



**E-26**

CONCURSO PÚBLICO 2014 - EDITAL Nº 342/2013

TECNÓLOGO - FARMÁCIA  
ANÁLISE DE PROTEÍNAS POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS

## PROVA PRÁTICA/DISCURSIVA

### Leia com atenção as Instruções

1. Você recebeu do fiscal um **caderno de respostas da prova prática/discursiva** e este **caderno de questões**.
2. É sua responsabilidade verificar se o nome do cargo informado neste **caderno de questões** corresponde ao nome do cargo informado em seu **caderno de respostas**.
3. Você dispõe de **4 (quatro)** horas para realizar a prova, incluindo a escrita no **caderno de respostas**.
4. Somente depois de decorrida uma hora do início da prova o candidato poderá entregar o seu **caderno de respostas** e retirar-se da sala de prova (Edital 342/2013).
5. Somente será permitido levar seu **caderno de questões** faltando uma hora para o término estabelecido para o fim da prova (Edital 342/2013).
6. Após o término de sua prova, entregue obrigatoriamente o seu **caderno de respostas** ao fiscal.
7. É terminantemente vedado copiar respostas, em qualquer fase do concurso público (Edital 342/2013).
8. Os 3 (três) últimos candidatos de cada sala somente poderão ser liberados juntos (Edital 342/2013).
9. Se você precisar de algum esclarecimento, consulte o fiscal.

### Somente após autorização para o início da prova:

1. Verifique, neste **caderno de questões**, se a numeração das questões e a paginação estão corretas.
2. Verifique, no **caderno de respostas**, se existem espaços suficientes para a transcrição das respostas de todas as **questões** existentes neste **caderno de questões**.

### Cronograma Previsto - Prova Prática/Discursiva

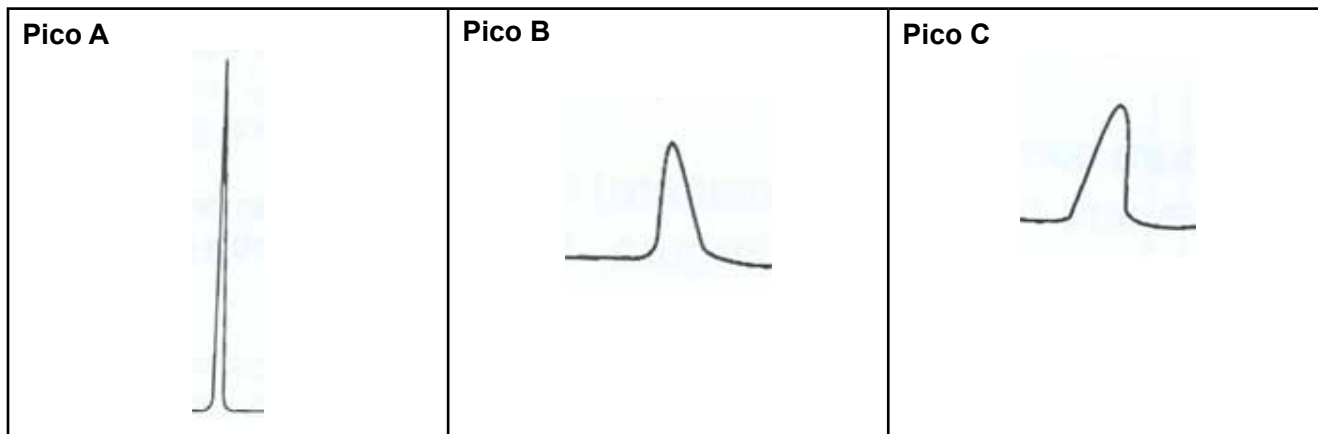
Divulgação do resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Disponibilização da imagem do caderno de respostas da Prova Prática/Discursiva	14/04/2014
Interposição de recurso contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	05 e 06/05/2014
Divulgação do resultado do julgamento dos recursos contra as questões e o resultado preliminar da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014
Divulgação do resultado final da Prova Prática/Discursiva	16/05/2014



**QUESTÃO 1**

A cromatografia gasosa (CG) é uma técnica extremamente difundida na análise de biomoléculas de peso molecular abaixo de 1000 Da. Dependendo das características físico-químicas dos analitos, etapas de derivatização podem ser necessárias para o sucesso da análise. Nesse contexto, a CG torna-se uma ferramenta útil na análise de aminoácidos. Colunas com fase estacionária 5% fenil – 95% dimetilpolisiloxano (30 m x 0,25 mm x 0,25  $\mu$ m) podem ser utilizadas, apresentando usualmente, grande eficiência de separação.

A Figura a seguir apresenta três picos cromatográficos obtidos em análises de aminoácidos: o pico “A” apresenta-se simétrico, os picos “B” e “C” apresentam deformações, o que potencialmente compromete a qualidade da análise.



Responda:

**Item A)** Que tipo de deformação é observada no pico “B”? Cite potenciais causas. Que intervenções/procedimentos são recomendados para solucionar esse tipo de problema?

**Item B)** Que tipo de deformação é observada no pico “C”? Cite potenciais causas. Que intervenções/procedimentos são recomendados para solucionar esse tipo de problema?

**Item C)** Descreva detalhadamente o procedimento para limpeza do injetor por vaporização aquecido, com e sem divisão de fluxo.

