

"SONDA DE MEMBRANA DE INSERÇÃO DIRETA, COM PRÉ-CONCENTRAÇÃO E DESSORÇÃO, PARA A ANÁLISE DIRETA, RÁPIDA E SENSÍVEL DE COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS E SEMI-VOLÁTEIS EM MATRIZES AMBIENTAIS, PROCESSOS FERMENTATIVOS E FLUÍDOS BIOLÓGICOS".

Refere-se o presente relatório a uma Patente de Invenção que trata de uma sonda de membrana para o desenvolvimento de uma nova técnica de análise.

Existem hoje no mercado diversas técnicas para análise de compostos orgânicos em matrizes ambientais. A principal desvantagem destas técnicas é que na maioria delas se faz necessário a extração dos compostos que se deseja analisar da matriz em que ele se encontra. Nesta etapa de extração podem ocorrer erros na análise, decorrentes principalmente da perda do analito durante a extração, e contaminação da amostra com impurezas do solvente, além disso, esta etapa aumenta o tempo de análise, pois além da extração muitas vezes é necessário a pré-concentração do analito, o que exige maior quantidade de amostra.

A grande vantagem da técnica DIMP/T&R-MIMS é que esta realiza análises sem pré-tratamento da amostra, sendo a análise feita diretamente na matriz em que o analito se encontra, com rapidez e alta sensibilidade, evitando perdas e contaminação do analito.

A sonda ora desenvolvida é do tipo DIMP ("direct introduction membrane probe"). Esta son-

da foi adaptada para operar no modo T&R-MIMS (trap and release membrane introduction mass spectrometry), sendo então a técnica desenvolvida denominada de DIMP/T&R-MIMS. Para a perfeita adaptação desta sonda ao espectrômetro de massas foram feitas mudanças na fonte de ionização do mesmo. Estas modificações permitem que a fonte de ionização seja utilizada também para trabalhos de espectrometria de massas em seu modo convencional, mostrando desta maneira a versatilidade da sonda construída. Foi demonstrado a utilidade da técnica para a análise combinada de diversas classes de compostos orgânicos, voláteis e semi-voláteis em diferentes matrizes. Durante os testes preliminares para se verificar a eficiência da técnica foram realizados vários experimentos com diferentes compostos orgânicos, de peso molecular, polaridade e volatilidade diferentes. Os resultados obtidos comprovaram a eficiência da técnica.

A técnica foi empregada com sucesso na análise de matrizes ambientais, para a determinação de compostos orgânicos tais como: benzo(α)pireno, fenol e fenóis clorados. Análise de vitamina C em medicamentos, sucos de frutas naturais e industrializados, cafeína em cafés, chás e bebidas energéticas, amino ácidos (cisteína e homocisteína) em fluídos biológicos (urina e plasma sangüíneo) e aldeídos e diversos álcoois em cerveja.

A seguir a Patente de Invenção ora tratada será pormenorizadamente descrita com referência à figura 1 onde são apresentados diversos cortes ortogonais do sistema DIMP/T&R-MIMS.

A figura 1 mostra duas seções de cortes ortogonais da nova sonda de membrana designada por DIMP e das modificações realizadas na fonte de ionização, para a adaptação desta sonda. Nesta figura observa-se a sonda DIMP A, com uma membrana capilar em forma de loop B, mostrada dentro da fonte de íons D.

Um adaptador de cerâmica para a sonda F assegura a vedação necessária. Através de um fino ajuste a membrana B foi posicionada exatamente entre os dois filamentos C, permitindo desta forma um aquecimento rápido e eficiente da membrana. A membrana é aquecida em toda a sua superfície. O filamento localizado no topo da fonte de ionização aquece a superfície externa do topo do arco formado pela membrana, e a superfície interna da base do arco, enquanto o filamento inferior aquece a superfície externa da base do arco, e a superfície interna do seu topo. Este aquecimento uniforme é obtido por um correto posicionamento da membrana, ou seja a membrana deve estar levemente inclinada em relação ao posicionamento dos filamentos. Este aquecimento uniforme reduz substancialmente o efeito de memória.

A grande diferença deste sistema de sonda de membrana é que ao contrário dos sistemas pertencentes ao estado da técnica, a membrana não é mantida fixa dentro da fonte de ions, mas sim adaptada a uma sonda removível. Isto permite que a membrana seja trocada com maior facilidade, sem a necessidade de desligar o aparelho. A sonda DIMP só é utilizada quando necessário, sendo possí-

vel a utilização de outras sondas. As pequenas modificações feitas na fonte de ionização permitem ainda que ela seja utilizada para análises de espectrometria de massas convencional.

