

UFRJ - UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO



202

CONCURSO PÚBLICO - EDITAL Nº 411/2015

CADERNO DE QUESTÕES

PROVA DISCURSIVA

PESQUISADOR A-B/CROMATOGRAFIA E
ESPECTROMETRIA DE MASSAS (PADRÃO III)



UFRJ

Consulte o cronograma em <http://concursos.pr4.ufrj.br>

QUESTÃO 1

Na cromatografia em fase gasosa, as técnicas de injeção em vaporizador aquecido com e sem divisão de fluxo, respectivamente *split* e *splitless*, são as mais utilizadas formas de introdução de amostra em coluna capilar. Quais as características principais de cada uma das técnicas?

QUESTÃO 2

O ponto de partida para uma análise espectrométrica de massas é a formação de íons gasosos do analito. Muitas fontes de íons têm sido empregadas em espectrometria de massas moleculares. Estes métodos dividem-se em duas categorias principais de fontes: fontes de fase gasosa e fontes de dessorção. Nesse contexto, enumere as principais características da ionização por impacto de elétrons.

QUESTÃO 3

The software Microsoft Excel is an electronic sheet very helpful in the routine of a chemical laboratory. Name at least two applications of this tool in the routine work.

QUESTÃO 4

Maconha é uma das substâncias ilícitas mais utilizadas. Devido à sua ampla disponibilidade e uso, a maconha também é comumente encontrada em amostras de urina por laboratórios de toxicologia forense. Os compostos ativos dessa droga incluem canabinol (CBN), canabidiol (CBD) e os tetrahidrocanabinóis (THCs). Um método proposto por um desses laboratórios, utiliza extração em fase sólida (EFS) para o preparo das amostras (urina) e analisa por cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massa sequencial (CL-EM/EM). O procedimento de EFS foi desenvolvido utilizando o sorvente Hysphere C8-CE e a cromatografia líquida utilizou uma coluna Xterra MS C18, com uma duração total de análise de 10 min. As curvas padrão foram preparadas entre 6 e 500 ng/mL. O método foi desenvolvido e validado para análise dessas substâncias utilizando cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas sequencial utilizando ionização *electrospray* (CL-EM/EM).

Preparo das amostras

Amostras de urina (10 mL) foram misturadas com 0,010 mL de uma solução 10 µg/mL de três padrões internos deuterados e foram submetidos a hidrólise alcalina. As amostras foram alcalinizadas com hidróxido de potássio e aquecidas a 60°C por 15 minutos. Após alcançarem a temperatura ambiente, 0,15 mL de ácido acético glacial e 0,5 mL de solução tampão de acetato de sódio 0,1 M foram adicionados. O pH de cada amostra foi verificado para estar em 4,5 e 6,5 antes de transferir 1,0 mL para vial para realizar a EFS *online* e ser injetada num sistema de CL-EM/EM.

Instrumentação

A análise por CL-EM/EM foi realizada num espectrômetro de massas triplo quadrupolo, com fonte *electrospray*, operando no modo positivo. A fonte estava acoplada *online* em um sistema de cromatografia líquida. Foi aplicada uma voltagem de 5500V. O EM operou no modo positivo com fonte a 650°C. *Curtain gas*, *nebulizer gas* e *turbo gas* foram todos nitrogênio a 25, 55 e 55 unidades arbitrárias, respectivamente. Nitrogênio também foi usado como gás de colisão. Quatro transições independente foram monitoradas para cada analito.

Tabela 1: Íons dos analíticos presentes na maconha.

Analito	Íon precursor (<i>m/z</i>)	Íons produtos (<i>m/z</i>)
THC	315,3	193,2; 123,1; 259,2 e 135,1
THC-OH	331,41	193,1; 201,2; 313,3 e 105,1
THC-COOH	345,18	299,4; 193,4; 327,4 e 119,2
CBN	311,18	223,2; 241,2; 208,2 e 293,2
CBD	315,18	193,2; 123,1; 259,3 e 135,1

Sendo os primeiros íons produtos listados para cada analito usados para a quantificação.

Considerando as informações anteriores, responda:

- A) Qual a vantagem em se utilizar um espectrômetro sequencial no método descrito?
- B) Para o desenvolvimento do método, é necessário determinar os valores de energia de colisão. Defina energia de colisão.
- C) Defina Dissociação induzida por colisão.
- D) É possível obter espectro de íons produto sem ativar o gás de colisão? Explique.

QUESTÃO 5

Considerando o preparo de amostra descrita anteriormente, responda:

- A) Quais as vantagens da Extração em fase sólida (EFS)?
- B) Um procedimento de EFS, em geral, contém quantas etapas? Descreva-as.



UFRJ