

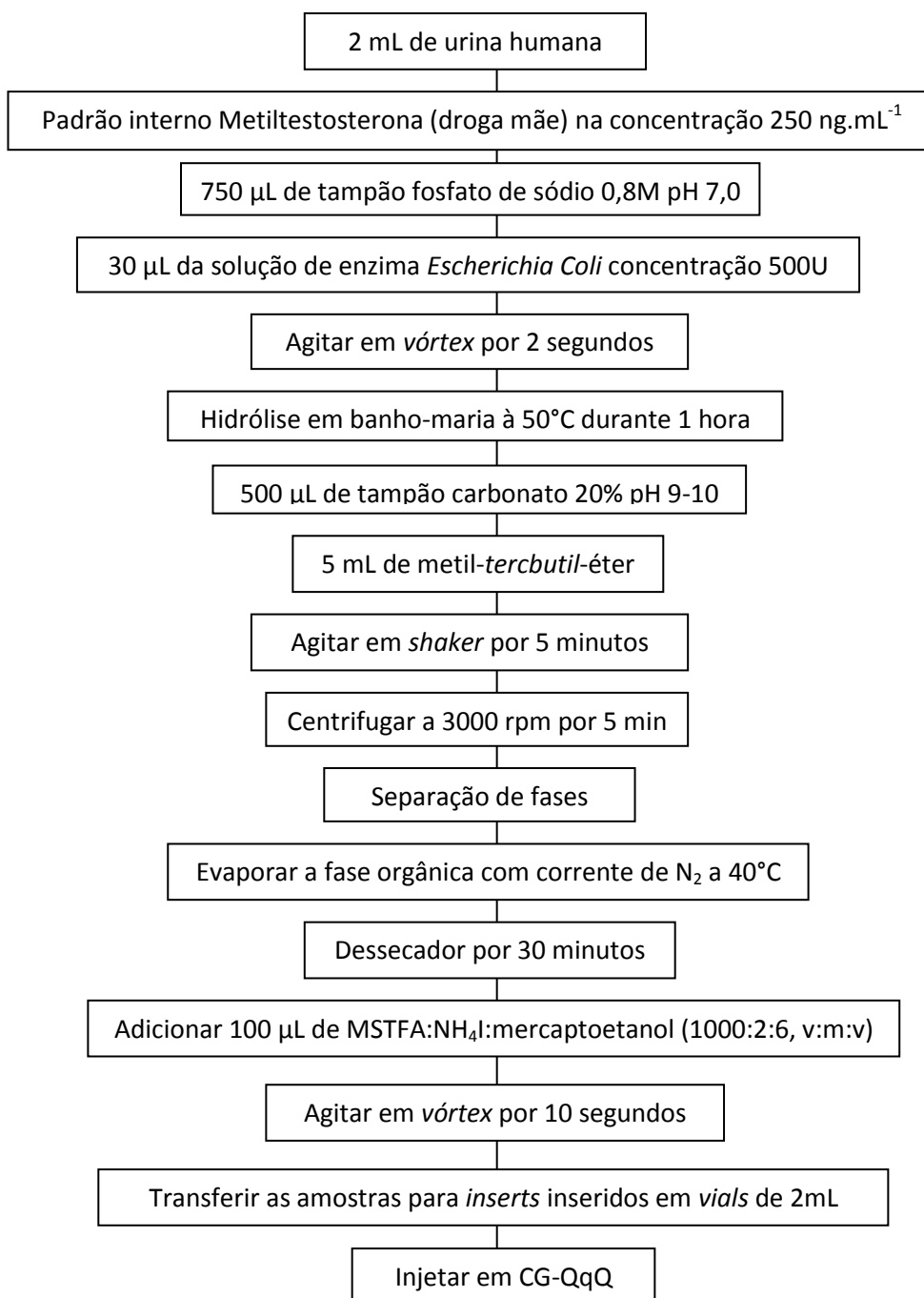


UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Cargo:
E-25 - Tecnólogo - Farmácia - Análise de esteroides

QUESTÃO 1:

O protocolo de preparação de amostra para análise de esteróides anabólicos para fins de controle de dopagem envolve uma série de etapas que exigem conhecimento a respeito das principais técnicas utilizadas em laboratórios que trabalhem com análise de fármacos em fluidos biológicos. Considere o fluxograma e responda as questões a seguir:





UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

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

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Para avaliar a recuperação do método de extração.	1

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

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Garantir o funcionamento da enzima <i>E. coli</i> .	1

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?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
A função da hidrólise é promover a desconjugação dos metabólitos conjugados formados a partir da fase II do metabolismo. A enzima cliva a ligação glicosídica existente entre analito e o ácido glicurônico.	1

Item D) Qual a função do tampão carbonato 20% pH 9-10?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Manter o pH das amostras entre 9,0 - 10,0, garantindo que os analitos não estejam na forma ionizada.	1

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

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
<i>terc</i> -butil metil-éter	1



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

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

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
<ul style="list-style-type: none">- Observar se houve completa separação entre as fases (orgânica e aquosa).- Observar se houve a formação de emulsão.- Transferir, com auxílio de pipeta paster, o máximo de fase orgânica, sem remover parte da fase aquosa.	2

Item G) Descreva detalhadamente o preparo da mistura derivatizante composta por MSTFA:NH₄I:mercaptoetanol (1000:2:6, v:m:v).

