



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

# *Certificado de Material de Referência*

**DIMCI 1464/2019a**

**Número do Certificado**

***Identificação do item***

Material de Referência Certificado (MRC) de Benzoilecgonina

***Unidade produtora***

Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dimqt)

***Numeração do lote***

MRC 5072.0001

***Código do serviço***

5072

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

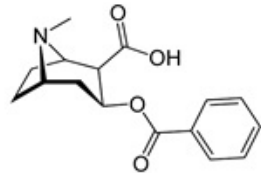
***Declaração***

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 20 mg do material sólido e fechado com tampa de borracha e lacre de alumínio.

Tabela 1 – Dados do MRC

Nome do composto:	Benzoilecgonina	Fórmula estrutural
Sinônimos:	Benzoato de ecgonina Ácido 3-benzoilóxi-8-metil-8-azabicyclo[3.2.1]octano-4-carboxílico	
Fórmula molecular:	C <sub>16</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>4</sub>	
Massa molecular:	289,3 g/mol	
Número CAS:	519-09-5	

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 benzoilecgonina 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 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 da benzoilecgonina (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: (79,62 ± 0,73) %**

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) da benzoilecgonina foi determinada pela combinação dos seguintes métodos: cromatografia gasosa com espectrometria de massas (GC-MS) - incluindo estudo de coeluição com um MRC de

benzoilecgonina adquirido pelo Instituto Nacional de Metrologia da Austrália (D745b); espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR); ressonância magnética nuclear de prótons ( $^1\text{H}$ -RMN); ressonância magnética nuclear de carbono-13 ( $^{13}\text{C}$ -RMN) e análise elementar de carbono, hidrogênio e nitrogênio (CHN).

A caracterização quantitativa (pureza – fração mássica) da benzoilecgonina foi determinada pela combinação de dois métodos independentes: balanço de massas e ressonância magnética nuclear de prótons quantitativa ( $^1\text{H}$ -RMNq).

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

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

#### Equação 1

O teor de impurezas orgânicas relacionadas foi determinado por cromatografia líquida com detector de arranjo de diodos (LC-DAD). 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 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.

#### 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 em temperatura não superior a 40 °C. Se o transporte ocorrer em temperatura entre 25,1-40 °C, ele deverá ser realizado em até 4 semanas. Se o transporte ocorrer em temperatura igual ou inferior a 25 °C, não há restrições de tempo para sua realização.

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](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 5072.0001 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
<b>Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica</b>	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
<b>Chefe Substituto do Laboratório de Análise Orgânica</b>	Wagner Wollinger
<b>Responsáveis pelas medições analíticas</b>	Antony Barbosa Camilla Ramalho Jonatha Lima Rodrigo Borges
<b>Responsável pela avaliação dos resultados</b>	Rodrigo Borges

### Observações

Dentre as impurezas presentes neste MRC, foram identificadas inequivocamente traços de ácido benzoico.

Este material encontra-se na sua forma tetraidratada, o que foi confirmado por CHN e KF. No entanto, a atribuição do valor certificado ocorreu descontando-se o percentual de água, ou seja, somente para a benzoilecgonina.

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1464/2019** emitido em 18/11/2019.

### Histórico de revisão

30/04/2021: 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 07/05/2021, ÀS 00:04, 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 09:39, 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](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0904228** e o código CRC **34CF8EC7**.

