



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

# *Certificado de Material de Referência*



**DIMCI 1507/2019c**

**Número do Certificado**

## **Identificação do item**

Material de Referência Certificado (MRC) de Tereftalato de dimetila

## **Unidade produtora**

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

## **Numeração do lote**

MRC 8784.0001

## **Código do serviço**

8784

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

## **Declaração**

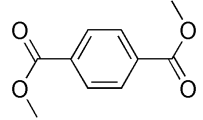
O MRC e seu certificado atendem aos requisitos das normas ABNT NBR ISO 17034 [1] e ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2] e ao guia ABNT ISO GUIA 31 [3]. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

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**

Este MRC consiste de tereftalato de dimetila (Tabela 1) em pó fino de pureza elevada. O material utilizado para certificação foi obtido de produtor comercial, triturado, padronizado em peneiras, homogeneizado e envasado em frasco de vidro âmbar, com tampa de borracha e lacre de alumínio, contendo aproximadamente 4 g.

Tabela 1: Dados do tereftalato de dimetila

Fórmula molecular	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	Fórmula estrutural
Massa molar (± incerteza combinada)	(194,1834 ± 0,0059) g/mol [4]	
Chemical abstracts service (CAS)	120-61-6	

### Uso pretendido

Este MRC destina-se ao uso como padrão interno para análises de RMNq e para outros ensaios que demandem material com valor certificado de pureza.

### 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 ( $U$ ) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência  $k=2$  está discriminado a seguir:

**Fração em massa de tereftalato de dimetila: (999,88 ± 0,60) mg/g**

O valor certificado corresponde à pureza de (99,988 ± 0,060) %, em termos de massa. Este valor foi atribuído por balanço de massas e conferido por RMNq e depressão do ponto de fusão. Para determinar a incerteza expandida foi avaliada a contribuição da incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade de curta e longa duração e caracterização [5].

### 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.

O valor informativo para a fração em massa de ácido acético neste MRC é 0,053 mg/g.

### Rastreabilidade metrológica

O valor certificado para pureza possui rastreabilidade metrológica ao mol, unidade de quantidade de substância do Sistema Internacional de Unidades (SI), por meio da caracterização por balanço de massas e confirmação por RMNq e depressão do ponto de fusão, que são procedimentos de medição primários. O preparo gravimétrico das amostras com rastreabilidade metrológica ao kg, unidade de massa do SI, garantiu uma cadeia ininterrupta de calibrações.

A identidade do material foi comprovada pelas análises seguintes:

Ponto de fusão: 140,4 °C (determinado por calorimetria exploratória diferencial, DSC)

RMN de <sup>1</sup>H em CDCl<sub>3</sub>: δ 3,94 ppm (6H, s), 8,09 ppm (4H, s)

RMN de <sup>13</sup>C em DMSO-D<sub>6</sub>: δ 52,5; 129,4; 133,5 e 165,5 ppm

Espectro de massas (EM):  $m/z$  194 (M<sup>+</sup>), 179, 164, 163, 135 e 76 (obtido na análise de CG-EM para o pico cromatográfico que apresentou tempo de retenção de acordo com padrão de tereftalato de dimetila).

### Método analítico

A homogeneidade entre frascos foi estudada a partir de 10 frascos selecionados pela abordagem aleatória estratificada, sendo cada frasco analisado em triplicata. A homogeneidade dentro do frasco foi avaliada em 6 subamostras de um único frasco. As amostras foram analisadas por cromatografia líquida de alta eficiência (Clae) com detector de arranjo de diodos (DAD) e os resultados foram avaliados pelo método de balanço de massas. Não foi observada tendência de acordo com a ordem de envase do material ou de análise cromatográfica. Para cada estudo, a incerteza foi avaliada pelo desvio-padrão calculado a partir das médias dos quadrados do teste de Anova [6].

A estabilidade do material para o transporte foi avaliada por 2 meses a 50 °C. As amostras foram analisadas por Clae-DAD. A estabilidade durante o armazenamento foi avaliada por 6 meses em temperatura entre 20 e 25 °C. As amostras foram analisadas por ressonância magnética nuclear quantitativa (RMNq) de  $^1\text{H}$ . Essa técnica também foi utilizada para avaliação da estabilidade do material após usos repetidos do frasco. A regressão linear dos dados de cada estudo mostrou que as inclinações das retas não foram significativamente diferentes de zero, o que demonstrou a estabilidade do material em todos os cenários avaliados. A incerteza foi determinada pelo produto entre o erro padrão do coeficiente angular e o tempo de estudo (para estabilidade durante o transporte) ou o tempo entre a caracterização e o final da validade do material (para armazenamento) [6].

