

PROGRAMA DE LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD

Carrera: Tecnicatura Universitaria en Química

Materia: Laboratorio de Control de Calidad

Núcleo: Núcleo Avanzado Obligatorio

Docente: Lic. en Química Esteban Nordi

Carga Horaria Semanal: 4 horas semanales.

Asignaturas previas necesarias para favorecer el aprendizaje: Química Analítica / Química Orgánica / Estadística Aplicada.

PROGRAMA DE LA MATERIA:

OBJETIVOS

Que los alumnos logren:

- Manejar conceptos y técnicas de muestreos de diversas sustancias químicas, materiales y diversos productos con distinta composición
- Comprender y poder realizar ensayos analíticos de química clásica como así instrumental, comprendiendo la aplicación de estos métodos en diversos materiales.
- Comprender los cálculos necesarios para poder expresar resultados analíticos y manejo de datos. Estudio de resultados fuera de especificación y/o tendencia (OOS/OOT)
- Diseñar ensayos de Validación de metodología analítica a fin de comprobar robustez de las metodologías usadas aplicando criterios básicos estadísticos (Test Student, Análisis de ANOVA, etc)
- Poder realizar presentación de informes analíticos sacando conclusiones sobre los resultados obtenidos.
- Comprender los criterios de estabilidad de productos y/o sustancias activas de manera de poder inferir tendencias en el tiempo, asignación de vencimientos y/o inferir posibles sustancias de degradación que alteren la vida útil de la sustancia.

CONTENIDOS MINIMOS:

- I) TOMA DE MUESTRAS
- II) PREPARACION DE LAS MUESTRAS PARA EL ANALISIS
- III) ENSAYOS CUALITATIVOS Y DETERMINACIONES CUANTITATIVA ALITATIVAS CLASICAS
- IV) VALIDACION DE LOS METODOS ANALITICOS, ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE
- V) MATERIALES DE REFERENCIA
- VI) CALIBRACION Y MANTENIMIENTO DE EQUIPOS

- VII) PRESENTACION DE DATOS
- VIII) ESTUDIOS DE ESTABILIDAD

PROGRAMA ANALITICO

- I) TOMA DE MUESTRAS
Criterios de muestreo. Muestreo por atributos y variables. Criterio de AQL (Acceptable Quality level). Muestreo de sustancias líquidas, sólidas y semisólidas. Elementos de muestreo, seguridad en el muestreo, áreas adecuadas de muestreo. Uso de flujo laminares.

- II) PREPARACION DE LAS MUESTRAS PARA ANALISIS
Preparación de muestras previa al análisis de un determinado analito. Extracción en fase acuosa. Extracción en fase no acuosa. Extracción en fase solida. Tratamiento de muestras complejas, derivatización post y pre columna en cromatografía líquida y gaseosa. Métodos de separación pre análisis, centrifugado, cromatografía en placa (TLC), re-cristalización.

- III) ENSAYOS CUALITATIVOS Y DETERMINACIONES CUANTITATIVA ANALICAS CLASICAS
Diferenciación entre distintas metodologías analíticas Cual y Cuantitativas aplicadas en diversas muestras, solidas, líquidas y gaseosas, analitos simples y complejos, ej: proteínas. Descripción de ensayos de identificación de analitos, ensayos de Valoración y determinaciones de Trazas. Aplicación de metodología analíticas clásica como instrumental: Volumetría / Gravimetría / HPLC/ CGL, FTIR, NIR, RAMAN, etc. Análisis de Aguas de diversas calidad (Potable o de red, pozo, agua grado farmacéutico, PW, WFI, desechos). Diferenciación entre determinaciones off-line, on-line, at-line e in-line.

- IV) VALIDACION DE LOS METODOS ANALITICOS, ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE
Descripción y diseño de performance de validación en distintas metodologías analíticas: Linealidad, Rango, LOD, LOQ, Precisión: Repetibilidad, Precisión Intermedia, Exactitud, Robustez en metodología Cual y cuantitativa, instrumental o no instrumental. Aplicación de criterios internacionales, ICH (International Conference on Harmonisation), USP (farmacopea Americana). Criterios de validación reducida en transferencia analítica validada (Criterio de Verificación USP). Utilización de cálculos estadísticos, Test student, Análisis de Anova, Intervalos de confianza, RSD%, etc.

- V) MATERIALES DE REFERENCIA
Estandares primarios, estandares secundarios, stanadares de trabajo, Criterios normativa ANMAT 2819/2004. Estandares de referencia trazeables al NIST

(National Institute of Standard and Technology). Soluciones Valoradas, criterios de vencimiento, estabilidad de la soluciones. Caracterización de moléculas no compendiadas a ser usadas como estándares de trabajo. Pesas patrones. Biblioteca de IR, NIR, Raman, etc. Sustancias patrones para valoración de soluciones.

VI) CALIBRACION Y MANTENIMIENTO DE EQUIPOS

Calibración de equipos, calificación de equipos simulación de uso. DQ/IQ/OQ/PQ (Desing Qualification / Intallation Qualification/ Operation Qualification / Performance Qualification). Plan de mantenimiento preventivo de equipos/Plan de calificación, calibración. Verificación diaria de instrumentos, ej: Balanzas, pH-metros, conductímetro, etc. Cartas de control.

VII) PRESENTACION DE DATOS

Realización de Informes analíticos, curvas de tendencias. Gráficos. Conclusiones. Manejo de herramientas informáticas, Excel, Word , power point. Análisis de indicadores de gestión básicos, Lead time, Backlog, etc. Análisis de resultados OOS/OOT.

