



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

Certificado de Material de Referência

DIMCI 1121/2023b

Número do Certificado

Identificação do item

Material de Referência Certificado (MRC) de cloridrato de metanfetamina

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 7556.0001

Código do serviço

7556

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 de cloridrato de metanfetamina (Tabela 1) (MA.HCl) de alta pureza. O material utilizado para certificação foi cedido pela Polícia Federal ao Inmetro com autorização judicial, através de um acordo de cooperação técnico entre ambas partes, homogeneizado e envasado em frasco de vidro âmbar de 3 mL com tampa de borracha e lacre de alumínio, contendo aproximadamente 50 mg.

Tabela 1: Dados do cloridrato de metanfetamina

Fórmula molecular	C ₁₀ H ₁₅ N.HCl	Fórmula estrutural
Massa molar (\pm incerteza combinada)	(185,6919 \pm 0,0067) g/mol [4]	
Chemical abstracts service (CAS)	300-42-5	
Sinônimos	MA.HCl Metanfetamina.HCl	

Uso pretendido

Este MRC destina-se ao uso como calibrante e referência qualitativa para análises de cromatografia, espectrometria de massas, ressonância magnética nuclear (RMN) e para outros ensaios que demandem material com valor certificado de pureza ou identidade assegurada.

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 cloridrato de metanfetamina: (999 ± 12) mg/g

O valor certificado corresponde à pureza de $(99,9 \pm 1,2)$ %, em termos de massa. Este valor foi atribuído por RMN quantitativa (RMNq). Para determinar a incerteza expandida foi avaliada a contribuição da incerteza-padrão dos estudos de homogeneidade, estabilidade de curta duração, estabilidade de curta 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.

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 RMNq, um procedimento de medição primário de razões, utilizando como padrão interno rastreável ao SI o MRC de ácido maleico do Inmetro (MRC 8792.0001). 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 1,27 ppm (d, 3H); δ 2,70 ppm (s, 3H); 2,90 ppm (dd, 1H); 3,07 ppm (dd, 1H); 3,53 ppm (sext, 1H); 7,44 ppm - 7,31 ppm (m, 5H).

Espectro de massas (EM) usando ionização por elétrons (IE): m/z 148, 134, 91, 58.

Método analítico

A homogeneidade do material foi avaliada entre frascos e intra frasco, utilizando respectivamente, 10 e 1 frascos, selecionados pela abordagem aleatória estratificada. No estudo intra frasco do MA.HCl, o preparo foi realizado em 3 replicatas verdadeiras e no estudo entre frasco, as amostras foram preparadas em 6 replicatas de um mesmo frasco. As amostras foram analisadas por Clae-DAD e os resultados foram avaliados pela fração mássica da solução. Não foi observada tendência de acordo com a ordem de envase do material ou de análise cromatográfica. 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 28 dias a 50 °C. As amostras foram analisadas por Clae-DAD. Foi observada uma tendência de alteração do mensurando quando os resultados de $A_{\text{corrigida}}$ foram plotados em ordem de análise ou em ordem de tempo de estudo. Após a retirada do último ponto de estudo (28 dias), a regressão linear dos dados mostrou que a inclinação da reta não foi significativamente diferente de zero, o que demonstrou a estabilidade do material nas condições de transporte a 50 °C por 21 dias. A incerteza foi determinada pelo produto entre erro padrão do coeficiente angular e o tempo de estudo [6].

A estabilidade do material em condição de armazenamento foi feita durante 6 meses, em temperatura ambiente (20 - 25 °C), com análise mensal (0, 1, 3, 5 e 6). Os ensaios foram realizados pela técnica de RMN de ^1H utilizando o MRC de ácido maleico como padrão interno. Em cada tempo de estudo, dois frascos foram analisados em 3 replicatas verdadeiras. A avaliação do estudo da estabilidade do material após usos repetidos do frasco também foi realizada por essa técnica. A reta de regressão não apresentou inclinação estatisticamente significativa e, portanto, o material foi considerado estável em temperatura ambiente por 6 meses. A incerteza foi determinada pelo produto entre o tempo entre a caracterização e o final da validade do material [6].