5 Na figura 01: além dos componentes já citados podem ser observados ainda a entrada de gás para CI E, lentes G; e a fonte de íons H.

De maneira similar ao sistema T&R-MIMS, o sistema DIMP/T&R-MIMS pode ser operado de
10 dois modos, como sistema MIMS convencional, para análise de VOC, ou no modo T&R-MIMS: para a análise de SVOC ou análise combinada de VOCs & SVOCs.

No modo T&R-MIMS o sistema em questão funciona da seguinte maneira: a solução do analito
15 à temperatura ambiente é bombeada através do sistema por um intervalo de tempo entre 10 a 20 min; este intervalo varia de acordo com as características do analito de interesse. Isto permite que o analito (SVOCs, VOCs polares ou de alto peso molecular) seja enriquecido no interior da membrana, a
20 qual é mantida fria através do fluxo da solução. Durante o tempo de pré- concentração dos SVOCs, os VOCs são analisados por MIMS convencional. O fluxo de amostra é então interrompido de uma maneira simples, (através da remoção do tubo da solução aquosa de onde está sendo feita a amostra-
25 gem) por um intervalo de tempo de 1 a 2 min, este tempo dependerá da volatilidade dos compostos analisados. Esta interrupção no fluxo provoca o aquecimento da membrana atingindo até 300°C e conseqüentemente a volatilização dos com-

REIVINDICAÇÕES

1. "SONDA DE MEMBRANA DE IN-
SERÇÃO DIRETA, COM PRÉ-CONCENTRAÇÃO E DESSORÇÃO, PARA A
ANÁLISE DIRETA, RÁPIDA E SENSÍVEL DE COMPOSTOS ORGÂNICOS
5 VOLÁTEIS E SEMI-VOLÁTEIS EM MATRIZES AMBIENTAIS, PROCESSOS
FERMENTATIVOS E FLUÍDOS BIOLÓGICOS", caracterizada pelo
fato de compreender uma membrana capilar em forma de loop
(B), disposta dentro da fonte de íons (D); a sonda em ques-
tão compreende ainda um adaptador de cerâmica para a sonda
10 (F) para assegurar a vedação necessária; a membrana (B)
sendo posicionada exatamente entre os dois filamentos (C);
o filamento localizado no topo da fonte de ionização aquece
a superfície externa do topo do arco formado pela membrana,
e a superfície interna da base do arco, enquanto o filamen-
15 to inferior aquece a superfície externa da base do arco, e
a superfície interna do seu topo; a sonda ora tratada com-
preende ainda uma entrada de gás para CI (E), lentes (G); e
a fonte de íons (H).

2. "SONDA DE MEMBRANA DE IN-
20 SERÇÃO DIRETA, COM PRÉ-CONCENTRAÇÃO E DESSORÇÃO, PARA A
ANÁLISE DIRETA, RÁPIDA E SENSÍVEL DE COMPOSTOS ORGÂNICOS
VOLÁTEIS E SEMI-VOLÁTEIS EM MATRIZES AMBIENTAIS, PROCESSOS
FERMENTATIVOS E FLUÍDOS BIOLÓGICOS", segundo o reivindicado
em 1, caracterizada pelo fato de que a membrana não é man-
25 tida fixa dentro da fonte de íons, mas adaptada a uma sonda
removível.

