

## **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA.**

Refere-se a presente patente de invenção, ao desenvolvimento de uma nova técnica analítica que se baseia no acoplamento de duas poderosas técnicas: a espectrometria de massas (MS) e a micro-extração em fase sólida (SPME). Como conseqüência, surgiu uma técnica híbrida chamada espectrometria de massas por introdução via fibra (FIMS).

Como é sabido, o sistema atualmente utilizado para injetar amostras via fibra (SPME), em um espectrômetro de massas, é cromatógrafo à gás (GC). A separação cromatográfica é a etapa lenta do processo total de análise em um GC-MS .

Entretanto, quando não se tem uma mistura muito complexa de analitos, a etapa de separação se torna desnecessária e a análise pode ser feita por inserção direta no espectrômetro de massas.

Esta técnica de introdução direta no espectrômetro de massas permite a identificação de compostos através dos íons moleculares e fragmentos específicos.

A eliminação do sistema cromatográfico no processo reduz o custo do aparelho, pois a análise pode ser feita apenas em um espectrômetro de massas com uma sonda de sólido adaptada para SPME.

Na presente invenção, um sistema de introdução de amostras em um espectrômetro de massas, via fibra, foi desenvolvido com o objetivo de analisar compostos voláteis (VOC), semi-voláteis (semi VOC) e não voláteis.

A extração de analitos pode ser feita diretamente em matrizes aquosa ou gasosa contendo concentrações muito baixas, na ordem de micro-gramas por litro (  $\mu\text{g/L}$ ) e até reduzidos nano-gramas por litro (ng/L).

A análise das amostras através do sistema ora abordado mostrou-se cerca de dez vezes mais rápida, e mais versátil por não discriminar a análise de compostos polares, se comparada com a conhecida técnica de SPME-CG/MS.

Os limites de detecção observados, são melhores que os limites disponíveis na literatura para compostos de interesse ambiental como pesticidas e outros compostos de interesse químico e farmacológico.

Adicionalmente o tempo de análise também é reduzido e o processo simplificado.

Outra vantagem desta técnica é a ampla variedade de compostos polares e não voláteis, que representam classes de compostos de importância acentuada em vários ramos da química, bioquímica, ciências médicas e farmacológicas.

A **figura 1** ilustra o diagrama do sistema de introdução direta, via fibra, em um espectrômetro de massas. Um tubo de aço inox de  $\frac{1}{4}$  de polegada de diâmetro foi utilizado para a construção de um guia (A) para o "holder" de SPME. Um septo foi adaptado em uma de suas extremidades localizando-se a 1 cm da fonte (B) de ionização do espectrômetro de massas.

O "holder" consiste em um corpo de aço inox e um êmbolo de alumínio que tem a função de sustentar o sistema que contém a fibra. A agulha que protege a fibra (sistema de SPME) é introduzida no septo e localizada a 3 mm do filamento da fonte de ionização. A fibra é exposta entre dois filamentos para que ocorra a dessorção, a ionização dos compostos e sua posterior análise por massas.

A fonte de ionização padrão (B) foi utilizada com uma pequena modificação, onde uma das entradas de gás teve seu diâmetro aumentado para  $\frac{1}{2}$  polegada. A disposição dos dois filamentos da fonte de íons permite um aquecimento homogêneo da fibra utilizada garantindo que todo adsorvente seja aquecido.

O guia deve ser introduzido no espectrômetro de massas e fixado de modo que o septo sirva de interface ambiente/vácuo. Após a fibra adsorver seletivamente os compostos em água ou "headspace", ela é retraída para dentro da agulha, inserida através do septo e depois exposta entre os filamentos.

Os compostos a serem analisados são desorvidos da fibra através do aquecimento do filamento, ionizados diretamente pelo espectrômetro de massas através de suas razões  $m/z$ . Os analitos que estão sorvidos na fibra se desorvem em cerca de um por minuto.

## REIVINDICAÇÕES

5 1. **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, caracterizado por dispensar a utilização de cromatografia gasosa (CG) para separar os compostos antes da análise por espectrometria de massas.