A caracterização foi realizada por RMNq, um procedimento de medição primário. A identificação estrutural do MA.HCl foi confirmada pela análise de RMN de ^1H .

Subcontratação

Não aplicável.

Instruções para uso

A massa mínima do MRC 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 neste certificado. A Figura 1 e a Figura 2 mostram espectros de RMN de ^1H e de EM do material, respectivamente.

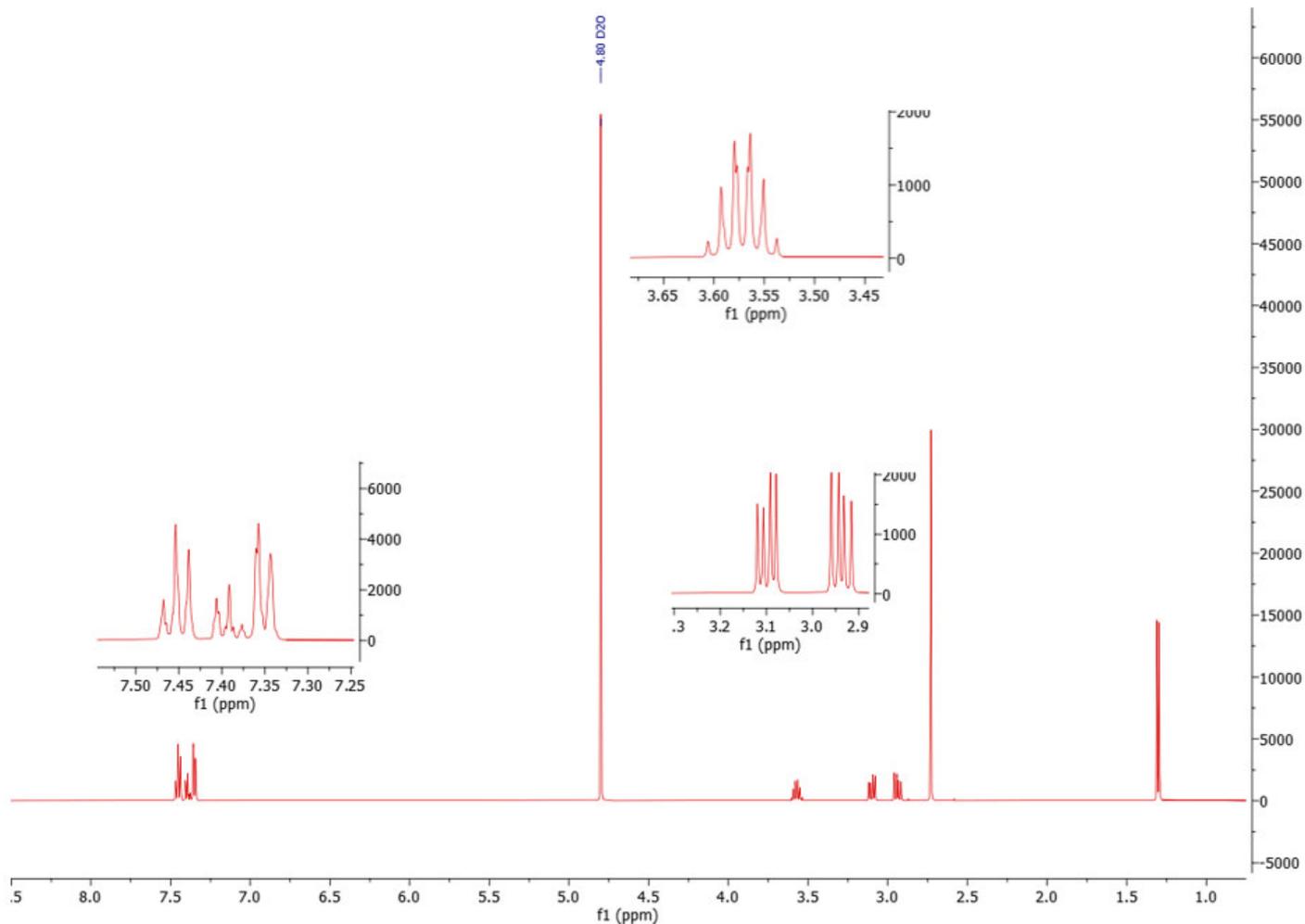


Figura 1: Espectro de RMN de ^1H a 500 MHz para o MA.HCl em D_2O

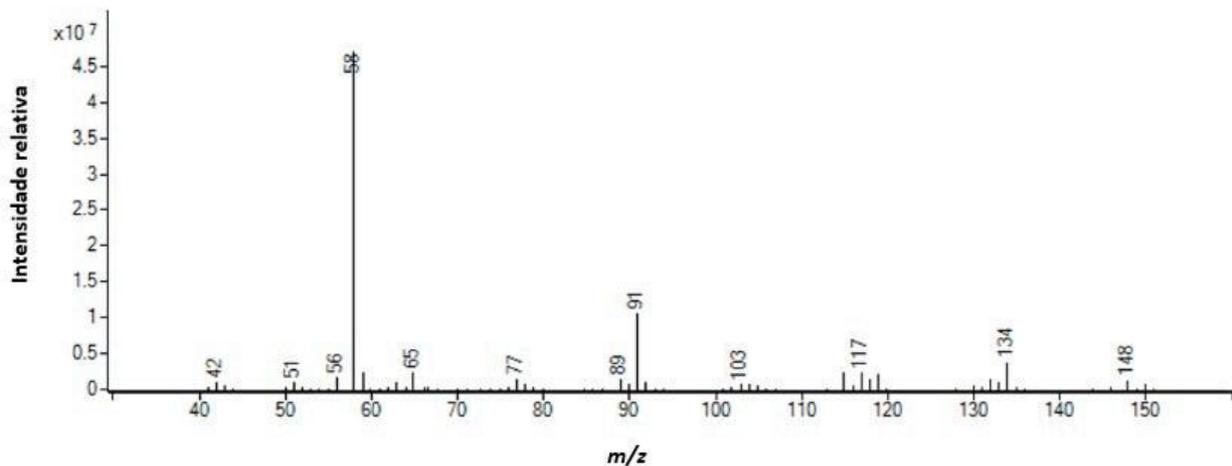


Figura 2: Espectro de massas do MA.HCl obtido por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-EM)

Transporte e armazenagem

Este MRC deve ser armazenado em temperatura entre 20 a 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 (www.inmetro.gov.br).

Prazo de validade

O MRC 7556.0001 é válido até **28 de fevereiro 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 da Divisão de Metrologia Química	Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsáveis pelas medições analíticas	Sílvia Regina Pinheiro Lopes Bruno Carius Garrido Wagner Wollinger
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Sílvia Regina Pinheiro Lopes Bruno Carius Garrido Wagner Wollinger Eliane Cristina Pires do Rego

Observações

A certificação desse MRC teve apoio financeiro da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) por meio do Programa de Cooperação Acadêmica em Segurança Pública e Ciências Forenses, edital nº 16/2020, no âmbito do projeto "Desenvolvimento de materiais de referência certificados de compostos anfetamínicos".

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 1121/2023a** emitido em 11/11/2024.

Histórico de revisão

28/01/2025: O MRC 7556.0001 foi revalidado. Não houve alteração do valor certificado. Revisão do texto para inclusão das informações pertinentes ao resultado do estudo de estabilidade para o uso repetido do material.

07/11/2024: Revisão do texto sobre rastreabilidade metrológica para informar o padrão interno utilizado. Revisão das instruções para uso para deixar o texto mais claro.

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 30/01/2025, ÀS 16:42, 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 31/01/2025, ÀS 10:27, 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_orcao_acesso_externo=0 informando o código verificador **2012332** e o código CRC **BB04F635**.



