Certificado de Material de Referência

DIMCI 0744/2012d
Número do Certificado

Identificação do item

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

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

Numeração do lote: MRC 8365.0001a

Código do serviço: 8365

VÁLIDO SOMENTE COM CHANCELA E ASSINATURA

23/02/2017
Data de emissão

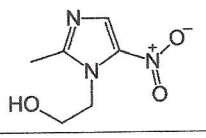
Janaína Marques Rodrigues Caixeiro
Chefe Substituta da Divisão de Metrologia Química e Térmica

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos dos guias ABNT ISO GUIA 31 [1] e ABNT ISO GUIA 34 [2] e da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 [3]. Este certificado é valido 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 (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	$C_6H_9N_3O_3$	***Fórmula estrutural***
Massa Molar	171,15 g mol^{-1}	
DCB	05902	
CAS	443-48-1	

DCB: Denominação Comum Brasileira
CAS: *Chemical Abstracts Service*

VÁLIDO SOMENTE COM CHANCELA E ASSINATURA

Metodologia analítica

Os estudos de homogeneidade, estabilidade e caracterização foram realizados pela técnica de cromatografia gasosa com espectrometria de massas de diluição isotópica (CG-EMDI). Condições cromatográficas: Coluna capilar HP-FFAP (50 m x 0,2 mm x 0,33 µm); programação do forno: 90 °C (1 min), 220 °C (45 °C/min), permanecendo nesta temperatura por 4 minutos; temperatura do injetor 240 °C; modo de injeção em split (razão 1:10), fluxo do gás de arraste hélio 1 mL/min; volume de injeção 1uL. Condições do espectrômetro de massas. Ionização por elétrons a 70 eV; modo de aquisição no monitoramento de íon selecionado (SIM); temperatura da fonte de íons, linha de transferência e interface de 230 °C, 230 °C e 150 °C, respectivamente.

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.

Uso pretendido

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.

Instruções para uso

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.

Transporte e armazenagem

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

VÁLIDO SOMENTE COM CHANCELA E ASSINATURA

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 **18 de janeiro de 2019**. 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 0744/2012c**, emitido em 22 de outubro de 2015.

DIMCI 0744/2012d
Número do Certificado

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