



Serviço Público Federal
Ministério da Economia (ME)
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – Inmetro

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1465/2019a
Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de Cloridrato de ecgonina

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dimqt)

Numeração do lote

MRC 5074.0001

Código do serviço

5074

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

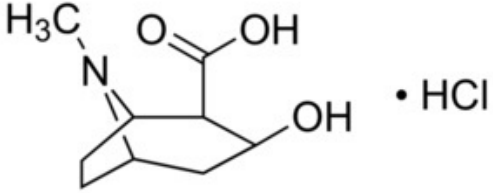
Declaração

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.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste em um pó cristalino branco (Tabela 1), envasado em frasco de vidro âmbar de borossilicato contendo 10 mg do material sólido e fechado com tampa de borracha e lacre de alumínio.

Tabela 1 – Dados do MRC

Nome do composto:	Cloridrato de ecgonina	Fórmula estrutural
Sinônimos:	Cloridrato do ácido 3-hidróxi-8-metil-8-azabicyclo[3.2.1]octano-2-carboxílico	
Fórmula molecular:	C ₉ H ₁₅ NO ₃ .HCl	
Massa molecular:	221,7 g/mol (HCl); 185,2 (base livre)	
Número CAS:	5796-31-6 (HCl)	

Este MRC foi sintetizado no Laboratório de Química Biológica (Lqbio) do Inmetro.

Uso pretendido

Este MRC é para uso laboratorial em processos de calibração; validação de métodos; monitoramento do desempenho de instrumentos, métodos e pessoal; controle de qualidade e provimento de rastreabilidade metrológica em medições de cloridrato de ecgonina (ou ecgonina base livre) em diversos tipos de amostras. Este MRC deve ser utilizado unicamente para testes e ensaios. A comutatividade deste material não foi avaliada.

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 para a pureza do cloridrato de ecgonina (fração mássica) com sua incerteza expandida para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência $k=2$ [5] está discriminado a seguir:

Pureza: (99,16 ± 0,70) %

A incerteza expandida foi calculada pela combinação das contribuições de incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade e caracterização [4].

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.

Não aplicável.

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado para pureza é rastreável à unidade de massa (kg) do Sistema Internacional de Unidades (SI) através de padrões nacionais brasileiros via calibração de balança. A pureza foi derivada pela subtração da massa das impurezas da massa do MRC. O conteúdo de impurezas orgânicas relacionadas e de solventes residuais é rastreável à massa pela separação cromatográfica e determinação de fatores de respostas dos componentes individuais ou calibração com um calibrante rastreável à massa. O conteúdo de água e de impurezas inorgânicas é diretamente rastreável à massa pelo uso de titulação coulométrica Karl Fischer e análise de cinzas por gravimetria, respectivamente. A ressonância magnética nuclear de prótons quantitativa fornece uma medida direta e independente da fração mássica do analito de interesse, calibrada com um padrão interno certificado para pureza (fração mássica).

Método analítico

Este MRC foi submetido a estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade conforme os princípios detalhados na ABNT NBR ISO 17034 [1] e ISO GUIDE 35 [4], sendo as incertezas de medição estimadas conforme ISO GUIDE 35 [4], o Guia para a Expressão da Incerteza de Medição [5] e o Guia Eurachem/Citac CG 4 [6].

A caracterização qualitativa (identidade) do cloridrato de ecgonina foi determinada pela combinação dos seguintes métodos: cromatografia gasosa com espectrometria de massas (GC-MS) - incluindo estudo de coeluição com um MRC de cloridrato de ecgonina adquirido pelo Instituto Nacional de Metrologia da Austrália (D746b); espectrometria de

infravermelho com transformada de Fourier (FTIR); ressonância magnética nuclear de prótons (^1H -RMN); ressonância magnética nuclear de carbono-13 (^{13}C -RMN) e análise elementar de carbono, hidrogênio e nitrogênio (CHN).

A caracterização quantitativa (pureza – fração mássica) do cloridrato de ecgonina foi determinada pela combinação de dois métodos independentes: balanço de massas e ressonância magnética nuclear de prótons quantitativa (^1H -RMNq).

