

CRIAÇÃO DE UMA BIBLIOTECA DE ESPECTROS DE MASSA E ÍNDICES DE RETENÇÃO *HOME MADE* PARA IDENTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS VOLÁTEIS POR GC-MS

Caroline de Souza Lima, Stanislau Bogusz Junior

Universidade de São Paulo (USP), Instituto de Química de São Carlos (IQSC)

carolinesouza.lima@usp.br

Objetivos

A espectrometria de massas quadrupolar é essencial para identificar compostos voláteis, especialmente em química de alimentos. Normalmente, utiliza-se cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas quadrupolar com ionização por elétrons a +70 eV, gerando espectros de massa complexos e específicos. Embora existam bibliotecas comerciais de espectros de massa (como NIST e Wiley), estas são caras e muitas vezes incompletas para algumas pesquisas. Portanto, este estudo teve como objetivo criar uma biblioteca de espectros de massa personalizada com os padrões de compostos orgânicos voláteis disponíveis no laboratório. Além disso, para todos os analitos foram também obtidos os índices de retenção de temperatura programada, para auxiliar na identificação dos espectros de massa que, em alguns casos, são muito parecidos, como é o caso de alguns terpenos, estereoisómeros e isómeros posicionais, que frequentemente fornecem espectros de massa quase idênticos e, portanto, não são suficientes para a sua identificação.

Métodos e Procedimentos

Para a criação da biblioteca de espectros de massa *home made*, foi desenvolvido um banco de dados abrangendo 55 compostos voláteis disponíveis no laboratório. Esse banco inclui informações essenciais como nome, fórmula

molecular, classe química, número CAS e massa molar, para facilitar o processo de construção da biblioteca. Para cada padrão, foram pesados 10 mg dos padrões que foram então diluídos em 10 mL de uma mistura clorofórmio + metanol (1:1), preparando assim uma solução estoque com concentração de 1 mg/mL. As soluções padrão estoque foram então subsequentemente diluídas para alcançar uma concentração final de 100 mg/L e armazenadas em frascos âmbar com tampa de rosca e septo PTFE/silicone para garantir a estabilidade dos compostos. Com as soluções prontas, o equipamento (GC-MS Shimadzu 2010) foi configurado sob as seguintes condições cromatográficas: coluna capilar DB-5MS (30 m × 0,25 mm × 0,25 µm), injetor 250 °C, split 1:50, forno: iniciando a 60 °C com incremento de 3 °C/min até 240, permanecendo nesta temperatura por 5 min. Interface a 250 °C, EI +70 EV, m/z 35-350. Para o cálculo dos índices de retenção de temperatura programada foi utilizada uma solução de alcanos C8-C20 e a equação proposta por segundo Van Den Dool & Kratz. Os 55 padrões dos voláteis foram então injetados no GC-MS com auxílio de um auto injetor também da Shimadzu. Para avaliar e comparar a similaridade da biblioteca homemada nomeada de “FLAVOR-VOCs” com as bibliotecas comerciais, foi utilizada uma amostra real de polpas de frutas congeladas como: caju, goiaba, manga e maracujá. As extrações dos voláteis destas polpas de frutas foram

realizadas por HS-SPME conforme procedimento anteriormente otimizado em nosso grupo de pesquisa (fibra DVB/CAR/PDMS, 1 g de amostra, temperatura de extração de 35°C, tempo de equilíbrio 10 min e tempo de extração de 30 min).

Resultados

Para comparar a biblioteca de espectros de massa *home made*, FLAVOR-VOCs com a NIST08, elaboramos um passo a passo detalhado para sua criação e utilização (dados não apresentados neste resumo). Para comparar a similaridade da biblioteca FLAVOR-VOCs e NIST11, utilizamos o terpeno limoneno como exemplo (Figura-1).

