



CONCURSO PÚBLICO 2014 - EDITAL Nº 342/2013

TECNÓLOGO - PROCESSOS QUÍMICOS

PROVA PRÁTICA/DISCURSIVA

Leia com atenção as Instruções

1. Você recebeu do fiscal um **caderno de respostas da prova prática/discursiva** e este **caderno de questões**.
2. É sua responsabilidade verificar se o nome do cargo informado neste **caderno de questões** corresponde ao nome do cargo informado em seu **caderno de respostas**.
3. Você dispõe de **4 (quatro)** horas para realizar a prova, incluindo a escrita no **caderno de respostas**.
4. Somente depois de decorrida uma hora do início da prova o candidato poderá entregar o seu **caderno de respostas** e retirar-se da sala de prova (Edital 342/2013).
5. Somente será permitido levar seu **caderno de questões** faltando uma hora para o término estabelecido para o fim da prova (Edital 342/2013).
6. Após o término de sua prova, entregue obrigatoriamente o seu **caderno de respostas** ao fiscal.
7. É terminantemente vedado copiar respostas, em qualquer fase do concurso público (Edital 342/2013).
8. Os 3 (três) últimos candidatos de cada sala somente poderão ser liberados juntos (Edital 342/2013).
9. Se você precisar de algum esclarecimento, consulte o fiscal.

Somente após autorização para o início da prova:

1. Verifique, neste **caderno de questões**, se a numeração das questões e a paginação estão corretas.
2. Verifique, no **caderno de respostas**, se existem espaços suficientes para a transcrição das respostas de todas as **questões** existentes neste **caderno de questões**.

Cronograma Previsto - Prova Prática/Discursiva

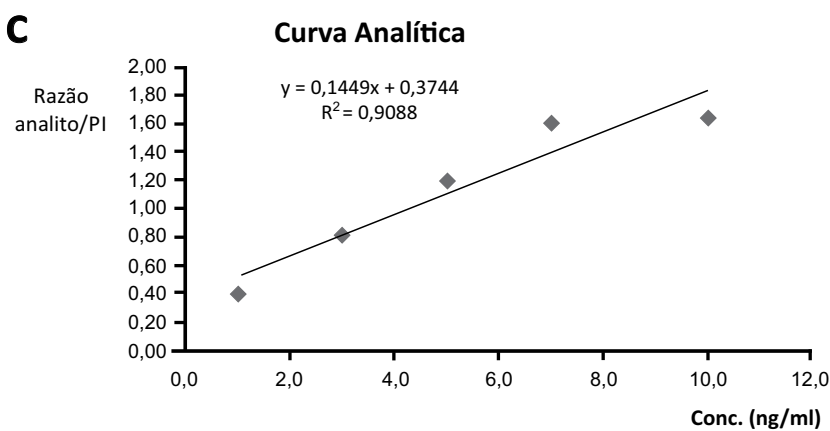
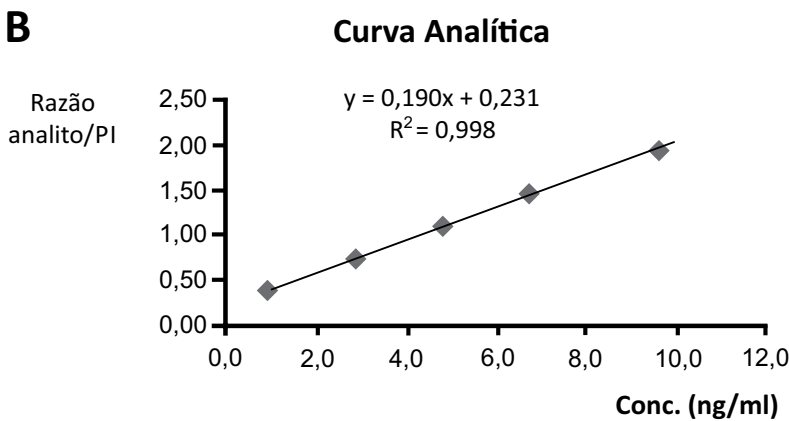
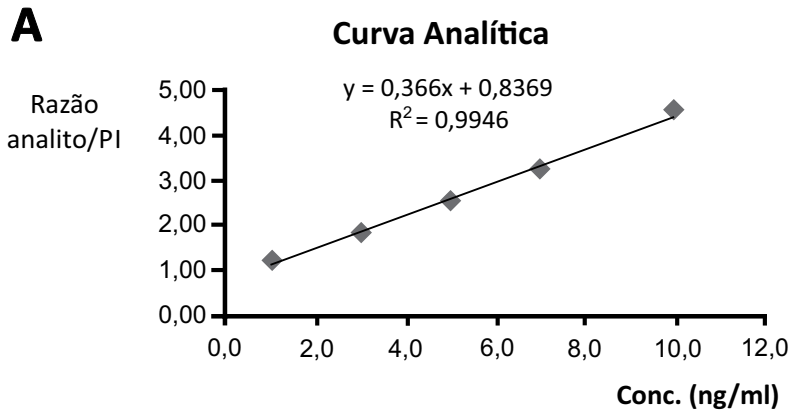
Divulgação do resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Disponibilização da imagem do caderno de respostas da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Interposição de recurso contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	05 e 06/05/2014
Divulgação do resultado do julgamento dos recursos contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014
Divulgação do resultado final da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014

