

## Etapa Analítica

### Tarefa para 24/03/2015

Tendo por base o artigo disponibilizado (Kano, E.K.; Serra, C.H.D.R.; Koono, E.E.M.; Fukuda, K.; Porta, V. An efficient HPLC-UV method for the quantitative determination of cefadroxil in human plasma and its application in pharmacokinetic studies. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, v. 35, p. 1871-1881, 2012) e a Resolução RDC 27/12 - Validação de Métodos Bioanalíticos, descreva como foram determinados os parâmetros de validação a seguir:

- linearidade
- limite inferior de quantificação (LIQ)
- recuperação
- estabilidade
- precisão
- exatidão

Descreva quais os tipos de amostras empregadas, quantas amostras e quantas replicatas foram analisadas, qual o tratamento ao qual as amostras foram submetidas e os cálculos empregados.

#### Exemplo:

- estabilidade de curta duração (*bench-top stability*):

A estabilidade de curta duração foi determinada por meio da comparação dos resultados de análises de amostras de plasma de controle de qualidade em três concentrações (CQB, CQM, CQA) recém-preparadas e mantidas à temperatura ambiente por 4 horas antes do início do procedimento de purificação (tempo 4 horas) com os resultados de amostras de plasma de controle de qualidade em três concentrações (CQB, CQM, CQA) recém-preparadas e imediatamente submetidas ao procedimento de purificação (tempo 0 horas). Admitiram-se desvios entre concentração de 4 horas e concentração de 0 horas entre  $\pm 15\%$  com coeficiente de variação não superior a 15%.

As amostras foram submetidas ao processo de pré-tratamento por precipitação de proteínas com acetonitrila após adição de padrão interno e analisadas por CLAE com detector UV-VIS a 230 nm.

As corridas analíticas foram constituídas por:

- amostras de plasma padrão da curva de calibração de CC1, CC2, CC3, CC4, CC5, CC6, CC7 e CC8 (concentrações de 0,4 a 40,0  $\mu\text{g/mL}$ ) – análise simples
- amostras de plasma de controle de qualidade CQA, CQMe CQB – análise em triplicata das amostras dos tempos 0 horas e 4 horas

A concentração de cefadroxila nas amostras de CQ de 0 e 4 horas foi determinada a partir da curva de calibração. Os valores médios para cada concentração e tempo foram comparados entre si para determinação do desvio. O coeficiente de variação foi determinado para as seis replicatas de cada concentração de CQ.