



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

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1564/2016d

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de Cocaína

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 8725.0001

Código do serviço

8725

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

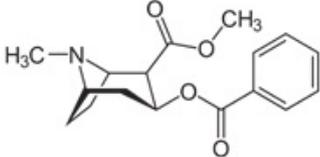
Declaração

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:	Cocaína	Fórmula estrutural
Sinônimos:	Benzoilmetilecgonina Benzoato de metilecgonina Benzoato do éster metílico de ecgonina Éster metílico do ácido [1R-(<i>exo,exo</i>)]-3-(benzoiloxi)-8-metil-8-azabicyclo[3.2.1]octano-2-carboxílico	
Fórmula molecular:	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄	
Massa molecular:	303,4 g/mol	
Número CAS:	50-36-2	

Este MRC foi purificado e tratado com base a fim de liberar a sua base livre no Inmetro a partir de uma amostra de cloridrato de cocaína apreendida pelo Departamento de Polícia Federal brasileiro.

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 cocaína 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 da cocaína (fração em massa) com sua incerteza expandida para um nível de confiança de aproximadamente 95 % e fator de abrangência $k=2$ [5] está discriminado a seguir:

Pureza: (98,56 ± 0,46) %

O valor certificado corresponde à fração em massa de (985,6 ± 4,6) mg/g. 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 possui rastreabilidade metrológica ao mol, unidade de quantidade de matéria do Sistema Internacional de Unidades (SI). A rastreabilidade foi estabelecida pela caracterização por balanço de massas e RMNq. O balanço de massas é um procedimento de medição primário e a A RMNq é um procedimento de medição primário de razões. Foi utilizado na RMNq o padrão interno rastreável ao SI de ácido maleico MRC TraceCERT BCBM8127V. O preparo gravimétrico das amostras com rastreabilidade metrológica ao kg, unidade de massa do SI, garantiu uma cadeia ininterrupta de calibrações.

Método analítico

Este MRC foi submetido a estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade conforme os princípios detalhados nos guias ABNT NBR ISO 17034 [1] e ISO GUIDE 35 [4], sendo as incertezas de medição estimadas conforme guia ABNT 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 cocaína foi determinada pela combinação dos seguintes métodos: cromatografia gasosa com espectrometria de massas (CG-EM) - incluindo estudo de coeluição com um MRC de cocaína base livre fornecido pelo Instituto Nacional de Metrologia da Austrália (D826b); espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier (IV); ressonância magnética nuclear de hidrogênio (RMN de ^1H); ressonância magnética nuclear de carbono (RMN de ^{13}C) e análise elementar de carbono, hidrogênio e nitrogênio (CHN).

CG-EM Equipamento: Cromatógrafo gasoso Agilent 7890A com espectrômetro de massas Agilent 5975C
 Coluna: DB-5 MS 30 m x 0,25 mm x 0,25 μm
 Programa: 60-250 $^{\circ}\text{C}$ a 7 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$; 250-300 $^{\circ}\text{C}$ a 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (*hold* 3 min)
 Gás de arraste: hélio Fluxo: 1 mL/min (constante)
 Temp.do injetor: 280 $^{\circ}\text{C}$ Método de injeção: *split* 20:1
 Volume de injeção: 1 μL
 Modo de aquisição: *scan* Programa do *scan*: 50-600 m/z
Solvent delay: 4 min Temp. da fonte: 230 $^{\circ}\text{C}$
 Temp. *transferl.* MS: 250 $^{\circ}\text{C}$ Temp. do quadrupolo: 150 $^{\circ}\text{C}$

IV Equipamento: Spectrum Gx
 Método: Transmitância em pastilha de KBr
 Região de varredura: 4000 cm^{-1} a 600 cm^{-1} Passo: 1 cm^{-1}
 Resolução: 4 cm^{-1} Nº de varreduras: 16

RMN de ^1H Equipamento: Espectrômetro de RMN 500 MHz modelo Avance III HD Bruker
 Programa de pulso: zg30
 Pulso de 90 $^{\circ}$: 8 μs Frequência ^1H : 500,13 MHz
 Janela espectral: 15 ppm Freq. excitação ^1H : 6,5 ppm
 Tempo de aquisição: 4,37 s *Time domain size*: 65536
 Nº de *scans*: 32 *Pre-scan delay*: 10 μs
 Nº de *dummy scans*: 0 Tempo de espera D1: 1 s
Dwell time: 66,667 μs Temperatura: 297,8 K
 Solvente: CDCl_3 Ganho: automático

