

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0040/2013e

Número do Certificado

Identificação do item

MRC: diclofenaco sódico (nome químico: ácido 2-[(2,6-diclorofenil)amino]acético, sal sódico)

Unidade produtora: Divisão de Metrologia Química e Térmica (Dimqt)

Numeração do lote: MRC 8937.0001

Código do serviço: 8937

VÁLIDO SOMENTE COM
CHANCELA E ASSINATURA

27/02/2019

Data de emissão

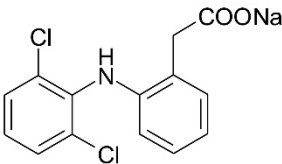
Valnei Smarçaro da Cunha
Chefe da Divisão de Metrologia Química e Térmica

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 [1] e ABNT NBR ISO 17034 [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.

Descrição e preparação do MRC

O MRC de diclofenaco sódico (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 diclofenaco sódico

Fórmula molecular	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₂ NO ₂ .Na	Fórmula estrutural
Peso molecular	318,1 g mol ⁻¹	
DCB	02930	
CAS	15307-79-6	

DCB: Denominação Comum Brasileira

CAS: Chemical Abstracts Service

Metodologia analítica

Este MRC foi submetido a estudos de caracterização, homogeneidade e estabilidade conforme a norma ABNT NBR ISO 17034 [2] e o guia ISO guia 35 [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].

A fração mássica de diclofenaco sódico foi calculada por balanço de massa, através da equação abaixo:

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

As impurezas orgânicas foram determinadas através do teste de substâncias relacionadas por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) segundo a monografia da Farmacopeia Americana 34 ed. (USP 34) [5]. Para análise de voláteis, foi realizado o teste de perda por dessecação, de acordo com a Farmacopeia Brasileira IV ed. [6], enquanto as impurezas inorgânicas foram determinadas por ICP-MS.

A fração mássica de impurezas orgânicas determinada conforme USP 34 foi confirmada por HPLC utilizando colunas cianopropil e C18-Ar. A fração mássica de impurezas inorgânicas determinada por ICP-MS foi confirmada através de estudos interlaboratoriais usando ICP-OES, GF-AAS e cromatografia de troca iônica.

O resultado de teor obtido por balanço de massa foi confirmado por Ressonância Magnética Nuclear quantitativa (RMNq).

Nota: Considerando que o MRC será dessecado antes do uso (ver item “Armazenagem e Manipulação”), a fração mássica de diclofenaco sódico descrito neste certificado foi calculada por balanço de massa considerando a fração mássica de impurezas voláteis como zero.

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado foi obtido por balanço de massa e sua rastreabilidade ao Sistema Internacional de Unidades (SI) é garantida pela confirmação da fração mássica de impurezas orgânicas determinada por HPLC conforme USP 34 através da análise de HPLC utilizando colunas cianopropil e C18-Ar, pela confirmação da fração mássica de impurezas inorgânicas obtida por ICP-MS através de estudos interlaboratoriais utilizando ICP-OES, GF-AAS e cromatografia de troca iônica, com confirmação do resultado de teor (balanço de massa) por Ressonância Magnética Nuclear quantitativa (RMNq), bem como pelo cálculo de incertezas em todas as etapas.

Uso pretendido

Este MRC tem como objetivo garantir a rastreabilidade metrológica de medições nas análises de diclofenaco sódico, o que será assegurado somente se as instruções contidas neste certificado forem devidamente seguidas.

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

Instruções para uso

O pó deve ser seco a 105 °C por 3 horas antes do uso [7]. A fim de se garantir a tomada de uma amostra homogênea, a massa mínima a ser utilizada é 15 mg.

Transporte e armazenagem

Este MRC deve ser armazenado em frascos bem fechados, mantidos em local protegido contra a incidência de luz [7,8].

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

Valor certificado

O valor certificado de teor de diclofenaco sódico, com sua respectiva incerteza expandida, obtida a partir da incerteza padrão combinada multiplicada pelo fator de abrangência ($k = 2$) para um nível de confiança de aproximadamente 95 %, baseada no “Guia para a Expressão da Incerteza de Medição” [5], está descrito abaixo:

(999,8 ± 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 aos estudos de estabilidade de curta e longa duração, estimadas de acordo com as referências previamente citadas. O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado e a incerteza inerente à heterogeneidade da amostra está incluída na incerteza expandida do MRC [4].

DIMCI 0040/2013e

Número do Certificado

As medições analíticas foram realizadas por: R. Nogueira, S. M. Queiroz, G. E. B. Silva, Rodrigo C. de Sena, J. L. N. Fernandes, A. C. S. Feliciano, B. C. Garrido e R. M. Borges. A avaliação dos resultados foi realizada por R. Nogueira, E. C. P. Rego e W. F. C. Rocha.

Prazo de validade

O **MRC 8937.0001** é válido até **23 de janeiro de 2020**. 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

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0040/2013d** emitido em 07/02/2018.

Referências

- [1] ABNT ISO GUIA 31:2017, Materiais de referência - Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.
- [2] ABNT NBR ISO 17034:2017, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.
- [3] ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.
- [4] ISO GUIDE 35:2017, *Reference materials -- Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability*.
- [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] THE UNITED STATES PHARMACOPEIA. USP 34 / NF 29. Rockville: The United States Pharmacopeial Convention, 2011.
- [8] FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 4. ed. São Paulo: Atheneu, 2002.