# DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO S-FENILMERCAPTÚRICO (SPMA) URINÁRIO UTILIZANDO SPE E HPLC-MS.

JENNIFER REZENDE (Autor), RAFAELA DE PAIVA GOMES (Autor), MAURICIO XAVIER COUTRIM (Orientador), ROBSON JOSE DE CASSIA FRANCO AFONSO (Colaborador)

A exposição humana ao benzeno é um problema global de saúde, uma vez que se trata de um composto comprovadamente carcinogênico. Uma maneira para se avaliar o grau de exposição humana ao benzeno consiste na determinação das concentrações urinárias de seus metabólitos. A determinação do ácido S-fenilmercaptúrico urinário (u-SPMA) possui a vantagem deste ser um metabólito específico do benzeno. O objetivo dessa pesquisa foi a obtenção de um método analítico suficientemente sensível para a determinação do u-SPMA usando a técnica de cromatografia líquida de ultra alta eficiência acoplada a espectrometria de massas sequencial (UHPLC/MS/MS), a tandem-MS, do tipo triplo quadrupolo usando fonte de ionização por eletronebulização. Através de injeções diretas de uma solução padrão de SPMA 10,0 mg/L no espectrômetro de massas, foram otimizadas as seguintes condições com base na intensidade do sinal do íon 109,00 m/z, específico do SPMA: temperatura da linha de dessolvatação (250 oC), gás de nebulização (N2 a 3,0 L/min), temperatura do bloco de aquecimento (400 oC), fluxo do gás de secagem (N2 a 15 L/min) e voltagem da interface (-4,5 kV). Para otimização da coluna cromatográfica e composição de fase móvel diversas condições analíticas foram avaliadas. Injetou-se 10µL de uma solução de SPMA 50µg/L e obtiveram-se as seguintes condições otimizadas: coluna PhenomenexKinetex C18 (150 × 2,1mm; 2,6µm), pré-coluna Phenomenex C18 (4mm x 3mm) e fase móvel ácido acético aquoso 1% (A), ácido acético metanólico 1% (B) a 10% de B em 3 min., 10 a 95% de B de 3 a 15 min., 95% de B de 15 a 18 min., 95 a 10% de B de 18 a 20 min. e 10% de B até 25 min. Nessas condições foram obtidos cromatogramas com eluição do SPMA a 9,5 min com boa resolução e tempo total de análise igual a 25 min. O método desenvolvido se mostrou adequado para a determinação pretendida e o mesmo está sendo validado na continuação do projeto. Agradecimentos a UFOP e a CAPES pelo apoio financeiro.

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Ouro Preto