RMN de ^{13}C Equipamento: Espectrômetro de RMN 500 MHz modelo Avance III HD Bruker
 Programa de pulso: zgpg30
 Pulso de 90 $^{\circ}$: 15 μs Frequência ^{13}C : 125,77 MHz
 Janela espectral: 236,637 ppm Freq. excitação ^{13}C : 100 ppm
 Tempo de aquisição: 1,10 s *Time domain size*: 65536
 Nº de *scans*: 512 *Pre-scan delay*: 10 μs
 Nº de *dummy scans*: 0 Tempo de espera D1: 0,5 s
Dwell time: 16,8 μs Temperatura: 297,8 K
 Desacoplamento ^1H : WALTZ16 Frequência ^1H : 500,13 MHz
 Pulso desacopl. ^1H : 80 μs Freq. excitação ^1H : 4 ppm
 Solvente: CDCl_3 Ganho: automático

CHN Equipamento: Perkin Elmer CHN – 2400
 Temp. de combustão: 975 $^{\circ}\text{C}$ Temp. de redução: 501 $^{\circ}\text{C}$
 Temp. forno detector: 82,2 $^{\circ}\text{C}$ Pressão: 116,2 mmHg
 Gás de arraste: hélio

A caracterização quantitativa (pureza ou fração mássica) da cocaína foi determinada pela combinação de dois métodos independentes: balanço de massa e ressonância magnética nuclear quantitativa de hidrogênio (RMNq de ^1H).

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

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

Equação 1

O teor de impurezas orgânicas relacionadas foi determinado por cromatografia gasosa com detector de ionização de chamas (CG-DIC) 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 e amostragem *headspace* (*headspace*-CG-EM). O teor de impurezas inorgânicas foi determinado pelo método de cinzas (CINZAS).

CG-DIC 1 Equipamento: Cromatógrafo gasoso Agilent 7890A
 Coluna: DB-1 MS 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm
 Programa: 120 °C (*hold* 2 min); 120-245 °C a 4 °C/min; 245-300 °C a 20 °C/min (*hold* 2 min)
 Gás de arraste: hélio Fluxo: 1 mL/min (constante)
 Temp. do injetor: 250 °C Método de injeção: *split* 20:1
 Vol. de injeção: 1 µL Temp. do detector: 320 °C

CG-DIC 2 Equipamento: Cromatógrafo gasoso Agilent 7890A
 Coluna: DB-5 MS 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm
 Programa: 120 °C (*hold* 2 min); 120-245 °C a 4 °C/min; 245-300 °C a 20 °C/min (*hold* 2 min)
 Gás de arraste: hélio Fluxo: 1 mL/min (constante)
 Temp. do injetor: 250 °C Método de injeção: *split* 20:1
 Vol. de injeção: 1 µL Temp. do detector: 320 °C

KF Equipamento: Metrohm 852 Titrand Solução anolítica: Hydranal® - Coulomat AG
 Solução catolítica: Hydranal® - Coulomat CG
 Eletrodo: Eletrodo metálico Eletrodo gerador: com diafragma
 I (pol): 10 µA Pausa: 60 s
 Ponto de equivalência: 50,0 mV Veloc. de titulação: otimizada
 Critério de parada: desvio relativo Desvio relativo: 5 µg/min
 Tempo de extração: 0 s Temperatura: 25 °C

**headspace-
CG-EM** Equipamento: Cromatógrafo gasoso Agilent 7890A com espectrômetro de massas
 Agilent 5975C e amostrador *headspace* Agilent 7697A
 Coluna: DB-624 30 m x 0,32 mm x 1,8 µm
 Programa: 35 °C (*hold* 20 min), 35-80 °C a 5 °C/min, 80-250 °C a 10 °C/min (*hold* 2 min)
 Gás de arraste: hélio Fluxo: 2,5 mL/min (const.)
 Amostrador: *headspace* Método de injeção: *split* 5:1
 Temp. do forno HS: 85 °C Temp. do *loop*: 120 °C
 Temp. *transferline* HS: 125 °C Tempo equilíbrio *vial*: 30 min
 Tempo de injeção: 1 min Tempo do ciclo do GC: 63 min
 Fluxo de purga: 200 mL/min Tempo de purga: 2 min
 Modo de aquisição: *scan*/SIM simultâneo
Solvent delay: 0 min Temp. da fonte: 230 °C
 Temp. *transferline* MS: 250 °C Temp. do quadrupolo: 150 °C
 Programa do *scan*: 29-150 m/z Programa do SIM: NIT-Lqbio-026 [7]

