



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

# *Certificado de Material de Referência*

**DIMCI 0112/2022a**

**Número do Certificado**

## ***Identificação do item***

Material de Referência Certificado (MRC) de Ácido benzoico em suco de laranja

## ***Unidade produtora***

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

## ***Numeração do lote***

MRC 8741.0001

## ***Código do serviço***

8741

***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.

## ***Descrição e preparação do MRC***

Este Material de Referência Certificado(MRC) consiste de uma solução de ácido benzoico em suco de laranja, preparada através do método gravimétrico e analisada pela técnica de análise de fluxo utilizando-se detecção por espectrômetro de massas com diluição isotópica, e ácido benzoico deuterado (D5) como padrão interno. Este MRC foi produzido em lote de 5,9 L e envasado em frascos de vidro âmbar de borossilicato tipo penicilina contendo 30 mL de solução cada.

## ***Uso pretendido***

Este MRC tem sua utilização destinada a ensaios para determinação de fração mássica de ácido benzoico em sucos de laranja. 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 com sua incerteza expandida para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência  $k = 2$  [6] está discriminado a seguir:

**Fração mássica de ácido benzoico em suco de laranja:  $(684 \pm 20) \text{ mg.kg}^{-1}$**

A incerteza expandida foi calculada pela combinação das contribuições de incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade de curta e longa duração e caracterização [4].

**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 possui rastreabilidade ao mol, unidade de quantidade de matéria do Sistema Internacional de Unidades (SI) por meio da utilização de ácido benzoico puro com pureza e identidade certificadas (NIST SRM 350c) usando coulometria, procedimento primário de medição. O preparo gravimétrico da solução de calibração garantiu rastreabilidade metrológica ao kg, unidade de massa do SI, por meio do uso de balanças calibradas com padrões de massa nacionais.

**Método analítico**

O estudo de homogeneidade e os estudos de estabilidade foram realizados por cromatografia a gás acoplada a espectrometria de massas, com as condições conforme a Tabela 1. O estudo de caracterização foi baseado no preparo gravimétrico do MRC, com as melhores práticas de correção de valor, com a incerteza bem avaliada. A caracterização foi confirmada utilizando-se de um método primário de medição, a espectrometria de massas com diluição isotópica, com acoplamento de análise de fluxo [4,5], com as condições conforme a Tabela 2.

**Tabela 1- Condições utilizadas para os estudos de homogeneidade e estabilidade**

Volume de injeção	1,0 $\mu\text{L}$
Temperatura do Injetor	250 °C
Modo de injeção	Split pulsado: Pulso de pressão de 30 psi durante 0,5 minuto. Split utilizado: 1:300
Programação do Forno	150 °C por um minuto; rampa de 50°C/min. até 280 °C
Coluna utilizada	DB-1 30 m, 0,25 mm diâmetro interno 0,25 $\mu\text{m}$ de espessura de filme
Vazão de gás na coluna	1,0 $\text{mL.min}^{-1}$
Monitoramento de massas	Modo <i>Scan</i> . Monitorando o intervalo de $m/z$ 50-300
Temperatura da linha de transferência	310 °C
Temperatura da Fonte e do quadrupolo	250 °C e 150 °C, respectivamente
Íons de quantificação – analitos	Ácido benzoico: $m/z$ 179;
Íons de quantificação – padrão interno	Ácido benzoico deuterado: $m/z$ 184;
Íons de confirmação – analitos	Ácido benzoico: $m/z$ 194
Íons de confirmação – padrão interno	Ácido benzoico deuterado: $m/z$ 199.

**Tabela 2- condições utilizadas para o estudo de caracterização**

Volume de injeção	1,0 µL
Solvente de arraste	Metanol HPLC/água tipo 1 (proporção 60/40)
Fluxo de solvente de arraste	0,5 mL.mim <sup>-1</sup>
Eletronebulização (electrospray)	Modo negativo
Deteção por monitoramento de reações múltiplas (MRM)	Transição de quantificação do ácido benzoico: 121-77 m/z; transição do ácido benzoico deuterado: 126-82 m/z
Tensão do capilar	2,8 kV
Tensão do cone	27 V
Temperatura de dessolvatação	300 °C
Fluxo de gás de dessolvatação	650 L/h
Energia de colisão	10 eV

**Subcontratação**

Não aplicável.

**Instruções para uso**

Antes do uso do material, o mesmo deverá ficar em repouso por uma hora à temperatura ambiente ( $20 \pm 5$ ) °C, devendo ser homogeneizado antes de sua utilização.

A alíquota mínima que deve ser utilizada é de 1 g.

O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado, ou ainda se for utilizada uma quantidade inferior à alíquota mínima.

Após aberto, do melhor do nosso conhecimento, este MRC deve ser manipulado apenas durante o tempo necessário para a realização da medição. O contato com possíveis contaminantes deve ser evitado.

O MRC pode ter seu uso repetido, pois um material idêntico foi testado anteriormente em um estudo de viabilidade, e o valor de propriedade se mantém durante a validade do certificado, desde que respeitadas as condições do mesmo. Este MRC também está sendo analisado para uso repetido e, caso ocorra alguma alteração no valor de propriedade, os clientes serão informados.

**Transporte e armazenagem**

Este MRC deve ser armazenado, antes e depois de seu uso, em local protegido contra a incidência de luz e na faixa de temperatura compreendida entre ( $-20 \pm 5$ ) °C, de forma que ele fique congelado.

Após se retirar o lacre e o material for aberto pela primeira vez, para fechá-lo deve-se utilizar filme ou película flexível própria para uso em laboratório em volta da tampa de pressão na boca do frasco, de forma que o filme fique em volta de toda a tampa vedando a boca do frasco. Ao se proceder desta forma, o MRC poderá ser armazenado e reutilizado. Não se deve realizar furos com seringa na tampa de pressão.

Este material não é inflamável e nem tóxico. Não é aconselhável a ingestão do MRC, pois o mesmo não possui teste toxicológico para este fim.

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

**Prazo de validade**

O **MRC 8741.0001** é válido até **31 de janeiro 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
<b>Chefe Substituto da Divisão de Metrologia Química</b>	Fabiano Barbieri Gonzaga
<b>Chefe do Laboratório de Análise Orgânica</b>	Eliane Cristina Pires do Rego
<b>Responsável pelas medições analíticas</b>	Lucas Junqueira Carvalho
<b>Responsáveis pela avaliação dos resultados</b>	Lucas Junqueira Carvalho Bruno Carius Garrido Eliane Cristina Pires do Rego

### Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0112/2022** emitido em 14/03/2022.

### Histórico de revisão

25/01/2024 : Extensão do prazo de validade do material.

10/03/2022 : Recertificação e extensão do prazo de validade do material.

20/04/2021 : Alteração editorial.

02/02/2021 : Extensão do prazo de validade do material.

### Referências

[1] ABNT ISO GUIA 31:2004 Materiais de Referência – Conteúdo de certificados e rótulos.

[2] ABNT NBR ISO 17034:2017 Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.

[3] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.

[4] ISO Guide 35:2017, Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

[5] Junqueira de Carvalho L, Cristina Pires do Rego E, Carius Garrido B. Quantification of benzoic acid in beverages: the evaluation and validation of direct measurement techniques using mass spectrometry. *Anal Methods*. 2016; 8(14):2955-2960.

[6] 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.

**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 31/01/2024, ÀS 14:48, 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 01/02/2024, ÀS 08:33, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

**FABIANO BARBIERI GONZAGA**  
Chefe da Divisão de Metrologia Química, Substituto(a)

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](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1717353** e o código CRC **CD629A5F**.

