

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0208/2014
Número do Certificado

Identificação do Item

MRC: Cloreto de Potássio

Certificador: Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do Lote: MRC 8117.0001

Código do Serviço: 8117

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA

07/02/2014

Data de Emissão

Valnei Smarçaro Cunha
Chefe da Divisão de Metrologia Química

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 válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Preparação do MRC

O Material de Referência Certificado (MRC) consiste do sal cloreto de potássio (KCl), proveniente de um produtor comercial. O lote do MRC foi preparado após etapas de peneiramento, quarteamento e homogeneização aplicada previamente a uma quantidade do sal. Amostras representativas do lote foram colocadas em frascos de vidro contendo cada um, aproximadamente, 25 g de KCl.

Metodologia Analítica

O valor certificado foi determinado pela caracterização do KCl no sistema primário de coulometria (SPC) do Inmetro, utilizando-se a técnica de titulação coulométrica com elevado nível metrológico [4,5] e calculado considerando a constante de Faraday equivalente a $96.485,3383 \text{ C mol}^{-1}$ e a massa específica de 2.063 kg m^{-3} para o KCl. A fração mássica foi calculada usando-se a massa molar do KCl de $74,5513 \text{ g mol}^{-1}$. A certificação do MRC foi realizada conforme o guia ABNT ISO Guia 35 [6].

Rastreabilidade Metrológica

O valor certificado possui rastreabilidade metrológica em função da caracterização do KCl realizada no Sistema Primário de Coulometria (SPC) do Inmetro – Padrão de Quantidade de Substância.

Finalidade de Uso

O MRC tem sua utilização destinada ao provimento de rastreabilidade metrológica aos resultados das medições titulométricas de precipitação e preparação com elevada exatidão de soluções de condutividade eletrolítica para calibração e determinação analítica dos íons potássio e cloreto.

Armazenagem e Manipulação

O MRC deve ser armazenado na temperatura de $20 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$, em local protegido contra umidade e incidência de luz. Recomenda-se, após o uso, fechar o frasco e armazená-lo em local livre de possíveis contaminantes (vapores ácidos, óxidos e demais gases).

O material deve ser seco antes do uso na temperatura de 500 °C durante 5 h e armazenado em dessecador contendo sílica gel.

Para garantir a homogeneidade da amostra, recomenda-se usar uma massa mínima de 300 mg, cujo valor foi utilizado no estudo de homogeneidade (titulação gravimétrica).

Este material deve ser protegido da luz.

Valor Certificado

O valor certificado com sua respectiva incerteza expandida [7], para um fator de abrangência k ($k=2$), e uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 %, está discriminado abaixo:

KCl, em fração mássica (%) $99,983 \pm 0,080$

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

A caracterização do KCl determinada por coulometria foi realizada por W. B. Silva Junior e P. P. Borges.

A concentração do bromo (Br^-) determinada por cromatografia iônica foi realizada por R. S. Silva e L. Silva.

A avaliação dos resultados foi realizada por P. P. Borges.

Valor de Referência

Valores de referência são valores não-certificados que são estimativas de valores verdadeiros, contudo, os valores não atendem aos critérios para a certificação e são fornecidos com incertezas associadas que podem contemplar apenas a precisão das medições, e não incluir todas as fontes de incerteza [8].

O valor de referência do MRC para a concentração do ion bromo, em mg kg^{-1} , com sua respectiva incerteza expandida, obtida a partir da incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência k ($k = 2$) para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 %, baseada no guia "Avaliação de dados de medição - Guia para a Expressão da Incerteza de Medição" [7], está discriminado abaixo:

$$\text{Br}^- (\text{mg kg}^{-1}) \quad 182,47 \pm 3,03$$

Prazo de Validade

O MRC 8117.0001 é válido até 26 de dezembro de 2017. 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).

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] Borges, P. P., Sobral, S. P., Silva, L., Araújo, T. O., Silva, R. S., *Constant-Current Coulometry and Ion Chromatography Bromide Determination to Characterize the Purity of the Potassium Chloride*, J. Braz. Chem. Soc., Vol.22, 10, 1931, 2011.
- [5] Máriássy, M., Pratt, K. W., Spitzer, P., *Major applications of electrochemical techniques at national metrology institutes*, Metrologia, 46, 199, 2009.
- [6] ABNT ISO Guia 35:2012 Materiais de referência-Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [7] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Duque de Caxias, RJ: INMETRO/CICMA/SEPIN, 2012.

DIMCI 0208/2014

Número do Certificado

- [8] May, W., Parris, R., Beck C., et al., *Definition of Terms and Modes Used at NIST for Value-Assignment of Reference Materials for Chemical Measurements*, NIST Special Publication 260-136, 2000, available at <http://ts.nist.gov/MeasurementServices/ReferenceMaterials/PUBLICATIONS.cfm>.
-

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA