

CURSO: Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia/Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas

INFORMAÇÕES BÁSICAS

Disciplina: Cromatografia líquida de alta eficiência: conceitos e aplicações na análise de fármacos

Professor(es) Responsável(eis): Whocely Victor de Castro/Frank Pereira de Andrade

Nível: Mestrado/doutorado

Obrigatória (S/N): N

Área(s) de Concentração: Ciências Farmacêuticas/Biotecnologia

Carga Horária			Créditos: 1
Teórica: 18	Prática:	Total: 18	

Pré-requisito: NA

EMENTA

Técnicas de preparo de amostras, separação cromatográfica e detecção utilizadas na determinação qualitativa e quantitativa de fármacos em matrizes complexas. Validação de métodos analíticos e bioanalíticos e aplicações. Objetivo da disciplina: Fornecer conhecimentos teóricos e práticos relativos às diferentes técnicas de preparo de amostras, à cromatografia líquida de alta eficiência convencional e com abordagens modernas e à espectrometria de massas aplicada à determinação de fármacos em matrizes biológicas, além dos parâmetros necessários para validação de métodos analíticos e bioanalíticos.

OBJETIVOS

Entender os conceitos de cromatografia líquida de alta eficiência e sua aplicação na análise de fármacos em matrizes diversas.

CONTEÚDO PROGRAMÁTICO

Curso teórico

Semana 1 – Whocely Victor de Castro

- Cromatografia: Introdução, histórico, usos e limitações da cromatografia líquida, comparação entre as cromatografias líquida clássica e moderna, tipos de cromatografia, princípios da cromatografia, equipamento, visão geral de um instrumento para CLAE, bombas para CLAE, sistema de introdução da amostra, detectores.

Para este módulo os discentes deverão ler: i) Capítulo 1 e Capítulo 3 até tópico 3.8 e

Capítulo 4 do livro *Introduction to modern chromatography (terceira edição)*; ii) Capítulos 1 a 4 do livro *Introducción a la HPLC aplicación e práctica*.

Semana 2 – Professor Whocely Victor de Castro

- Colunas cromatográficas, processos de separação, teoria da separação.

Para este módulo os discentes deverão ler: i) Capítulo 5 do livro *Introduction to modern chromatography (terceira edição)*; ii) Capítulos 5 a 8 do livro *Introducción a la HPLC aplicación e práctica*.

Semana 3 – Professor Whocely Victor de Castro

- Conceitos básicos da separação, alargamento de pico, equação de Van Deemter, parâmetros cromatográficos.

Para este módulo os discentes deverão ler: Capítulo 6 (tópicos: 6.1 a 6.3.6.2) Capítulo 7 (tópicos 7.4 a 7.4.3.3), capítulo 9 (tópicos 0.1 a 9.2.4.4) do livro *Introduction to modern chromatography (terceira edição)*.

Semana 4 – Professor Whocely Victor de Castro

- Parâmetros cromatográficos.

Semana 5 – Professor Whocely Victor de Castro -

- Preparo de amostra e desenvolvimento de métodos.

Para este módulo os discentes deverão ler: Leitura 4: Capítulos 9 (tópicos 9.3 a 9.6.3) e 16 até sessão 16.8 do livro *Introduction to modern chromatography (terceira edição)*; ii) capítulos 9 e 11 do livro *Introducción a la HPLC aplicación e práctica*.

Semana 6 – Professor Whocely Victor de Castro

- Desenvolvimento de métodos e solução de problemas e cuidados na manutenção do equipamento.

Para este módulo os discentes deverão ler: Capítulos 17 livro *Introduction to modern chromatography (terceira edição)*; ii) Capítulo 13 do livro *Introducción a la HPLC aplicación e práctica*.

Semana 7 – Professor Frank Pereira Andrade - Terça-feira

- Aspectos Gerais de Validação: Faixa linear e Método dos Mínimos Quadrados Ordinários.

