

Relatório de Material de Referência

DIMCI 1537/2018e

Número do Relatório

Identificação do item

Material de Referência (MR) de Suspensão de Nanopartículas de Ouro - Tamanho nominal 15 nm

Unidade produtora

Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat)

Numeração do lote

MR 8737.0001

Código do serviço

8737

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

Declaração

O MR e seu relatório 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 relatório 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 MR

Este MR (Material de Referência) consiste em uma suspensão de nanopartículas de ouro em água Tipo I preparada por redução química de um sal precursor de ouro. O MR foi envasado em frasco de vidro borossilicato contendo aproximadamente o volume de 5 mL de suspensão.

Uso pretendido

Este MR tem sua utilização destinada ao controle da qualidade, ao desenvolvimento e à validação de

métodos para determinação de tamanho pelas técnicas de Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).

Valor informativo

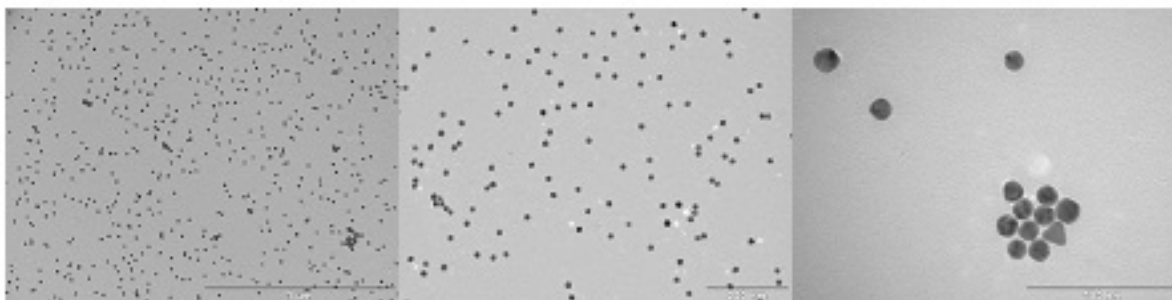
Valor informativo é um valor não certificado que não atende aos requisitos da ABNT NBR ISO 17034 para a certificação e pode ou não ser fornecido com incerteza associada. Esta incerteza pode refletir apenas a precisão das medições e não incluir todas as fontes de incerteza ou refletir uma falta de concordância estatística suficiente entre diferentes métodos.

Os valores de referência do MR com suas incertezas expandidas [4] para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência ($k = 2$) estão discriminados na Tabela 1. Imagens representativas das nanopartículas de ouro presentes na suspensão são fornecidas na Figura 1.

Tabela 1: Valores informativos de tamanho e suas respectivas incertezas expandidas

Propriedade	Valor informativo	
	[nm]	U [nm]
Tamanho por DLS (diâmetro hidrodinâmico)	18,2	0,9
Tamanho por MET	14,5	1,7

Figura 1: Micrografias obtidas por MET com diferentes magnificações das nanopartículas de ouro



Medições adicionais de algumas propriedades químicas e eletroquímicas foram realizadas para caracterizar ainda mais o material. Esses dados adicionais são considerados de interesse para o usuário do MR, mas foram realizados com um número limitado de análises. Os valores informativos e incertezas de medição associadas para propriedades químicas e eletroquímicas não relacionadas ao tamanho das partículas são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2: Valores informativos de propriedades químicas e eletroquímicas e suas respectivas incertezas expandidas

Propriedade	Valor Informativo	U
Fração mássica de ouro [mg/kg]	55,8	2,9
pH	5,96	0,02
Condutividade [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	367,1	2,9

A esterilidade do material foi analisada pelos seguintes métodos:

-Teste de Esterilidade: Método de Inoculação Direta em Meio de Cultura de acordo com a Farmacopéia Brasileira, 5ª edição. Os resultados do teste mostraram ausência de micro-organismos em todas as amostras.

-Testes de Detecção de Micoplasmas: Teste bioquímico por bioluminescência usando o MycoAlert Plus kit (Lonza). Os testes foram negativos para todas as amostras.