CINZAS Equipamento: Mufla Quimis Q318M25T
 Temperatura: 600 °C Tempo: 3 h

**RMNq
de ¹H** Equipamento: Espectrômetro de RMN 500 MHz modelo Avance III HD Bruker
 Programa de pulso: *zgig30*
 Pulso de 90 °: 9.79 µs Frequência ¹H: 500,13 MHz
 Janela espectral: 20 ppm Freq. excitação ¹H: 6 ppm
 Tempo de aquisição: 2,56 s *Time domain size*: 51200
 Nº de *scans*: 16 *Pre-scan delay*: 10 µs
 Nº de *dummy scans*: 4 Tempo de espera D1: 80 s
Dwell time: 50 µs Temperatura: 297,8 K
 Desacoplamento ¹³C: GARP Frequência ¹³C: 125,77 MHz
 Pulso desacopl. ¹³C: 70 µs Freq. excitação ¹³C: 100 ppm
 Solvente: DMSO-d₆ Padrão interno: ácido maleico
 Ganho: automático *Line broadening*: 0,30 Hz
 Correção de fase: manual Correção linha de base: manual
 Integração: manual

O estudo de homogeneidade foi conduzido para as impurezas presentes no MRC, descritas na equação 1, usando os métodos descritos.

O estudo de estabilidade foi conduzido para as impurezas orgânicas relacionadas e água, descritas na equação 1, bem como para os solventes residuais, quando presentes, novamente usando os métodos descritos. O monitoramento da estabilidade foi feito por RMNq de ¹H.

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

O MRC não requer secagem antes de seu uso. O MRC somente deve ser aberto após atingir a temperatura de manuseio descrita neste certificado. A alíquota mínima que deve ser utilizada é de 2 mg. 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 de 30-70%. Após cada uso, o MRC deve ser bem fechado e armazenado tal como recomendado 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.

Do melhor do nosso conhecimento, a estabilidade do MRC não é afetada após períodos curtos de manuseio e uso nas condições de manuseio descritas neste certificado. No entanto, o Inmetro não pode ser responsabilizado por quaisquer alterações do material que ocorram durante o manuseio e armazenamento nas dependências do cliente após a abertura do frasco contendo o MRC.

Transporte e armazenagem

O MRC deve ser armazenado na faixa de temperatura de 18-25 °C, umidade relativa de 30-70% 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).

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 8725.0001 é válido até **02 de junho de 2025**.

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	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe Substituto do Laboratório de Análise Orgânica	Wagner Wollinger
Responsáveis pelas medições analíticas	Rodrigo Borges (certificação) Wagner Wollinger (monitoramento) Waldemar Souza (monitoramento)
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Rodrigo Borges Julio Jablonski Amaral Wagner Wollinger Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

Dentre as impurezas presentes neste MRC, foram identificadas inequivocamente traços de ácido benzoico, benzoilecgonina, *cis*-cinamoilcocaína, *trans*-cinamoilcocaína e hexano.

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1564/2016c** emitido em 30/03/2023.

Histórico de revisão

07/11/2024: Revisão do texto sobre rastreabilidade metrológica para informar o padrão interno utilizado.

20/03/2023: Revalidação (extensão da validade). Atualização da sigla da divisão emitente.

28/05/2021: Revalidação (extensão da validade), inclusão de declaração de CMC, atualização de siglas de técnicas analíticas.

30/04/2021: Revisão editorial para emissão de certificados eletrônicos.

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.

[7] NIT-Lqbio-026 rev. 00 (2017) - Avaliação qualitativa de solventes residuais em amostras orgânicas de elevada pureza por HS-GC-MS.

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 07/11/2024, ÀS 20:17, 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 11/11/2024, ÀS 15:29, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

JANAINA MARQUES RODRIGUES CAIXEIRO

Chefe da Divisão de Metrologia Química

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 **1951931** e o código CRC **ACF266ED**.