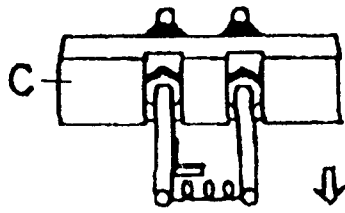
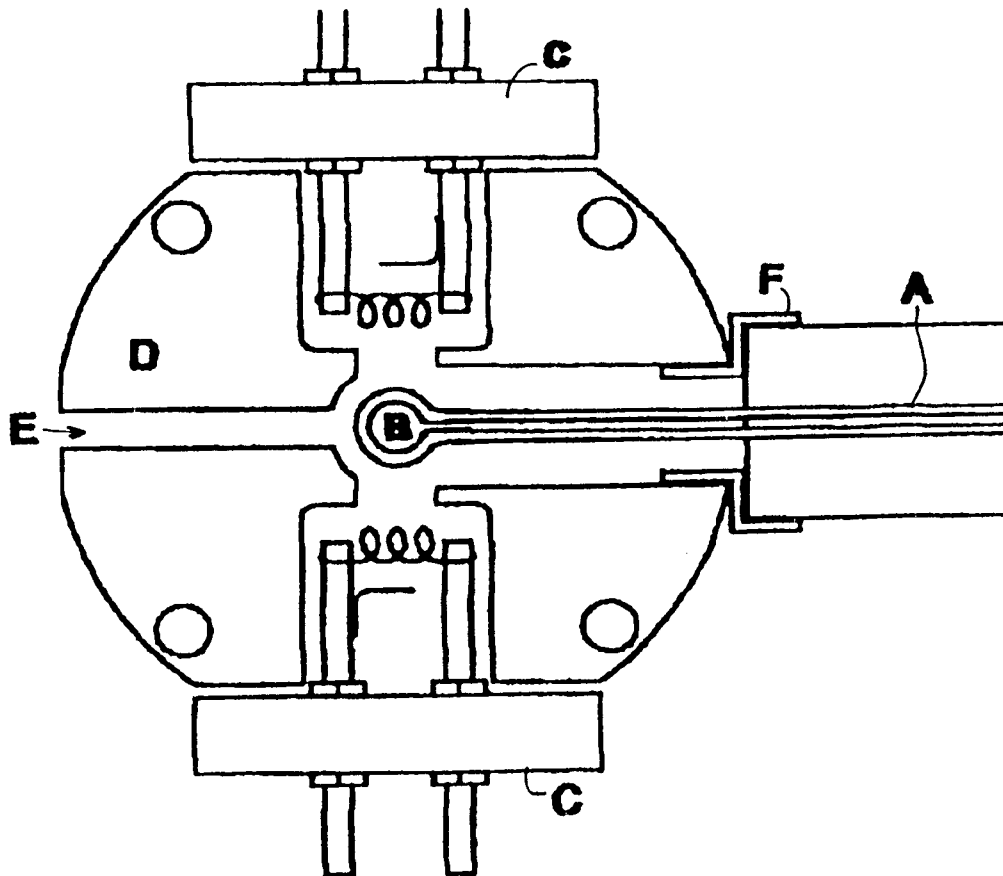
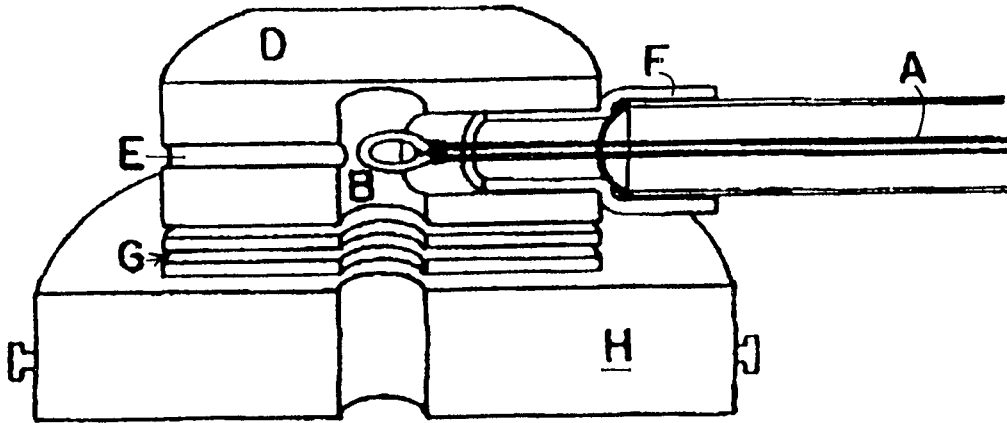


FIG. 1



RESUMO

"SONDA DE MEMBRANA DE INSERÇÃO DIRETA, COM PRÉ-CONCENTRAÇÃO E DESSORÇÃO, PARA A ANÁLISE DIRETA, RÁPIDA E SENSÍVEL DE COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS E SEMI-VOLÁTEIS EM MATRIZES AMBIENTAIS, PROCESSOS FERMENTATIVOS E FLUÍDOS BIOLÓGICOS", caracterizada pelo fato de compreender uma membrana capilar em forma de loop (B), disposta dentro da fonte de íons (D); a sonda em questão compreende ainda um adaptador de cerâmica para a sonda (F) para assegurar a vedação necessária; a membrana (B) sendo posicionada exatamente entre os dois filamentos (C); o filamento localizado no topo da fonte de ionização aquece a superfície externa do topo do arco formado pela membrana, e a superfície interna da base do arco, enquanto o filamento inferior aquece a superfície externa da base do arco, e a superfície interna do seu topo; a sonda ora tratada compreende ainda uma entrada de gás para CI (E), lentes (G); e a fonte de íons (H).