

## **Validação de Método Analítico para Determinação de Ácido S-Fenilmercaptúrico (SPMA) Urinário por HPLC-MS**

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

O benzeno é uma substância potencialmente carcinogênica presente na atmosfera devido majoritariamente às fontes de emissão antropogênicas. Alguns metabólitos do benzeno são utilizados como marcador biológico de exposição (MBE) a esse xenobiótico e o ácido S-fenilmercaptúrico urinário (u-SPMA) é um bom MBE para avaliar exposição humana ao benzeno porque possui a vantagem de ser um metabólito específico do benzeno. Sendo assim, o objetivo dessa pesquisa foi a obtenção de um método analítico suficientemente sensível para a determinação do u-SPMA utilizando a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) acoplada a espectrometria de massas sequencial (tandem-MS) do tipo triplo quadrupolo com uma fonte de ionização por eletronebulização como técnica analítica. Dentre as diversas condições cromatográficas avaliadas a melhor condição foi encontrada empregando uma coluna Phenomenex Kinetex C18 (150 × 2,1 mm; 2,6 μm) e uma pré-coluna Phenomenex C18 (4 mm x 3 mm) e, como fase móvel, ácido acético aquoso 1% (Solução A) e ácido acético metanólico 1% (Solução B), com o seguinte gradiente de eluição: 1% de B por 1 min., de 1% a 85% de B até 8,5 min., de 85% a 95% de B até 9,5 min., mantendo em 95% de B até 12 min., de 95% a 1% de B até 13 min., mantendo em 1% de B até o final da análise (15 min.). Com o auxílio do software LabSolutions LCMS-Shimadzu o espectrômetro de massas foi ajustado para fornecer a maior intensidade para o sinal do íon específico do SPMA (m/z = 109,00). Os cromatogramas obtidos no modo de Monitoramento de Reações Múltiplas (MRM) nessas condições apresentaram os picos bem separados. O método desenvolvido e validado apresentou linearidade ( $R^2 > 0,999$ ), precisão (CV menor do que 5,9%) e exatidão (recuperação entre 97,0% e 105,0%) adequadas. O limite de detecção (LOD), de 10,0 ng.L<sup>-1</sup>, e o limite de quantificação (LOQ), de 35,0 ng.L<sup>-1</sup>, estão dentre os mais baixos reportados na literatura.

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Ouro Preto