

# *Certificado de Material de Referência*

**DIMCI 0208/2014a**

Número do Certificado

## *Identificação do item*

**MRC:** Cloreto de Potássio

**Unidade produtora:** Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dimqt)

**Numeração do lote:** MRC 8117.0001

**Código do serviço:** 8117

VÁLIDO SOMENTE COM  
CHANCELA E ASSINATURA

18/05/2018

**Data de emissão**

***Valnei Smarçaro da Cunha***  
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 [1] e ABNT NBR ISO 17034 [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.

## ***Descrição e 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 aplicadas 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  $2.063 \text{ kg m}^{-3}$ , 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 baseada no 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.

## ***Uso pretendido***

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.

## ***Instruções para uso***

Secar o material antes de usá-lo na temperatura de  $500 \text{ °C}$  durante 5h e armazenar o material seco em dessecador contendo sílica gel.

Para garantir a homogeneidade da amostra, recomenda-se usar uma massa mínima de 300 mg, cujo valor foi utilizado na caracterização (coulometria).

Este material deve ser protegido da luz.

## ***Transporte e armazenagem***

O MRC deve ser armazenado na faixa de temperatura de  $15 \text{ °C}$  a  $25 \text{ °C}$ , 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).

**DIMCI 0208/2014a**

Número do Certificado

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](http://www.inmetro.gov.br)).

## ***Valor certificado***

O valor certificado e incerteza expandida [7] para uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 % e fator de abrangência  $k=2$  está discriminado a seguir:

**KCl, em fração mássica (%)      99,983 ± 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 Borges, P. P. e Silva Junior, W. B.

A concentração do bromo ( $\text{Br}^-$ ) determinada por cromatografia iônica foi realizada por Silva, R. S. e Silva, L.

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

## ***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 íon bromo, em  $\text{mg kg}^{-1}$ , 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:

**$\text{Br}^-$  (mg kg<sup>-1</sup>)      182,47 ± 3,03**

## ***Prazo de validade***

O MRC 8117.0001 é válido até **18 de maio de 2021**. 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***

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0208/2014** emitido em 07/02/2014.

## **Referências**

- [1] ABNT ISO GUIA 31:2004, Materiais de Referência – Conteúdo de certificados e rótulos.
- [2] ABNT ISO GUIA 17034:2017, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC17025:2005 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.
- [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