



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

Certificado de Material de Referência



DIMCI 0734/2020c

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de Hidrogenoftalato de potássio

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 8943.0001

Código do serviço

8943

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 hidrogenoftalato de potássio (biftalato de potássio) (Tabela 1) em cristais de pureza elevada. O MRC foi envasado em frasco de vidro âmbar, com tampa de borracha e lacre de alumínio, contendo aproximadamente 4 g.

Tabela 1: Dados do hidrogenoftalato de potássio

Fórmula molecular	C ₈ H ₅ O ₄ K	Fórmula estrutural
Massa molar (\pm incerteza combinada)	(204,2206 \pm 0,0047) g/mol [4]	
Chemical abstracts service (CAS)	877-24-7	

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 hidrogenoftalato de potássio: (1000 ± 3) mg/g

O valor certificado corresponde à pureza de (100,0 ± 0,3) %, em termos de massa. Este valor foi atribuído por balanço de massas e conferido por RMNq e titulação coulométrica. 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.

Os valores informativos para as frações em massa de impurezas neste MRC são: cromo 0,0010 mg/g, zinco 0,0069 mg/g e sódio 0,0151 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 titulação coulométrica, 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:

RMN de ^1H em D_2O : δ 7,5 – 7,6 ppm (2H, m); 7,7 – 7,8 ppm (2H, m)

RMN de ^{13}C em D_2O : δ 128,8; 130,9; 134,0 e 174,4 ppm

Clae-DAD: tempo de retenção de acordo com padrão de hidrogenoftalato de potássio

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), comparando-se as áreas cromatográficas do hidrogenoftalato de potássio. 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, comparando-se as razões entre as áreas cromatográficas do hidrogenoftalato de potássio e de um padrão interno. 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 ^1H . 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]. Embora o estudo de estabilidade durante o transporte tenha demonstrado que o material é estável por até 2 meses, o tempo em que o material pode ser exposto a temperaturas de até 50 °C foi limitado em 1 mês para reduzir a incerteza da fração em massa de hidrogenoftalato de potássio.

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

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. A solubilidade do hidrogenoftalato de potássio é de pelo menos 51 mg/mL em D_2O . Quantidades maiores nesse solvente ou em outros podem ser solúveis, porém não foram testadas. Os cristais maiores do material podem demorar mais para dissolver – observar se todo o material foi dissolvido antes da análise. A Figura 1 mostra um espectro de RMN de ^1H do material. 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 hidrogenoftalato de potássio, a Tabela 2 apresenta um valor de T_1 obtido para o composto pelo método inversão-recuperação.

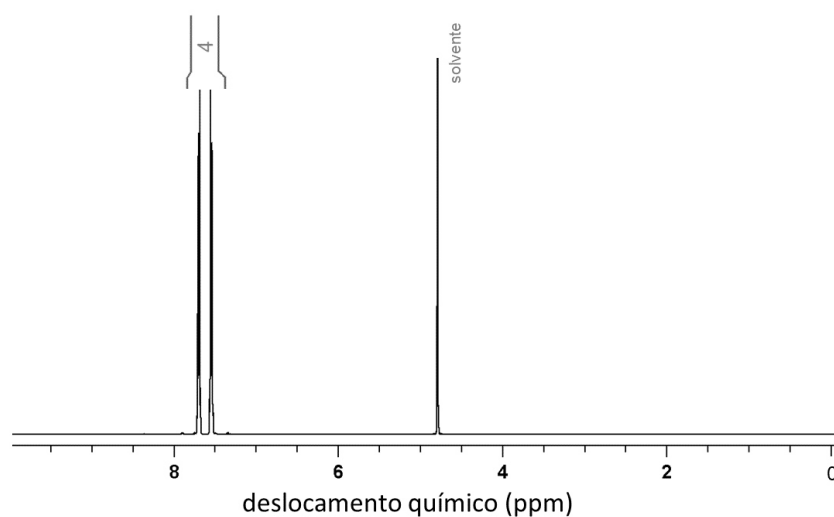


Figura 1: Espectro de RMN de ^1H a 400 MHz para hidrogenoftalato de potássio a 48 mg/mL em D_2O

Tabela 2: Valores de T_1 do hidrogenoftalato de potássio em $\text{D}_2\text{O}:\text{DMSO-D}_6$ (500:150 V/V) em presença de outras substâncias

Sinal	Concentração (mg/mL)	T_1
Multipletos em 7,4 – 7,8 ppm (integração de ambos)	25	2,1 s
	16	2,9 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 (http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp).

Prazo de validade

O **MRC 8943.0001** é válido até **31 de outubro de 2027**.

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
Chefe Substituto da Divisão de Metrologia Química	Fabiano Barbieri Gonzaga
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsáveis pelas medições analíticas	Wagner Wollinger Bruno Carius Garrido Jane Luiza Nogueira Fernandes
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Wagner Wollinger Bruno Carius Garrido Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0734/2020b** emitido em 21/06/2022.

Histórico de revisão

14/12/2023: revalidação com aumento do prazo de validade.

20/06/2022: revalidação com aumento do prazo de validade.

10/05/2021: revisão editorial para emissão de certificado eletrônico.

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 22/12/2023, ÀS 11:25, 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 22/12/2023, ÀS 18:43, 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, informando o código verificador **1691178** e o código CRC **356C18A7**.