Semana 8 – Professor Frank Pereira Andrade

- Avaliação da Linearidade pelo Método dos Mínimos Quadrados Ordinários e suas premissas: presença de *outliers*, normalidade, independência e homoscedasticidade. Avaliação de Efeito de Matriz e Seletividade.

Semana 9 – Professor Frank Pereira Andrade - Quinta-feira

- Avaliação da precisão, exatidão e limites de detecção e quantificação.

Semana 10 – Professor Frank Pereira Andrade - Quinta-feira

- Atividade avaliativa contendo um estudo de caso com dados reais e/ou fictícios de validação analítica.

CRITÉRIOS DE AVALIAÇÃO



Professor Whoceley Victor de Castro

- Atividade avaliativa: 30 pontos.
- Apresentação de seminários: 30 pontos

Professor Frank Pereira Andrade

Atividade avaliativa contendo um estudo de caso com dados reais e/ou fictícios referentes à validação analítica: 40 pontos.

BIBLIOGRAFIA BÁSICA

- Farmacopéia Brasileira, 5^a- edição, vol. 1 e vol 2 – ANVISA, 2010.
- Snyder, L. R.; Kirkiland, J. J.; Glajch J. L. Practical HPLC method development. 2 ed. John Wiley & Sons, New York, 1997
- The United States pharmacopeia: USP and The National Formulary. NF. Rockville Md. The United States Pharmacopeial Convention, edição atualizada. 8. British pharmacopoeia commission. British pharmacopoeia, 6v. London: Her Majesty's Stationary Office, edição atualizada.
- Resolução da Diretoria Colegiada - Rdc Nº 166, De 24 De Julho De 2017. ANVISA.
http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/2721567/RDC_166_2017_COMP.pdf/d5fb92b3-6c6b-4130-8670-4e3263763401
- Resolução da Diretoria Colegiada – Rdc Nº 27, De 17 De Maio De 2012, ANVISA.
http://portal.anvisa.gov.br/documents/33880/2568070/rdc0027_17_05_2012.pdf/c6edeb56-200d-4482-8a19-99fa11c33fd3.
- Magnusson, B., & Örnemark, U. (2014). Eurachem guide: the fitness for purpose of analytical methods – a laboratory guide to method validation and related topics, (2nd ed.) ISBN 978-91-87461-59-0. Acessado em www.eurachem.org.
- Instituto Nacional de Metrologia. Normatização e Qualidade Industrial (INMETRO); Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos; DOQ-CGCRE-008, Revisão: 05 de julho de 2016.

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR

- Quattrochi, O. A.; Andrizzi, S. A. Laba, R. F. Introduccion a la HPLC. Aplicacion Y Práctica. Artes Gráficas Farro, SA, Buenos Aires, 1992.
- Kazakevich, Y.; Lobruti, R. HPLC for Pharmaceutical Scientists. John Willey and Sons,



Universidade Federal
de São João del-Rei

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO JOÃO DEL-REI – UFSJ
INSTITUÍDA PELA LEI Nº 10.425, DE 19/04/2002 – D.O.U. DE 22/04/2002
PRÓ-REITORIA DE ENSINO DE GRADUAÇÃO – PROEN

Inc. New Jersey, 2007

CRONOGRAMA DAS AULAS

Disponibilidade para atendimentos dos alunos: segunda feira de 10:00 a 12:00 horas

Professor Whocely Victor de Castro (e-mail: whocely@ufsj.edu.br)

Data / horário

Aula 1: 03/05/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Aula 2: 10/05/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Aula 3: 17/05/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Aula 4: 24/05/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Aula 5: 31/05/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Aula 6: 07/06/2022 de 14:00 às 17:00 horas

Professor Frank Pereira de Andrade (e-mail: frank@ufsj.edu.br)

Data (horário)

Aula 7: 14/06/2020 de 14:00-17:00 horas

Aula 2: 21/06/2022 de 14:00-17:00 horas

Aula 3: 28/06/2022 de 14:00-17:00 horas

Aula 4: 05/07/2022 de 14:00-17:00 horas