QUESTÃO 1

Um agente hipotético “X” é o principal alvo analítico para quantificação quando presente na análise das urinas dos atletas. Tal análise é realizada através da CLUE-EM-EM, com uma coluna C18 de 1,8µm X 2,1 mm X 50 mm. Para determinar, quantitativamente, a concentração de “X” na urina do atleta, o primeiro passo é a construção de uma curva analítica de “X”, com utilização de padrão interno deuterado (“X-D₃”). A amostra foi preparada em triplicata. A área do analito “X” na amostra e a área do PI (“X-D₃”) encontram-se na tabela abaixo.

Replicatas	Analito (área)	Padrão interno (área)
Replicata 1	16764	12693
Replicata 2	16015	11948
Replicata 3	16128	12277

As curvas analíticas são apresentadas abaixo:

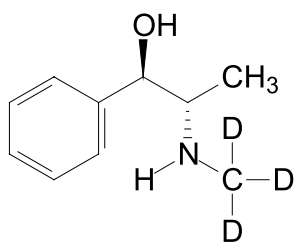
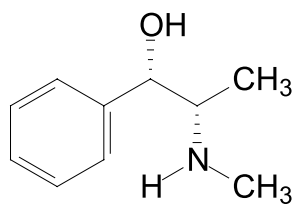


De acordo com o exposto, responda:

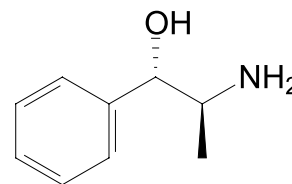
Item A) Qual dos três gráficos apresentados é o mais adequado para proceder com a quantificação? Explique sua resposta. Qual a concentração em ng/mL do analito “X” na urina?

Item B) É possível utilizar qualquer um dos três gráficos para proceder com a quantificação? Explique detalhadamente sua resposta.

Item C) Para quantificar Efedrina em urina humana e tendo disponível para utilização como padrão interno Efedrina-D₃, Pseudoefedrina e Catina (abaixo representados), qual dos três compostos seria selecionado? Apresente ao menos três argumentos, justificando sua escolha.

Efedrina-D₃

Pseudoefedrina



Catina

Item D) Um analista trabalha com uma fase móvel contendo uma mistura de tampão fosfato de sódio monobásico monohidratado e metanol. Quais são os cuidados necessários no preparo de 1 L de fase móvel contendo uma mistura de tampão fosfato de sódio monobásico monohidratado 0,10mol.L⁻¹ e metanol na proporção (60:40)? Descreva detalhadamente a preparação desta fase.

