

## **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](mailto: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, estereoisômeros e isômeros 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 *homemade* 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).

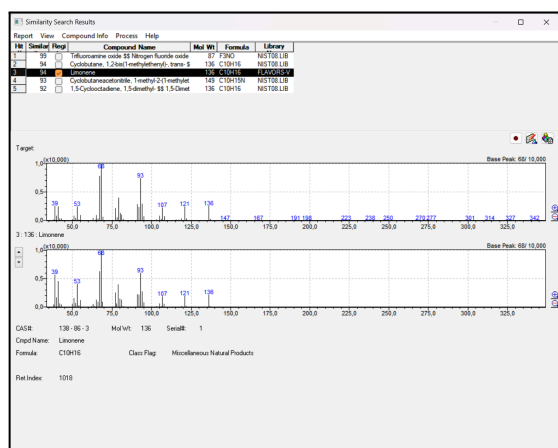


Figura 1: Comparação entre o índice de similaridade do espectro de massas do limoneno com a biblioteca FLAVOR-VOCs e NIST 08. Fonte: Autoria própria.

Esse procedimento, realizado para cada um dos 55 padrões de voláteis testados nos permitiu avaliar a precisão e confiabilidade dos espectros gerados, demonstrando a capacidade da biblioteca em identificar corretamente compostos voláteis. Além disso, ao avaliar os voláteis da mistura de polpa de frutas congeladas identificou-se 14 compostos em comum entre a biblioteca *home made* e a biblioteca comercial, na Tabela 1 é possível verificar quais compostos são esses e qual a porcentagem de similaridade para cada biblioteca.

Tabela 1: Similaridade entre a biblioteca FLAVOR-VOCs e NIST08 na identificação de voláteis de uma amostra de polpa de frutas.

Compostos	Similaridade biblioteca <i>home made</i> (%)	Similaridade biblioteca NIST08s (%)
2,3-butanodiona	93	94
Isovalerato de etila	96	91
3-hexen-1-ol	96	96
Etil-2-metilbutirato	98	95
Acetato de isopentila	97	97
Ocimeno	96	95
$\beta$ -pineno	93	91
Nonanoato de etila	97	94
Limoneno	94	93
Acetato de terpenila	91	90
Linalol	94	90
$\alpha$ -terpineol	96	95
Caprilato de etila	97	94
$\beta$ -ionona	94	94

## Conclusões

A biblioteca FLAVOR-VOCs demonstrou uma % de similaridade superior ou equivalente a biblioteca comercial NIST08 para identificar compostos voláteis. A biblioteca de espectros de massas *home made* permite uma atualização contínua e a expansão do acervo com a injeção de novos padrões que podem refletir diretamente as necessidades de pesquisa do laboratório.

## Agradecimentos

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo financiamento do projeto de pesquisa.

## Referências

- Charve, et al. Evaluation of instrumental methods for the untargeted analysis of chemical stimuli of orange juice flavor. *Flavour Fragrance J.* 2011, 26, 429–440.
- D' Acampora Zellner, et al. Gas chromatography–olfactometry in food flavour analysis. *Journal of Chromatography A*, 2008, 1186, 1-2, 123–143.
- Rubiolo, et al. Essential oils and volatiles: sample preparation and analysis: A review, *Flavour and Fragrance Journal*, v. 25, 5, p. 282-290, 2010.