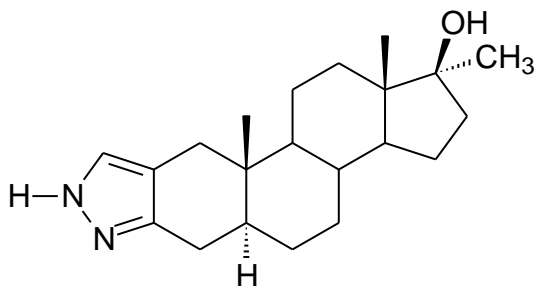
Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
<ul style="list-style-type: none">- Transferir por intermédio de uma espátula uma massa de NH₄I superior a 1mg para um frasco ou pesa filtro.- Colocar o frasco estoque ou pesa filtro dentro de um béquer. Tampar o béquer com um vidro de relógio e levá-lo a estufa previamente ajustada a uma temperatura de 100°C.- Após 30 minutos retire o béquer da estufa, tampe o frasco estoque ou pesa filtro e coloque o conjunto béquer, frasco estoque ou pesa filtro em um ambiente climatizado onde se procederá a operação de pesagem.- Separe um frasco âmbar de rosca (frasco de pesagem) com sua respectiva tampa e uma espátula pequena. Coloque-os no mesmo ambiente climatizado onde ocorrerá a pesagem.- Aguarde o tempo necessário para que a temperatura do conjunto citado se estabilize com a temperatura do meio.- Coloque o frasco (frasco de pesagem) que conterà a massa do sólido por pesar no centro do prato da balança analítica e tare a balança.- Abra o frasco estoque ou pesa filtro, que contém o sólido e rapidamente por intermédio da espátula pequena citada anteriormente transfira uma quantidade de NH₄I para o frasco de pesagem.- Após a adição da massa e a operação de fechamento da câmara de pesagem da balança analítica deve-se fechar imediatamente o frasco estoque ou pesa filtro, para que o sal não absorva umidade.- Ao final da pesagem, tampe o frasco de pesagem, o frasco estoque ou pesa filtro.- Antes de executar esta etapa, verifique se existe algum banho de aquecimento termostatizado (banho seco) ligado e ajustado para uma temperatura de 60°C.- A solução deve ser executada obrigatoriamente dentro de uma capela cujo exaustor esteja em condições satisfatórias de funcionamento.- Abra o frasco do MSTFA- Utilizando uma pipeta volumétrica contenha um volume de MSTFA.- Abra rapidamente o frasco de pesagem e transfira o volume de MSTFA para o mesmo frasco.- Tampe o frasco de pesagem assim como o frasco do MSTFA.- Abra o frasco de 2-mercaptoetanol.- Contenha o volume de 2-mercaptoetanol.	3



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

QUESTÃO 2:

O Estanozolol é um dos esteróides anabólicos mais encontrados na urina dos atletas no âmbito do controle de dopagem no esporte. Este composto é metabolizado em grande extensão e seus metabólitos podem ser detectados em urina por um período de tempo mais longo que a droga mãe. A partir da droga mãe, abaixo representada, responda as seguintes questões:



Item A) Quais os principais metabólitos do Estanozolol, descritos na literatura? Justifique sua resposta, usando as reações conhecidas referentes ao metabolismo de esteróides.

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Utilizar os últimos artigos sobre metabolismo do Estanozolol para resposta. Justificar a resposta utilizando as reações de metabolismo de esteróides.	10

Item B) Elabore um experimento para confirmar os metabólitos indicados na resposta anterior.

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
O experimento sugerido deve envolver obrigatoriamente a cromatografia acoplada a espectrometria de massas de forma a refletir o estado da arte das técnicas. Também serão aceitas respostas onde a síntese dos metabólitos esteja envolvida.	30

Item C) Qual técnica, entre a CG-EM (quadrupolo único e / ou triplo) e a CL-EM-EM (ESI) poderia ser escolhida para análise desses compostos? Em qual situação o uso de ambas se faz necessário?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Ambas de acordo com o metabólito monitorado.	10



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

QUESTÃO 3:

É notório que a Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas com Ionização Eletrônica (EI) é a técnica de escolha para análise de agentes anabólicos em urina humana. Sobre a Cromatografia Gasosa, responda as questões a seguir:

Item A) Ao considerar um injetor do tipo aquecido, operando com divisão de fluxo (*split*), com câmara de vaporização com volume interno de 1 mL, vazão na coluna de 1 mL/min e fluxo na purga do divisor de 100 mL/min (razão nominal de divisão 100/1), qual o tempo necessário de transferência da alíquota da amostra, da câmara de vaporização para o capilar?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
0,6 segundos	5

Item B) Ao considerar um injetor do tipo aquecido, operando sem divisão de fluxo (*splitless*), com câmara de vaporização com volume interno de 1 mL, vazão na coluna de 1 mL/min e com a purga do divisor fechada, qual o tempo necessário de transferência da alíquota da amostra, da câmara de vaporização para o capilar?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
60 segundos	5

Item C) Em qual dos casos, injeção com divisão de fluxo e injeção sem divisão de fluxo, aconteceria o alargamento no tempo?

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Injeção sem divisão de fluxo.	10

Item D) O que é o alargamento no tempo? Explique detalhadamente sua resposta.

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
É o alargamento de banda inicial da amostra, que causa um espalhamento dos componentes da alíquota antes de chegarem na fase estacionária.	10



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
Concurso Público para provimento de vagas de cargos Técnico-Administrativos – Edital 342/2013
Chave de Correção da Prova Prática

Item E) Quais abordagens podem reverter o alargamento de banda no tempo? Explique detalhadamente sua resposta.

Chave de Correção	
Resposta	Qtde de Pontos
Captura a frio e efeito do solvente (explicação pela teoria dos fenômenos).	10