



VALIDAÇÃO DE UM MÉTODO PARA ANÁLISE DE FORMULAÇÕES COMERCIAIS DE IVERMECTINA INJETÁVEL COM BASE NO GUIA DE VALIDAÇÃO E CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA PARA FÁRMACOS EM PRODUTOS PARA ALIMENTAÇÃO ANIMAL E MEDICAMENTOS VETERINÁRIOS

Kowalski, C.H.¹; Queiroz, H.M.²; Rath, S.¹

¹ Departamento de Química Analítica – Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, e-mail: claudia.schroder@agricultura.gov.br

² Unidade de Contaminantes Inorgânicos – Laboratório Analítico Agropecuário (Lanagro-SP), Ministério da Agricultura, Campinas, São Paulo.

Recentemente, a Coordenação Geral de Apoio Laboratorial (CGAL) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) publicou um Guia de Validação com vistas a nortear as validações a serem desenvolvidas no contexto da fiscalização de medicamentos veterinários. Existe uma demanda muito grande no que diz respeito a essa fiscalização considerando que esses produtos são permitidos e sua utilização deve ser controlada, pois seu uso inadequado pode resultar em resíduos de fármacos no produto final, ou seja, no alimento. Visando suprir uma das demandas mais urgentes, que é a determinação de ivermectinas e dar apoio laboratorial às ações da fiscalização, foi realizada a validação de um método para a determinação deste antiparasitário em formulações injetáveis, usando a cromatografia líquida de alta eficiência com detector de arranjo de fotodiodos. A separação foi realizada em modo isocrático em coluna octadecil (Purospher STAR RP-18e 4,0 x 55 mm, 5 mm; Merck) e fase móvel metanol:água 83:17 v/v. A vazão foi de 1 mL min⁻¹ e a quantificação foi realizada em 245 nm. Os parâmetros de validação avaliados foram a seletividade (avaliação da pureza de pico), linearidade (curva analítica no solvente, 5 níveis de concentração, 3 replicatas independentes e duplicata de injeção; Teste de resíduos e Jackknife para avaliar a presença de *outliers* e Teste de Levene para avaliar a homoscedasticidade dos dados), efeito matriz (curva analítica no solvente e curva de adição-padrão, 5 níveis, 6 replicatas independentes; comparação dos resultados usando Teste F seguido de Teste t), precisão (repetitividade: método de adição-padrão, 5 níveis, 6 replicatas independentes; reprodutibilidade intermediária: método de adição-padrão, 5 níveis, 6 replicatas independentes, três dias diferentes), veracidade (mediante teste de recuperação) A amostra comercial analisada não apresentou efeito matriz quando comparada com a análise do princípio ativo no solvente. O método foi linear na faixa estudada e apresentou seletividade, no entanto, apresentou alguns dados de precisão acima de 2 % e de exatidão fora dos limites da faixa de 98-102 %. Os resultados obtidos estão em conformidade com as orientações do Guia de Validação e da monografia oficial 1336 da Farmacopéia Britânica e alguns ajustes deverão ser realizados para a implementação das análises de rotina.