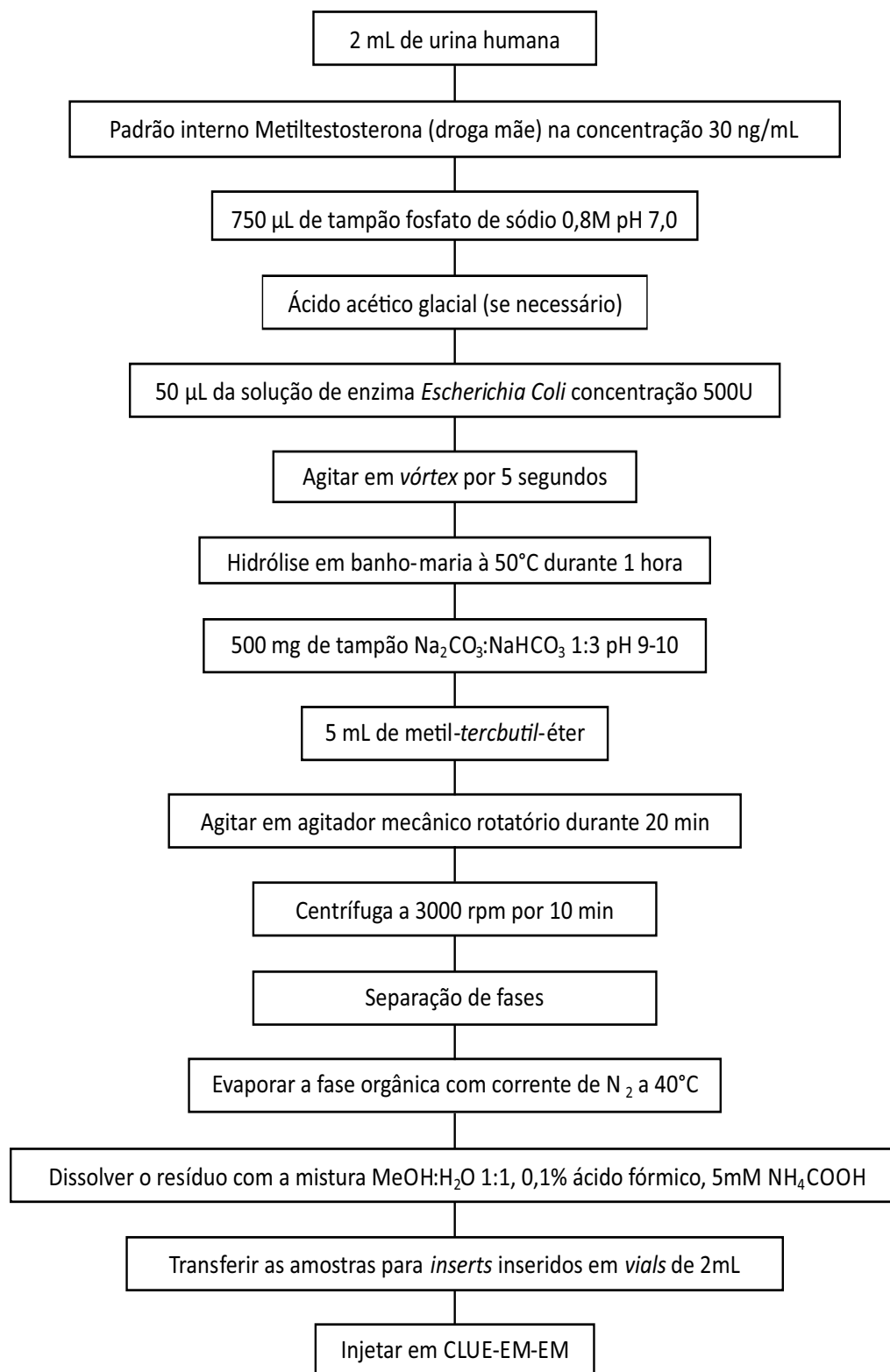
Item E) Quais são os cuidados necessários com o equipamento cromatográfico, quando se utiliza fase móvel contendo a mistura de tampão fosfato 10mM e metanol na proporção (40:60)?

Item F) Como deve ser realizada a preparação de uma fase móvel metanol / água (30:70)? Quais os materiais de laboratório seriam utilizados? Explique detalhadamente, justificando sua resposta.

QUESTÃO 2

O protocolo de preparação de amostra, para análise de estimulantes para fins de controle de dopagem, envolve uma série de etapas, que exigem conhecimento a respeito das principais técnicas utilizadas em laboratórios que trabalham com fármacos em fluidos biológicos.

Considere o fluxograma e responda as questões a seguir:



Item A) Por que se utiliza Metiltestosterona, droga mãe, como padrão interno?

Item B) Qual a função do tampão fosfato de sódio 0,8M pH 7,0?

Item C) Qual a função da hidrólise? A enzima utilizada na etapa de hidrólise é a β -glicuronidase de *Escherichia Coli*, o que essa enzima cliva?