O balanço de massas foi determinado de acordo com a equação 1:

$$\text{Cloridrato de ecgonina (fração mássica \%)} = 100\% - \sum \text{impurezas orgânicas relacionadas\%} - \sum \text{água\%} - \sum \text{solventes residuais\%} \\ - \sum \text{impurezas inorgânicas\%}$$

Equação 1

O teor de impurezas orgânicas relacionadas foi determinado por cromatografia gasosa com detector de ionização de chamas (GC-FID) utilizando-se dois equipamentos diferentes. O teor de água foi determinado por titulação coulométrica Karl Fischer (KF). O teor de solventes residuais foi determinado por cromatografia gasosa com espectrometria de massas com injetor de *headspace* (HS-GC-MS). O teor de impurezas inorgânicas foi determinado pelo método de cinzas (CINZAS).

O estudo de homogeneidade foi conduzido por cromatografia gasosa com detector de ionização de chamas (GC-FID) e confirmado por balanço de massas, avaliando-se as impurezas presentes no MRC, descritas na equação 1, usando os métodos descritos.

O estudo de estabilidade foi conduzido por balanço de massas, avaliando-se as impurezas orgânicas relacionadas e água, descritas na equação 1, bem como os solventes residuais, quando presentes, novamente usando os métodos descritos.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

Este material não requer secagem antes de seu uso. O MRC somente deve ser aberto após atingir a temperatura de manuseio descrita neste certificado. A fim de garantir a homogeneidade da amostra, uma quantidade mínima de 2 mg deve ser retirada. O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado, alterado, ou ainda se for utilizada uma quantidade inferior à alíquota mínima.

O MRC deve ser rapidamente manuseado na faixa de temperatura de 18-25 °C e umidade relativa não superior a 70%. Uma vez aberto, o frasco pode ser utilizado repetidas vezes. Após cada uso, fechar o frasco firmemente e mantê-lo nas condições de armazenamento especificadas neste certificado.

O valor de propriedade certificado, com sua incerteza associada, permanece válido quando o MRC é transportado, armazenado e manuseado nas condições estabelecidas neste certificado.

Este material é certificado como cloridrato de ecgonina. No entanto, ele também pode ser usado como calibrante para a quantificação de ecgonina base livre em diversas amostras. Neste caso, o usuário, além de considerar na sua Equação a pureza deste material, deve multiplicar esta pureza pela razão entre as massas moleculares da ecgonina base livre e do cloridrato de ecgonina.

Transporte e armazenagem

Este material deve ser armazenado em uma temperatura de 25 °C ou inferior, umidade relativa não superior a 70% e protegido da luz.

O MRC deve ser transportado numa temperatura máxima de 25 °C.

Atenção! Estudos de estabilidade mostraram que este material sofre degradação se exposto a temperaturas superiores a 25 °C, ainda que por períodos muito curtos.

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

Atenção! Este MRC contém substância sujeita a controle especial no Brasil e a regulamentação sanitária vigente deve ser atendida em relação ao seu transporte.

Prazo de validade

O **MRC 5074.0001** é válido até **27 de setembro de 2024**.

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 durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe Substituto do Laboratório de Análise Orgânica	Wagner Wollinger
Responsáveis pelas medições analíticas	Antony Barbosa, Camilla Ramalho, Jonatha Lima e Rodrigo Borges
Responsável pela avaliação dos resultados	Rodrigo Borges

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1465/2019a** emitido em 18/11/2019.

Histórico de revisão

28/04/2021: 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 competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [3] ABNT ISO GUIA 31:2017 Materiais de Referência – Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [4] ISO GUIDE 35:2017 Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [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 expression of uncertainty in measurement – GUM 2008*, do BIPM. Duque de Caxias – RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.
- [6] EURACHEM/CITAC GUIDE CG 4. Quantifying uncertainty in analytical measurement. 3.ed. London, 2012. 133 p

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 05/05/2021, ÀS 17:10, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

WAGNER WOLLINGER

Chefe do Laboratório de Análise Orgânica, Substituto(a)



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 07/05/2021, ÀS 09:13, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAÍNA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO

Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica

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 **0904236** e o código CRC **B762D482**.

