamente, 15 g de $K_2Cr_2O_7$.

Uso pretendido

O MRC tem sua utilização destinada ao provimento de rastreabilidade metrológica aos resultados das medições titulométricas de oxidorredução. A comutatividade deste material não foi avaliada.

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.

O valor certificado para fração mássica (%) com sua respectiva incerteza expandida, para um fator de abrangência $k = 2$ e uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 %, relatada de acordo com a Avaliação de Dados de Medição - Guia para a Expressão de Incerteza de Medição – GUM 2008 [4], está discriminado abaixo:

$K_2Cr_2O_7$, em fração mássica (%) $99,902 \pm 0,096$

O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado e a incerteza inerente à heterogeneidade da amostra está incluída na incerteza expandida do MRC [5,6].

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

O valor certificado em fração mássica (%) possui rastreabilidade metrológica por meio do Sistema Primário de Coulometria (SPC) do Inmetro – Padrão de Quantidade de Matéria.

Método analítico

O valor certificado em fração mássica (%) foi determinado pela caracterização do sal no SPC do Inmetro, utilizando-se a técnica de titulação coulométrica com elevado nível metrológico [7,8] e calculado considerando a constante de Faraday igual a $96.485,3321 \text{ C mol}^{-1}$ e a massa específica do $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ correspondente a 2.678 kg m^{-3} . A fração mássica foi calculada considerando o valor da massa molar do $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ de $294,1846 \text{ g mol}^{-1}$.

A certificação do MRC foi baseada no guia ISO Guide 35 [5].

Subcontratação

Não se aplica.

Instruções para uso

O MRC, para prover rastreabilidade metrológica às titulações de oxidorredução, deve ser armazenado em temperatura entre $20 \text{ }^\circ\text{C}$ e $25 \text{ }^\circ\text{C}$, em local protegido contra umidade e incidência de luz.

Antes de usá-lo, deve ser seco na temperatura de $110 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 h e armazenado em dessecador contendo sílica gel.

Para garantir a homogeneidade da amostra a resultados das medições titulométricas de oxidorredução, recomenda-se usar uma massa mínima de 500 mg, cujo valor foi utilizado no estudo de homogeneidade.

Após o uso do MRC, fechar o frasco e armazená-lo em local livre de possíveis contaminantes (vapores ácidos, óxidos e demais gases).

Transporte e armazenagem

O contato com possíveis contaminantes (vapores ácidos, óxidos e demais gases) deve ser evitado.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos) disponível no endereço eletrônico (http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp).

Prazo de validade

O MRC 8477.0001 é válido até 24 de agosto de 2024.

Este material poderá ser utilizado após aberto desde que seja 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 MR e MRC. Qualquer alteração no valor informativo ou no valor certificado durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe do Laboratório de Eletroquímica	Fabiano Barbieri Gonzaga
Responsáveis pelas medições analíticas	Paulo Paschoal Borges Sidney Pereira Sobral
Responsável pela avaliação dos resultados	Paulo Paschoal Borges

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado DIMCI 1570/2019c emitido em 12/05/2021.

Histórico de revisão

30/08/2022: Recertificação do parâmetro pureza (fração mássica, %).

30/08/2022: Exclusão do parâmetro absorvância.


30/08/2022: Extensão da validade do material.

10/05/2021: Revisão editorial para emissão de certificado eletrônico.


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 a competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência – Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Duque de Caxias, RJ: INMETRO/CICMA/SEPIN, 2012.
- [5] ISO Guide 35:2017 Reference materials -- Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [6] van der Veen, A. M. H., Linsinger, T., Pauwels, J., "Uncertainty calculations in the certification of reference materials – 2. Homogeneity study". *Accred Qual Assur* 6, 26, 2001.
- [7] Borges, P. P., Silva Junior, W. B., "International comparisons for coulometric determinations of dichromate used to develop certified reference material for oxidation-reduction titration", *J Braz Chem Soc* 25, 6, 1101, 2014.
- [8] Máriássy, M., Pratt, K. W., Spitzer, P., "Major applications of electrochemical techniques at national metrology institutes", *Metrologia* 46, 199, 2009.

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 30/08/2022, ÀS 15:22, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

FABIANO BARBIERI GONZAGA
Chefe do Núcleo de Laboratório de Eletroquímica

 DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 31/08/2022, ÀS 10:24, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0 informando o código verificador 1296911 e o código CRC 139C4A99.