Método analítico

Os valores de referência de tamanho para o MR de suspensão de nanopartículas de ouro foram determinados por métodos distintos em virtude de sua natureza ser dependente do método de medição. Em uma primeira abordagem, o tamanho das nanopartículas foi determinado com a técnica Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS) após filtragem da suspensão diretamente na cubeta de medição. Em uma segunda abordagem, o tamanho das nanopartículas foi determinado com a técnica Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) após deposição das nanopartículas em um suporte de cobre coberto com filme de carbono.

Subcontratação

Não aplicável

Instruções para uso

Antes da abertura, o frasco contendo o MR deve ser agitado para garantir a homogeneidade e ressuspensão de quaisquer partículas sedimentadas. Após aberto, do melhor do nosso conhecimento, este MR deve ser manipulado apenas durante o tempo necessário para a realização da coleta da amostra para medição e, após o uso, fechado e armazenado em temperatura ambiente, ao abrigo da luz. Recomenda-se que o conteúdo do frasco seja utilizado no mesmo dia da abertura. Filme de vedação de laboratório limpo pode ser usado para selar a tampa do frasco previamente aberto para armazenamento de curto prazo, neste caso algumas precauções devem ser seguidas: abrir o frasco em local com atmosfera inerte (uma *glovebox* ou *glovebag*, por exemplo), este procedimento deve prolongar a vida útil do material por até sete (7) dias. A viabilidade após o armazenamento a longo prazo não pode ser garantida, mas pode ser possível se estas precauções adicionais forem seguidas. O relatório não terá valor caso o MR seja danificado, contaminado ou alterado.

Transporte e armazenagem

O MR deve ser armazenado na faixa de temperatura de 19 °C a 25 °C no seu recipiente original e protegido da luz direta ou radiação ultravioleta.

Temperatura de transporte: não submeter a temperaturas inferiores à 4 °C.

Atenção: O frasco não deve ser congelado, pois isso comprometerá permanentemente a integridade do material e invalidará os valores de referência. Uma mudança de cor de vermelho para roxo ou transparente indica que o MR foi comprometido. Ocasionalmente, partículas pretas visíveis podem ser observadas em um frasco contendo a solução translúcida vermelho-rosa (isto é, normal); isso não indica que a amostra tenha sido comprometida; as partículas sedimentam rapidamente e podem ser facilmente separadas do material de teste.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na FIS PQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos), disponíveis no endereço eletrônico (http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp).

Prazo de validade

O MR 8737.0001 é válido até **27 de outubro de 2024**.

Este MR deve ser manuseado e armazenado de acordo com as instruções contidas neste relatório. O relatório não terá valor caso o MR seja danificado, contaminado ou alterado.

O Inmetro garante a integridade deste MR até o seu primeiro uso.

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 da Divisão de Metrologia de Materiais	Oleksii Kuznetsov
Chefe do Laboratório de Análises Térmicas e Espectroscopias	Sandra M. Landi
Responsáveis pelas medições analíticas	Eveline de Robertis; Sandra Marcela Landi; Vania Silva de Oliveira.
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Carlos Eduardo C. Galhardo; Gisele N. Fontes; Rodrigo S. Neves.

Observações

Este relatório cancela e substitui o relatório **DIMCI 1537/2018d** emitido em 08/11/2022.

Histórico de revisão

27/10/2023: revisão editorial para revalidação.

04/11/2022: revisão editorial para revalidação.

28/10/2021: revisão editorial para emissão de certificado eletrônico.

18/11/2020: revisão editorial para revalidação.

13/09/2019: revisão editorial para revalidação.

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] 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.



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO
ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM
27/10/2023, ÀS 12:38, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

SANDRA MARCELA LANDI

Chefe do Laboratório de Propriedades Termofísicas e Espectroscopia



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO
ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM
31/10/2023, ÀS 12:11, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

OLEKSII KUZNETSOV

Chefe da Divisão de Metrologia de Materiais

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 **1648098** e o código CRC **906C1BFD**.



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

MOD-Dimci-034 - Rev. 06 – Publicado Fev/23 - Responsabilidade: Dimci – Referência(s): NIG-Dimci-003