

UFRJ - UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO



204

CONCURSO PÚBLICO - EDITAL Nº 411/2015

CADERNO DE QUESTÕES

PROVA DISCURSIVA

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



UFRJ

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

QUESTÃO 1

Na cromatografia em fase gasosa, quando a técnica de injeção em vaporizador aquecido sem divisão de fluxo é utilizada (splitless), pode ser necessária a utilização de mecanismos de reconcentração da amostra, como, por exemplo, o efeito do solvente. Explique detalhadamente como ocorre o efeito do solvente.

QUESTÃO 2

O espectrômetro de massas com fonte ionização eletrônica e analisador de massas triplo quadrupolo é um equipamento muito útil em análises rotineiras nos laboratórios de análises químicas e farmacêuticas. A respeito do espectrômetro de massas acoplado a um cromatógrafo a gás:

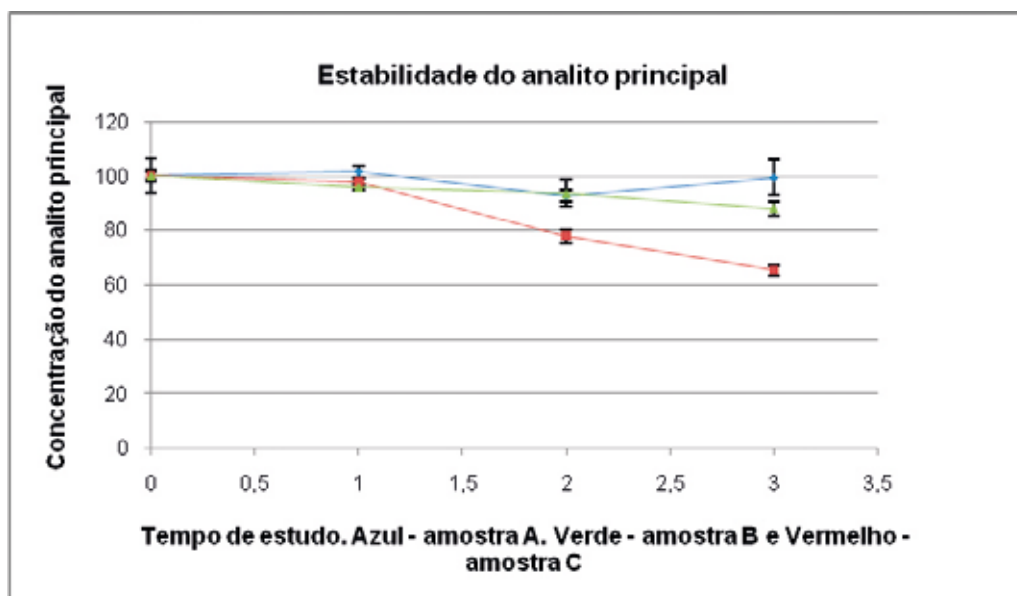
A) Desenhe o diagrama de bloco de espectrômetro de massas acoplado a um cromatógrafo a gás, explicando a função de cada parte.

B) Qual o princípio dessa técnica?

C) Descreva os principais experimentos de massas que podem ser realizados no triplo quadrupolo.

QUESTÃO 3

Note the figure below produced by the Microsoft Excel program.



Describe the procedure for the construction of a line graph containing all the displayed figure elements, by Microsoft Excel software.

QUESTÃO 4

A análise de um grande número de amostras de urina em laboratórios de controle de dopagem mostra que a concentração endógena do glicerol é normalmente menor que 20 µg/mL e não excede a 140 µg/mL. A ingestão de glicerol hiperhidrata o corpo, aumentando o nível de água acima do normal, o que pode levar à diminuição da concentração da hemoglobina. Ao atuar como expensor de volume do plasma, o glicerol pode mascarar a dopagem no sangue. Como consequência, o glicerol foi adicionado à lista de substâncias da AMA (Agência Mundial Antidopagem). Um método para quantificação de glicerol em urina humana utiliza cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas seqüencial (CL-EM/EM), utilizando ionização *electrospray*.

Preparo das amostras

Às amostras de urina (100 µL) foram adicionados padrão interno e outras soluções e foram incubadas a 40°C por 4 horas para a derivatização. Depois foi realizada uma extração líquido-líquido (ELL) e as amostras foram injetadas num sistema de CL-EM/EM.

Instrumentação

As condições da cromatografia foram: coluna C18, fases móveis formiato de amônio 10 mM com ácido fórmico (pH 3,5) e acetonitrila, modo gradiente, fluxo de 0,4 mL/min, temperatura do forno 40°C e volume de injeção 20 µL.

A análise por CL-EM/EM foi realizada num espectrômetro de massas triplo quadrupolo, com fonte *electrospray*, operando no modo positivo. As condições do EM foram: voltagem do capilar 4000 V, temperatura da fonte 330°C. Nitrogênio foi usado como gás nebulizante e gás secante a 40 psi. Foi realizado o monitoramento de reação selecionada.

Tabela 1. Íons dos analitos

| Analito | Íon precursor (<i>m/z</i>) | Íons produtos (<i>m/z</i>) |
|----------------------------|------------------------------|------------------------------|
| Tribenzoato de glicerol | 427 | 283, 107 e 77 |
| Tribenzoato de glicerol-d5 | 432 | 288, 105 e 77 |

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

Considerando as informações acima, responda:

- A) Qual a vantagem em se utilizar um espectrômetro sequencial no método descrito?
- B) Defina Gás de colisão.
- C) Qual a função do gás secante?
- D) Qual a vantagem do uso do padrão interno?

QUESTÃO 5

Considerando o preparo da amostra descrita anteriormente, responda:

- A) Qual o objetivo da Extração líquido-líquido (ELL)?
- B) Qual a finalidade da derivatização no procedimento descrito?



UFRJ