

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0742/2012e
Número do Certificado

Identificação do item

MRC: Cachaça – Contaminantes Orgânicos (metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol)

Unidade produtora: Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dquim)

Numeração do lote: MRC 02.1/10.003b

Código do serviço: 8653

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA

15/09/2016
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 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.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste de uma matriz comercial de cachaça fortificada com os contaminantes orgânicos metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol. A fortificação foi realizada adicionando-se a massa alvo do analito e deixando a matriz sob agitação magnética por 24 h. O MRC foi envasado em frasco de vidro contendo aproximadamente o volume de 6 mL de solução.

Metodologia analítica

O estudo de caracterização foi realizado por cromatografia a gás com detecção por ionização em chama (CG-DIC) e por cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas (CG-EM) [4], conforme requisito descrito no ABNT ISO Guia 35 [5].

Os estudos de homogeneidade e estabilidade foram realizados por CG-EM.

As condições cromatográficas estão descritas abaixo:

CG-DIC: volume de injeção 0,2 uL; modo de injeção split 1:10; temperatura do injetor 230 °C; coluna cromatográfica HP-FFAP (50 m x 0,53 mm x 1 µm); programação do forno: 39 °C por 3 min, de 65 °C a 120 °C a uma taxa de 4 °C/min, até 180 °C a uma taxa de 10 °C/min por 5 min; vazão do gás de arraste hélio 5,65 mL/min; temperatura do detector 220 °C.

CG-EM: volume de injeção 0,2 uL; modo de injeção split 1:10; temperatura do injetor 230 °C; coluna cromatográfica HP-FFAP (50 m x 0,25 mm x 0,33 µm); programação do forno: 39 °C por 3 min, de 65 °C a 120 °C a uma taxa de 4 °C/min, até 180 °C a uma taxa de 10 °C/min por 5 min; vazão do gás de arraste hélio 1,2 mL/min; temperatura da linha de transferência 280 °C, fonte de íons 230 °C e quádruplo 150 °C; modo de aquisição: monitoramento de íon selecionado (MIS); íons empregados na quantificação m/z 31 para o metanol e propanol; m/z 45 para o 2-butanol; m/z 43 para o isobutanol; m/z 56 para o butanol.

Rastreabilidade metrológica

Os valores certificados para metanol, butanol, 2-butanol, propanol e isobutanol possuem rastreabilidade metrológica por meio da determinação da pureza dos padrões utilizados para o preparo das soluções de calibração e do preparo gravimétrico das soluções de calibração e das amostras.

Uso pretendido

O MRC tem sua utilização destinada a ensaios para a determinação de contaminantes orgânicos em cachaça e para o desenvolvimento, validação e controle de qualidade de métodos analíticos para a determinação destes analitos em amostras de cachaça. O seu uso é destinado apenas a laboratórios.

Instruções para uso

Recomenda-se um período de repouso deste material de 1 hora na condição do laboratório antes de sua utilização. O MRC deve ser manipulado o mais rápido possível enquanto estiver destampado. A fim de garantir a tomada de uma amostra homogênea, a quantidade mínima a ser utilizada é 1 g.

Transporte e armazenagem

O MRC deve ser armazenado em local protegido contra a incidência de luz e em temperatura entre 2 e 10 °C.

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).

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.

Os valores certificados com suas incertezas expandidas (U) para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência $k=2$ [6] estão discriminados nas Tabelas 1 e 2:

Tabela 1: Valores certificados para os contaminantes orgânicos em mg/100 g de cachaça

| Substância | Valor (mg/100g) | U (mg/100 g) |
|------------|--------------------|-------------------|
| Metanol | 9,18 | 0,82 |
| 2-butanol | 4,15 | 0,40 |
| Butanol | 1,30 | 0,18 |
| Isobutanol | 24,0 | 1,0 |
| Propanol | 29,4 | 1,3 |

Tabela 2: Valores certificados para os contaminantes orgânicos em mg/100 mL de cachaça

| Substância | Valor (mg/100 mL) | U (mg/100 mL) |
|------------|----------------------|--------------------|
| Metanol | 8,67 | 0,78 |
| 2-butanol | 3,92 | 0,38 |
| Butanol | 1,23 | 0,17 |
| Isobutanol | 22,7 | 0,9 |
| Propanol | 27,8 | 1,2 |

A incerteza expandida foi calculada pela combinação das contribuições de incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade de curta e longa duração e caracterização [5].

As medições analíticas foram realizadas por J. S. de Mattos, T. M. Monteiro e L. J. de Carvalho.
A avaliação dos resultados foi realizada por E. C. P. Rego, J. M. Rodrigues e W. F. C. Rocha.

Prazo de validade

O MRC 02.1/10.003b é válido até **31 de julho 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 garante a integridade deste MRC até o seu primeiro uso.

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.

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0742/2012d** emitido em 03/08/2016.

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] Monteiro, T.M., Rodrigues, J.M., Rego, E.C.P., Carvalho Rocha, W.F., Mattos, J.S., Nunes, F.F., Cunha, V.S., de La Cruz, M.H.C., Souza, V. *Development of a certified reference material for cachaça: an effective material for quality assurance. Accred Qual Assur* 18:197–206, 2013. DOI 10.1007/s00769-013-0985-8.
- [5] ABNT ISO Guia 35:2012, Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [6] GUM 2008, Avaliação de dados de medição - Guia para a Expressão da Incerteza de Medição, Tradução do GUM 2008, JCGM 2008.