**QUESTÃO 2**

Atualmente, a espectrometria de massas é uma ferramenta formidável na análise de peptídeos e proteínas. Dessa forma, a espectrometria de massas tornou-se uma técnica poderosa na detecção de agentes dopantes baseados em cadeias peptídicas. A esse respeito, sabe-se que substâncias de alta massa molecular podem apresentar múltiplas cargas quando ionizadas via *electrospray*.

O espectro a seguir (Figura A) foi obtido a partir de uma amostra apreendida na mochila de um atleta. A suspeita é de que se trata de uma substância proibida pela Agência Mundial Anti-Dopagem. Testes preliminares garantiram que o material apreendido apresenta grau de pureza de 100%.

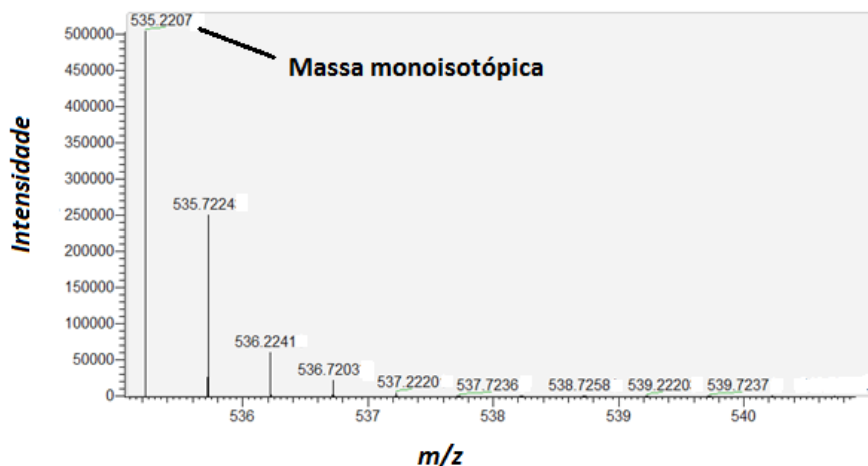


Figura A. Espectro de massas obtido em um analisador de massas do tipo Orbitrap com resolução de 70K. Aquisição em modo de ionização positivo.

Tabela 1. Massas moleculares monoisotópicas (teóricas) dos analitos A, B, C, D, E, F e G.

Substância Proibida	Massa Molecular Monoisotópica (teórica) em Daltons
Analito A	535,2208
Analito B	1068,4264
Analito C	1070,4415
Analito D	534,2128
Analito E	1605,6624
Analito F	2136,8830
Analito G	1066,3465

A partir dos dados disponíveis, responda:

**Item A)** Qual a carga apresentada pelo analito durante a análise por *electrospray* (padrão isotópico)? Justifique.

**Item B)** Dentre as opções apresentadas na tabela 1, indique a substância (Analitos A – F) que corresponde a amostra. Justifique.

Obs: Peso molecular do Hidrogênio 1,0078 Da.

**Item C)** Qual o erro (exatidão de massa) em PPM da análise?

### QUESTÃO 3

Nas últimas décadas, os avanços na espectrometria de massas de proteínas e peptídeos têm apresentado uma grande contribuição na caracterização de misturas complexas de proteínas, fundamentando o campo de pesquisa denominado de proteômica. Em contraste, a identificação de proteínas na ciência anti-dopagem é limitada à identificação de substâncias específicas classificadas como proibidas a atletas. Assim, o isolamento seletivo de proteínas alvo em matrizes biológicas é uma parte relevante da atividade anti-dopagem.

Em casos específicos, proteínas podem apresentar uma razão massa-carga que exceda o intervalo dinâmico (intervalo de massas) do instrumento. Cite duas abordagens permitidas pela Agência Mundial Anti-Dopagem para lidar com essa situação. Elabore um protocolo sucinto para ambas.

### QUESTÃO 4

O texto a seguir apresenta uma situação hipotética relacionada à atividade de controle de dopagem no esporte. Leia atentamente e responda ao que se pede sempre justificando à luz das normas da Agência Mundial Anti-Dopagem.

Situação hipotética:

Após a realização dos testes iniciais de análise, um analista suspeitou da presença de uma substância proibida a atletas. Como resultado, solicitou uma nova alíquota para análise, cujo método de confirmação inclui as técnicas de cromatografia em coluna e espectrometria de massas. A tabela a seguir apresenta, para o controle positivo e amostra, os dados de tempo de retenção ( $t_R$ ) e abundância relativa entre três íons diagnósticos, previamente escolhido durante o desenvolvimento e validação do método. Ressalta-se que no controle negativo, o analito não foi observado, não sendo possível, portanto, a avaliação do tempo de retenção e espectro de massas.

Tabela. Dados de tempo de retenção e abundância relativa entre três íons diagnósticos

	Controle Positivo	Amostra
$t_R$ (min)	3,00	2,95
Abundância Relativa (%) Íon diagnóstico 1 ( $m/z$ 634)	100	100
Abundância Relativa (%) Íon diagnóstico 2 ( $m/z$ 415)	70	63
Abundância Relativa (%) Íon diagnóstico 3 ( $m/z$ 233)	20	27

Imaginando-se no papel do analista e com base nos dados disponíveis, classifique a amostra em questão como presumível, adversa, atípica ou negativa. Justifique sua resposta.





UFRJ