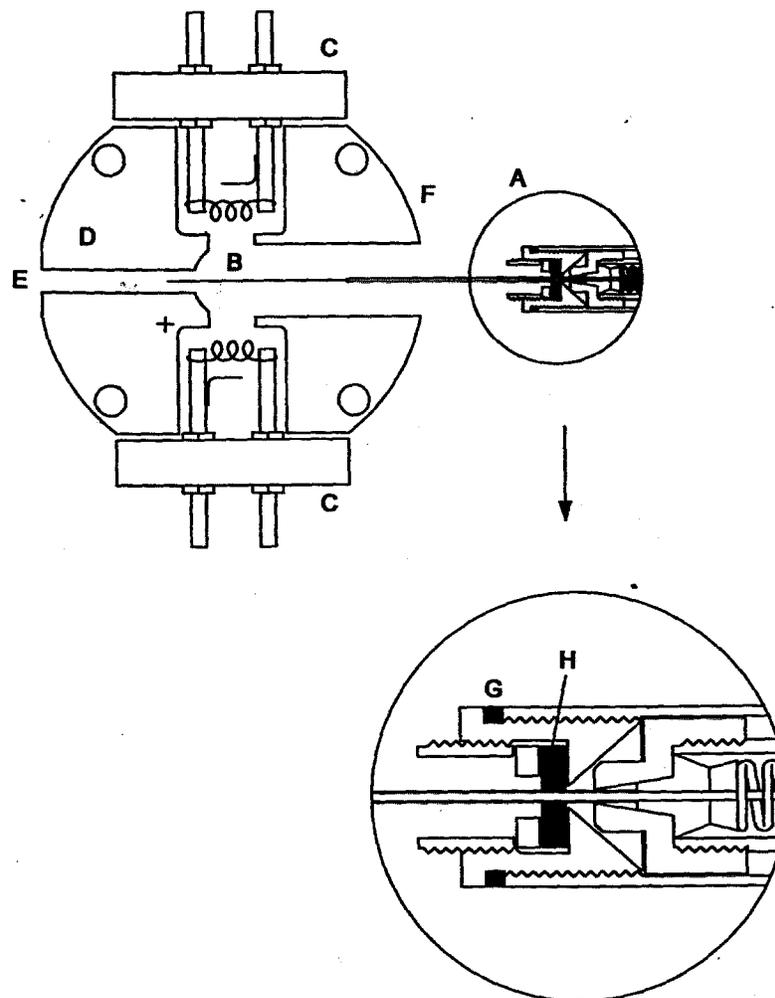
2. **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, caracterizado por apresentar uma velocidade nas análises de cerca de 10 vezes em relação ao sistema clássico utilizado (SPME-CG/MS).

10 3. **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, caracterizado por propiciar limites de detecção comparáveis e, eventualmente até superiores aos de SPME-CG/MS.

15 4. **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, caracterizado por permitir a análise de ampla variedade de compostos químicos de interesse ambiental, bioquímico, farmacológico e industrial.

20 5. **ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, caracterizado por simplificar a construção da sonda para SPME.

## Fonte de Ionização



**A – Sonda de SPME**

**B – Fibra**

**C – Filamento**

**D – Bloco da fonte de íons**

**E – Entrada de gases**

**F – Entrada de gases**

**G – “O-ring”**

**H – Septo**

Figura 1: Esquema do sistema de introdução via fibra.

## RESUMO

**ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR INTRODUÇÃO VIA FIBRA**, método que proporciona análise de amostras cerca de dez vezes mais rápida, maior variedade na análise de compostos químicos, às vezes apresenta limites de detecção superiores aos de SPME-CG/MS e simplicidade na confecção da sonda para SPME. Constituído por um guia que é introduzido no espectômetro de massas e fixado de modo que um septo sirva de interface ambiente/vácuo. Após a fibra adsorver seletivamente os compostos em água ou "headspace", ela é retraída para dentro da agulha, inserida através do septo e depois exposta entre os filamentos.

Os compostos a serem analisados são desorvidos da fibra através do aquecimento do filamento, ionizados por elétrons e analisados diretamente pelo espectrômetro de massas através de suas razões  $m/z$ . Os analitos que estão sorvidos na fibra se desorvem em cerca de um minuto.