

# PARÂMETROS DE VALIDAÇÃO DE MÉTODO CROMATOGRÁFICO PARA MONITORAMENTO DE EXPOSIÇÃO OCUPACIONAL AO CHUMBO

Matheus S. Goveia (IC)<sup>1</sup>, Ana C. Mainardi (IC)<sup>1</sup>, Felipe A. Gorla (IC)<sup>1</sup>, Andrea Diniz (PQ)<sup>2</sup>, Monica B. Paoliello(PQ)<sup>1</sup>, Suzana L. Nixdorf (PQ)<sup>1</sup>

1. Departamento de Química - Universidade Estadual de Londrina/PR – matheussampaio.quimica@gmail.com

2. Universidade Estadual de Maringá/PR

Palavras Chave: HPLC, ALA-U, contaminação, bio-indicador, urina.

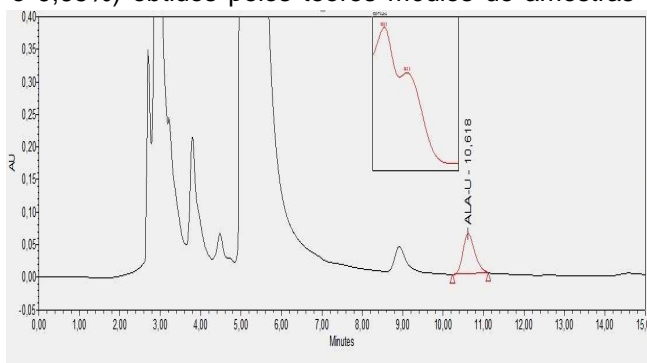
## Introdução

O chumbo é muito utilizado em processos industriais, e como, um metal pesado, produz sérias contaminações ocupacionais. Buscar meios de prognósticos mais rápidos e eficientes pode se tornar vital para os trabalhadores expostos. O chumbo inibe a síntese da hemoglobina que acaba acarretando um acúmulo de alguns substratos e excreção urinária de ácido  $\delta$ -aminolevulínico (ALA-U)<sup>1</sup>. Os níveis do ácido  $\delta$ -aminolevulínico urinário (ALA-U) vem sendo utilizado como bio-indicador da contaminação por chumbo. Na prática, os métodos espectrofotométricos têm sido os mais aplicados na determinação de ALA-U, enquanto métodos considerados mais específicos e sensíveis como a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC), tem sido desenvolvidos mais recentemente. O objetivo do presente estudo foi desenvolver e validar metodologia analítica para determinação do ALA-U por HPLC/UV/VIS-PAD na urina de indivíduos contaminados ocupacionalmente por chumbo, coletadas no Hospital Universitario da UEL em Londrina.

## Resultados e Discussão

O método foi validado tendo como base as técnicas descritas por Caldeira e colaboradores (2000)<sup>2</sup>, Okayama e colaboradores (1990) e Ogata & Taguchi (1987)<sup>3</sup>. Na Figura 1 pode ser visto um cromatograma destacado o pico correspondente do ALA-U e seu espectro, as análises foram realizadas no HPLC Waters Alliance e2695, com um detector PAD Waters modelo 2998. Utilizou-se uma coluna Waters ODSI C-18 (150 x 4,6 mm) com partículas de 5  $\mu$ m, fase móvel acetonitrila:H<sub>2</sub>O acidificada 0,2% com ácido acético na proporção (80:20, v/v) com vazão de 1,0 mL min<sup>-1</sup>. O volume de injeção foi de 20,0  $\mu$ L e a detecção foi feita em 260 nm. As curvas de calibração na matriz biológica apresentaram um coeficiente linear superior a  $r^2 > 0,99$ , indicando que a urina não interfere na linearidade do sistema desenvolvido. Os cromatogramas obtidos mostraram boa seletividade apresentando tempo de retenção em torno de dez

minutos. O limite de detecção e quantificação teóricos foram estimados a partir da relação 3 e 10 vezes o sinal/ruído com valores de  $1,62 \times 10^{-2}$  mg L<sup>-1</sup> e  $5,40 \times 10^{-2}$  mg L<sup>-1</sup>, respectivamente. O limite de quantificação ainda foi determinado experimentalmente e apresentou um valor próximo ao valor teórico de  $7,81 \times 10^{-2}$  mg L<sup>-1</sup>. O método demonstrou-se viável com taxa de recuperação de 102,3% e precisão de 4,69%. A exatidão foi comprovada pelos coeficientes de variação (12,28% e 9,65%) obtidos pelos teores médios de amostras



diferentes realizadas em duplicata por 3 analistas diferentes.

Figura 1. Cromatograma com o espectro do ALA-U.

## Conclusões

Conclui-se que o método é adequado para análise de contaminação em prognósticos por chumbo usando HPLC e o bio-indicador ALA-U em urina.

## Agradecimentos



<sup>1</sup> DUC, M.; KAMINSKY, P.; KLEIN, M. In Encyclopedie medecine chirurgie toxicologiepathologie professionnelle. Paris : Editions Techniques, **1994**, 1-10

<sup>2</sup> Caldeira, C.; Mattos, R.C.O.C.; Meyer, A.; Moreira, J.C. Cad. Saúde Pública. **2000**, 16(1), 225.

<sup>3</sup> Ogata, M.; Taguchi, T. Int. Health. **1987**, 59, 385.