

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0744/2012c

Número do Certificado

Identificação do Item

MRC: metronidazol (nome químico: 2-metil-5-nitro-imidazol-1-etanol)

Certificador: Divisão de Metrologia Química – Dquim

Numeração do Lote: MRC 8365.0001a

Código do Serviço: 8365

22/10/2015

Data de Emissão

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA

Valnei Smarçaro da Cunha
Chefe da Divisão de Metrologia Química

Este certificado é consistente com as Capacidades de Medição e Calibração (CMCs) que estão incluídas no apêndice C do Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA) estabelecido pelo Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM). Conforme os termos do MRA, todos os institutos participantes reconhecem entre si a validade dos seus certificados de calibração e medição para cada uma das grandezas, faixas e incertezas de medição declaradas no Apêndice C (para maiores detalhes ver <http://www.bipm.org>).

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA [1] e ABNT ISO GUIA 34 [2] e da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [3]. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

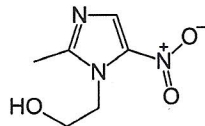
DIMCI 0744/2012c

Número do Certificado

Preparação do MRC

O MRC (Material de Referência Certificado) de metronidazol (Tabela 1) consiste de um pó cristalino branco, envasado em frasco de vidro âmbar contendo 500 mg do material sólido, com tampa de borracha e lacre de alumínio.

Tabela 1 - Dados do metronidazol

Fórmula molecular	C ₆ H ₉ N ₃ O ₃	Fórmula estrutural
Massa Molar	171,15 g mol ⁻¹	
DCB	05902	
CAS	443-48-1	

DCB: Denominação Comum Brasileira

CAS: *Chemical Abstracts Service*

Metodologia Analítica

Este MRC foi submetido a estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade conforme os ISO Guias 34 e 35 [2,4], sendo as incertezas de medição estimadas conforme o ISO Guia 35 [4], o Guia para a Expressão da Incerteza de Medição [5] e o Guia Eurachem/Citac CG 4 [6].

O teor de metronidazol foi calculado por balanço de massa, através da equação abaixo:

$$\text{Metronidazol (mg/g)} = 1000 - \sum \text{impurezas orgânicas} - \sum \text{impurezas inorgânicas} - \sum \text{impurezas voláteis}$$

As impurezas orgânicas foram determinadas através do teste de substâncias relacionadas por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) segundo a monografia da Farmacopeia Europeia 5.0 [7]. As impurezas inorgânicas foram determinadas através do teste de resíduo de ignição e as impurezas voláteis por perda por dessecação, de acordo com a Farmacopeia Brasileira IV ed. [8].

O resultado de teor obtido por balanço de massa foi confirmado por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

Nota: Considerando que o MRC será dessecado antes do uso (ver item “Armazenagem e Manipulação”), o teor de metronidazol descrito neste certificado foi calculado por balanço de massa considerando o teor de impurezas voláteis como zero.

Rastreabilidade Metrológica

O valor certificado foi obtido por balanço de massa e sua rastreabilidade metrológica ao Sistema Internacional de Unidades (SI) é garantida pelo uso de método gravimétrico na determinação de impurezas inorgânicas, pela determinação de impurezas orgânicas por método cromatográfico com confirmação do resultado de teor (balanço de massa) por método de Calorimetria Exploratória Diferencial - DSC, bem como pelo cálculo de incertezas em todas as etapas.

DIMCI 0744/2012c

Número do Certificado

Finalidade de uso

Este MRC tem como objetivo garantir a rastreabilidade metrológica de medições nas análises de metronidazol.

Nota: Este MRC deve ser utilizado unicamente para testes e ensaios.

Armazenagem e Manipulação

Este MRC deve ser armazenado em frascos bem fechados, mantidos em local protegido contra a incidência de luz [7, 9], preferencialmente à temperatura de 25 °C (a faixa entre 15 e 30 °C é aceitável) [9].

O pó deve ser seco a 105 °C por 2 horas antes do uso.

A fim de se garantir a tomada de uma amostra homogênea, a massa mínima a ser utilizada é 20 mg.

As soluções feitas com o MRC de metronidazol devem ser protegidas da luz [8].

Valor Certificado

O valor certificado de teor de metronidazol, com sua respectiva incerteza expandida, para um nível de confiança de aproximadamente 95 % ($k = 2$)[5], está descrito abaixo:

(998,9 ± 1,1) mg/g

A incerteza padrão combinada do MRC foi obtida pela combinação das incertezas associadas às determinações de impurezas orgânicas, inorgânicas e voláteis, ao estudo de homogeneidade e ao estudo de estabilidade de longa duração, estimadas de acordo com as referências previamente citadas. A incerteza relativa ao teor de voláteis foi incluída considerando-se o risco de o material não ser completamente seco pelo usuário antes do uso. O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado e a incerteza inerente à heterogeneidade da amostra está incluída na incerteza expandida do MRC [4].

As medições analíticas foram realizadas por: R. Nogueira, T. E. Silva, G. F. Moreira and J. L. N. Fernandes. A avaliação dos resultados foi realizada por E. C. P. Rego e W. Wollinger.

Prazo de Validade

O MRC 8365.0001a é válido até **31 de dezembro de 2016**. 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 observada durante o monitoramento será imediatamente comunicada ao usuário.

Observações

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão disponíveis na FISPQ (Ficha de Segurança de Produtos Químicos), disponível no endereço eletrônico (www.inmetro.gov.br).

DIMCI 0744/2012c

Número do Certificado

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0744/2012b**, emitido em 17 de dezembro de 2014.

Referências

- [1] ABNT ISO GUIA 31:2004, Materiais de Referência – Conteúdo de Certificados e rótulos.
- [2] ISO GUIA 34:2012, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC17025:2005 Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [4] ABNT ISO GUIA 35:2012, Materiais de referência – Princípios gerais e estatísticos para certificação.
- [5] Guia para a Expressão da Incerteza de Medição – GUM 2008, Primeira Edição Brasileira da Primeira edição do BIPM de 2008, Inmetro, 2012.
- [6] EURACHEM / CITAC GUIDE CG 4. Quantifying uncertainty in analytical measurement. 2.ed. London, 2000. 120 p.
- [7] EUROPEAN PHARMACOPOEIA. 5. ed. Strasbourg: EDQM, 2005.
- [8] FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 4. ed. São Paulo: Atheneu, 2002.
- [9] THE UNITED STATES PHARMACOPEIA. USP 32 / NF 27. Rockville: The United States Pharmacopeial Convention, 2009.

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA