

Validasi Metode Analisis Akrilamida dan Glisidamida dalam Sampel Dried Blood Spot secara Kromatografi Cair Kinerja Ultra Tinggi Tandem Spektrometri Massa = Bioanalytical Method Validation for Quantification of Acrylamide and Glycidamide in Dried Blood Spot Using Ultra High Performance Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry

Amiral Hafidz, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20504324&lokasi=lokal>

Abstrak

Akrilamida merupakan senyawa karsinogen yang dapat ditemukan pada makanan, kopi, dan asap rokok. Ketika masuk ke dalam tubuh manusia, akrilamida akan dimetabolisme oleh CYP2E1 menjadi glisidamida yang kemudian dapat bereaksi dengan DNA membentuk DNA adduct. Analisis akrilamida dan glisidamida secara simultan dalam darah, teknik biosampling yang biasa digunakan adalah venipuncture yang bersifat invasif dan membutuhkan keahlian khusus. Pada penelitian ini, teknik biosampling yang digunakan adalah dried blood spot (DBS) yang mudah dan tidak invasif. Metode untuk menganalisis akrilamida dan glisidamida secara simultan menggunakan DBS belum pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya. Maka, penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode analisis akrilamida dan glisidamida secara simultan yang optimal dan tervalidasi dengan menggunakan propanamida sebagai standar internal. Sampel dipreparasi dengan pengendapan protein menggunakan metanol dan air (1:1). Pemisahan senyawa menggunakan kromatografi fase terbalik dengan kolom Acquity® UPLC BEH C18 (1,7 µm; 2,1 mm x 100 mm), dielusi dengan laju alir 0,20 mL/min dengan kondisi gradien dengan fase gerak 0,2% asam formiat dalam air dan asetonitril selama 5 menit. Deteksi analit dilakukan menggunakan spektrometri massa triple quadrupole dengan mode electrospray ionization positif dan multiple reaction monitoring (MRM) diatur pada m/z 72,0 > 55,02 untuk akrilamida, 88,1 > 44,0 untuk glisidamida, dan 74,01 > 57,1 untuk propanamida. Batas kuantitasi terendah yang diperoleh adalah 1 µg/ml untuk akrilamida dan glisidamida. Rentang konsentrasi linier antara 1 - 40 µg/ml. Metode analisis tervalidasi sesuai pedoman FDA 2018.

.....Acrylamide is a carcinogenic compound that can be found in food, coffee, and cigarette smoke. When it enters the human body, acrylamide will be metabolized by CYP2E1 to glycidamide which can then react with DNA to form DNA adducts. To analyze acrylamide and glycidamide simultaneously in the blood, the biosampling technique commonly used is venipuncture which is invasive and requires special expertise. In this study, the biosampling technique used is dried blood spot (DBS) which is easy and non-invasive. Methods for analyzing acrylamide and glycidamide simultaneously using DBS have not been carried out in previous studies. Therefore, this study aims to obtain an optimal and validated method of acrylamide and glycidamide simultaneous analysis using propanamide as an internal standard. Samples were prepared by protein precipitation using methanol and water (1: 1). Separation of compounds used reverse phase chromatography with the Acquity® UPLC BEH C18 column (1.7 µm, 2.1 mm x 100 mm), eluted at a flow rate of 0.20 mL/min under gradient conditions with a mobile phase of 0.2% formic acid in water and acetonitrile for 5 minutes. Quantification was performed using triple quadrupole mass spectrometry with positive electrospray ionization and multiple reaction monitoring (MRM) mode set at m / z 72.0 > 55.02 for

acrylamide, 88.1 > 44.0 for glycidamide, and 74.01 > 57.1 for propanamide. The lowest limit of quantification is obtained at 1 µg / ml for both acrylamide and glycidamide. The range of linear concentration is between 1 - 40 µg / ml. The analysis method is validated according to FDA 2018 guidelines.