Item D) Qual a função do tampão $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{NaHCO}_3$ 1:3? Por que o tampão é utilizado na forma sólida?

Item E) Qual o solvente utilizado para extração dos analitos livres (desconjugados)?

Item F) Descreva detalhadamente a etapa de separação de fases. Quais os cuidados que devemos ter nessa etapa?

Item G) Descreva detalhadamente o preparo da mistura $\text{MeOH}:\text{H}_2\text{O}$ 1:1, 0,1% ácido fórmico, 5mM NH_4COOH .

QUESTÃO 3

O texto a seguir apresenta uma situação hipotética relacionada a atividade de controle de dopagem no esporte. Leia atentamente e responda ao que se pede sempre justificando à luz das normas da Agência Mundial Anti-Dopagem.

Situação hipotética:

Após a realização dos testes iniciais de análise, um analista suspeitou da presença de uma substância proibida a atletas. Como resultado, solicitou uma nova alíquota para análise, cujo método de confirmação inclui as técnicas de cromatografia em coluna e espectrometria de massas. A tabela a seguir apresenta, para o controle positivo e amostra, os dados de tempo de retenção (t_R) e abundância relativa entre três íons diagnósticos, previamente escolhidos durante o desenvolvimento e validação do método. Ressalta-se que no controle negativo, o analito não foi observado, não sendo possível, portanto, a avaliação do tempo de retenção e espectro de massas.

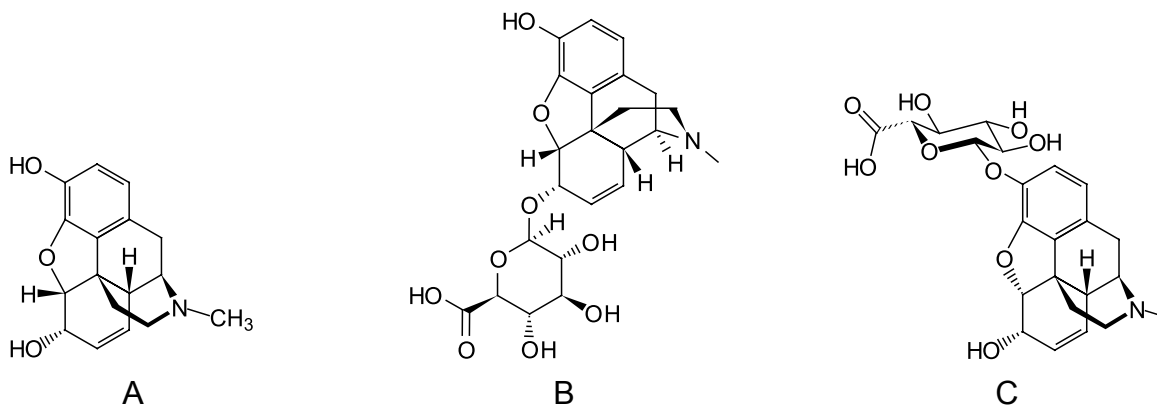
Tabela. Dados de tempo de retenção e abundância relativa entre três íons diagnósticos

	Controle Positivo	Amostra
t_R (min)	3,00	2,95
Abundância Relativa Íon diagnóstico 1 (m/z 634)	100	100
Abundância Relativa Íon diagnóstico 2 (m/z 415)	70	63
Abundância Relativa Íon diagnóstico 3 (m/z 233)	20	27

Imaginando-se no papel do analista e com base nos dados disponíveis, classifique a amostra em questão como presumível, adversa, atípica ou negativa. Justifique sua resposta.

QUESTÃO 4

A fim de oferecer suporte a uma pesquisa da área clínica, um laboratório analítico precisa desenvolver um método de análise capaz de detectar morfina e alguns de seus metabólitos em urina humana (Morfina, Morfina-6-glicuronídeo e Morfina-3-glicuronídeo) A, B e C, respectivamente, representados a seguir.



No estudo em questão, é importante para o grupo do estudo clínico que os resultados sejam expressos para cada composto separadamente, ou seja, é necessário conhecer as concentrações de cada composto individualmente.

Descreva o desenvolvimento do método em questão, desde a extração da urina até a análise instrumental, indicando as melhores técnicas e práticas em cada etapa.



UFRJ