VIII) ESTUDIOS DE ESTABILIDAD

Zonas climáticas. Estudios de estabilidad en productos terminados y APIs (Active products Ingredients) Estudios de estabilidad acelerado, importancia y inferencia de resultados. Predicción de vida útil. Breve reseña a la cinética química de los analitos. Cámaras de estabilidad. Importancia de la robustez de la metodología analítica para resolver productos de degradación. Importancia del material de packaging.

BIBLIOGRAFÍA OBLIGATORIA

- Control de Calidad, 8va Edición, Pearson
Autor: Besterfield Dale H. o similar
- Guía ICH Q2R1 “Validación de Procedimientos Analíticos”
- ICH Q3 “Guía de Impurezas”
- USP (Farmacopea Americana) versión vigente.
- Eur Ph. Versión vigente
- Disposición ANMAT 2019/2004
- Disposición ANMAT 3602/2018
- Farmacopea Argentina Versión 7ma.
- Guías de Gestión de Calidad: ISO 9001 y equivalentes: Ej GMP (Good Manufacturing Pratices), GLP (Good Laborotoring Practices).

BIBLIOGRAFÍA CONSULTA

- Química analítica general, cuantitativa e instrumental, 1991
Autor: Bermejo Martínez, Francisco o similar
- Index Merck
- Química Orgánica: Morrison and Boyd o similar
- Estadística Matemática con Aplicaciones, 7ma Ed, Mendenhall o similar
- IP (Institute of Petroleum, specifications and methods)

ORGANIZACIÓN DE CLASES:

- Clases teóricas-Prácticas
- 2 prácticas de Laboratorio
- 1 trabajo Práctico con exposición y defensa oral (1er examen)
- 1 parcial integrador escrito.

La Aprobación de la materia ocurrirá con el Aprobado de todas las instancias de evaluación planteadas, con sus consecuentes instancias de recuperación planteadas en el cronograma adjunto.

CRONOGRAMA DE LA MATERIA:

CLASE	Teórico/Práctico: Resol. Problemas, Laboratorio/Otros	TEMAS
1	Teórico	Introducción a Control de Calidad. Industrias reguladas y no reguladas. Entes regulatorios, beneficios y desventajas de las regulaciones. Control de calidad en procesos continuos y no continuos. Normativas de calidad vigentes. ISO 9000/1, GMP, BPL.
2	Teórico-Práctico	Muestreo, elementos de muestreo, tipo de muestras. Muestreo a granel, criterios de muestreo, por variables AQLs. Situaciones problemáticas, resolución de problemas.

3	Teórico	Preparación de muestras para análisis: Diversos métodos de extracción, cromatografía en placa, TLC, derivatización de analito.
4	Practico	Preparación de muestras: situaciones problemáticas, resolución de problemas.
5	Teórico	Ensayos Cualitativo-Cuantitativos: Identificación de analitos, ensayos límites de trazas, valoración, análisis de trazas.
6	Practico	Ensayos Cualitativo-Cuantitativo: Resolución de problemas.
7	Practico	Pautas de trabajo documental, trabajo en aula sobre trabajo, inicio de TP.
8	Laboratorio	Practica de LABORATORIO 1: Determinación de Polidimetilsiloxano en Simeicona por IR (Aplicación de ley de Lambert Beer en una metodología no tradicional para cuantificar. Presentación Informe.
9	Teórico-Practico	Validación de metodología analítica. Realización de Protocolo de Validación, situación problemática, Consulta sobre TP N° 1. Explicación TP N°2 Validaciones
10	1er Examen *	Exposición y defensa de TP N° 1
11	Teórico-Practico	Materiales de referencia / Calibración de equipos
12	Laboratorio	Practica de LABORATORIO 2: Análisis HPLC de producto farmacéutico, VALORACION. Presentación informe
13	Recuperatorio 1er Examen	Recuperación de 1er Examen, consultas para examen integrador
14	2do Examen *	Exposición y TP N° 2
15	Teórico	Estudio de estabilidad finalización
16	Practico	Presentación de datos, graficas, informes.
17	Recuperación Parcial Integrador	RECUPERATORIO Parcial Integrador
18	Practico	Consultas sobre temas tratados. Fin de cursada

Notas:

* Aprobación de la asignatura según Régimen de Estudios de la Universidad Nacional de Quilmes (Res. CS 201/18, artículos 9° al 16°):

La aprobación de la materia bajo el régimen de regularidad requerirá: Una asistencia no inferior al 75 % en las clases presenciales previstas, y cumplir con al menos una de las siguientes posibilidades:

(a) la obtención de un promedio mínimo de 7 puntos en las instancias parciales de evaluación y de un mínimo de 6 puntos en cada una de ellas.

(b) la obtención de un mínimo de 4 puntos en cada instancia parcial de evaluación y en el examen integrador, el que será obligatorio en estos casos. Este examen se tomará dentro de los plazos del curso.

Los/as alumnos/as que obtuvieron un mínimo de 4 puntos en cada una de las instancias

parciales de evaluación y no hubieran aprobado el examen integrador mencionado en el Inc. b), deberán rendir un examen integrador en las instancias que la UNQ destine para tal fin.

Modalidad de evaluación de exámenes libres:

En la modalidad de libre, se evaluarán los contenidos de las asignaturas en un examen escrito, un examen oral e instancias de evaluación similares a las realizadas en la modalidad presencial. Los contenidos a evaluar serán los especificados anteriormente incluyendo demostraciones teóricas, laboratorios y problemas de aplicación.