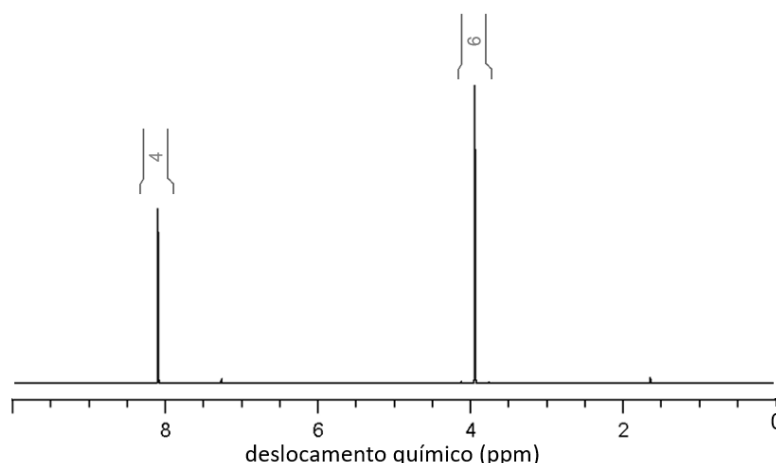
A caracterização foi realizada por meio de balanço de massas e confirmada por dois procedimentos de medição primários independentes: RMNq e depressão do ponto de fusão (análise realizada pelo Laboratório de Análises Térmicas e Materiais Particulados, Latep). Os resultados foram concordantes. No balanço de massas foram avaliados os teores de impurezas orgânicas relacionadas por Clae e cromatografia gasosa (CG), impurezas inorgânicas por espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente (ICP OES, análise realizada pelo Laboratório de Análise Inorgânica, Labin) e análise termogravimétrica (TGA, Latep), solventes orgânicos residuais por CG com injetor de *headspace* (análise realizada pelo Laboratório de Química Biológica, Lqbio), TGA (Latep) e RMNq, além do teor de água por titulação coulométrica de Karl Fischer (Lqbio). Foram encontradas três impurezas: duas substâncias relacionadas e ácido acético.

### Subcontratação

Não aplicável.

### Instruções para uso

A massa mínima do material que pode ser utilizada sem comprometer o valor certificado é 5 mg. Antes de estabelecer a massa que será pesada deste MRC, observar os limites de pesagem da balança utilizada e se a contribuição da incerteza da pesagem na carga utilizada é adequada ao uso pretendido. O frasco pode ser utilizado repetidas vezes. Após cada uso, fechar o frasco e mantê-lo nas condições de armazenamento indicadas abaixo. O tereftalato de dimetila é muito pouco solúvel em  $\text{D}_2\text{O}$ . Sua solubilidade é de pelo menos 45 mg/mL em  $\text{CDCl}_3$ , 17 mg/mL em acetona- $\text{D}_6$ , 15 mg/mL em  $\text{DMSO-D}_6$ , 10 mg/mL em acetonitrila- $\text{D}_3$  e 7 mg/mL em metanol- $\text{D}_4$ . Quantidades maiores nesses solventes ou em outros podem ser solúveis, porém não foram testadas. O uso de metanol- $\text{D}_4$  deve ser evitado pois pode ocorrer reação de transesterificação entre o tereftalato de dimetila e o solvente deuterado. A Figura 1 mostra um espectro de RMN de  $^1\text{H}$  do material. A única impureza observada no espectro foi o ácido acético em 1,9 ppm, porém seu baixo teor (0,053 mg/g) não deve comprometer o uso dessa região para análise de amostras. A constante  $T_1$  depende das condições instrumentais e da composição da solução analisada (solvente, concentração, presença de outras substâncias), portanto deve ser determinada em cada caso. Para se ter noção da magnitude de  $T_1$  para o tereftalato de dimetila, a Tabela 2 apresenta os valores obtidos em dois solventes pelo método inversão-recuperação.



**Figura 1: Espectro de RMN de  $^1\text{H}$  a 400 MHz para o tereftalato de dimetila a 17 mg/mL em  $\text{CDCl}_3$** **Tabela 2: Valores de  $T_1$  do tereftalato de dimetila em solução a aproximadamente 17 mg/mL em presença de outras substâncias**

Sinal	$\text{CDCl}_3$	acetona- $\text{D}_6$
Simpleto em 3,9 ppm	2,0 s	3,2 s
Simpleto em 8,1 ppm	3,9 s	5,9 s

**Transporte e armazenagem**

Este MRC deve ser armazenado em temperatura entre 20 e 25 °C. O material teve a estabilidade para usos repetidos avaliada e pode ser utilizado mais de uma vez.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponível no endereço eletrônico do Inmetro ([www.inmetro.gov.br](http://www.inmetro.gov.br)).

**Prazo de validade**

O **MRC 8784.0001** é válido até **31 de agosto de 2025**.

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
<b>Chefe da Divisão de Metrologia Química</b>	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
<b>Chefe do Laboratório de Análise Orgânica</b>	Eliane Cristina Pires do Rego
<b>Responsáveis pelas medições analíticas</b>	Wagner Wollinger Bruno Carius Garrido Jane Luiza Nogueira Fernandes Waldemar da Silva Souza
<b>Responsáveis pela avaliação dos resultados</b>	Wagner Wollinger Bruno Carius Garrido Eliane Cristina Pires do Rego

**Observações**

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1507/2019b** emitido em 25/02/2022.

**Histórico de revisão**

23/03/2023: O MRC 8784.0001 foi revalidado. Não houve alteração no valor certificado.

23/02/2022: OMRC 8784.0001 foi revalidado. Não houve alteração no valor certificado.

03/05/2021: Revisão editorial para emissão de certificado eletrônico, inclusão de informação sobre CMC.

**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] MEIJA, J. *et al.* Atomic weights of the elements 2013 (IUPAC Technical Report). Pure and Applied Chemistry, v. 88, n. 3, 2016.

[5] 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.

[6] ABNT ISO GUIA 35:2020, Materiais de referência - Guia para caracterização e avaliação da homogeneidade e estabilidade.

**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 23/03/2023, ÀS 12:02, 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 24/03/2023, ÀS 07:34, 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](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1457239** e o código CRC **56C7DCBE**.

