

UTILIZAÇÃO DO NITROGÊNIO COMO GÁS DE ARRASTE EM GC-MS

Ettore Ferrari Júnior^{1*}, Bruno Henrique Monteiro Leite¹, Luciano Chaves Arantes¹, Eduardo Dias Ramalho¹

¹ Instituto de Criminalística/PCDF, Brasília, Distrito Federal

*Autor; e-mail: ettore.ferrari@pcdf.df.gov.br

RESUMO

Com a escassez global de He, H₂ e N₂ são opções como gás de arraste em análises por GC-MS. A utilização de N₂ implica em menor velocidade da fase móvel, para não se perder em eficiência, o que pode impactar na menor sensibilidade e separação de picos. Com a alteração de condições experimentais, como o emprego de colunas mais curtas e de menor diâmetro interno e a diminuição da pressão na fonte EI, é possível a obtenção de resultados cromatográficos aceitáveis.

Palavras-chave: GC-MS, gás de arraste, nitrogênio.

Introdução: A escassez global de hélio (He) tem levado laboratórios a buscar alternativas de gás de arraste para análises por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS). As principais são o hidrogênio (H₂) e o nitrogênio (N₂). N₂ apresenta as vantagens de ser um gás inerte e não inflamável. Sua utilização, entretanto, impõe alguns desafios, pois requer o ajuste de menor velocidade linear da fase móvel, para que não haja perda em eficiência (eq. de Van Deemter), podendo refletir em menor sensibilidade e resolução cromatográfica. No entanto, mudanças nas condições experimentais podem mitigar tais efeitos. Neste trabalho são apresentados resultados preliminares da aplicação do N₂ como gás de arraste em análises por GC-MS.

Objetivos: Desenvolver métodos em GC-MS utilizando N₂ como gás de arraste.

Métodos: GC-MS Agilent 7890A/5975C, MS: EI: 70 eV; scan: m/z 40-550; fonte de íons (280 °C) e interface (250 °C), injetor (280 °C), vol. injeção 1 µL.

Análises com He: coluna DB-5 ms (30m, 0,25 mm I.D., 0,25 µm); fluxo: 1mL/min; split 20:1; forno: 100 °C, por 1 min; 20 °C /min, até 312 °C, por 15 min.

Análises com N₂: coluna HG (5m, 0,18 mm I.D.,

0,25 µm) + RTX-5 ms (15 m, 0,53 mm, filme 1 µm); Fluxo: 0,16 mL/min; split 5:1; forno: 100 °C, 0 min; 30 °C /min, até 220 °C, por 2 min; 30 °C /min, até 310 °C, por 13 min. Mix QC (200 µg/mL): benzocaína (BZC), cafeína (CAF), cocaína (COC) e flunitrazepam (FLU). N-alcanos: C7-C40. Outras 30 substâncias de interesse forense foram analisadas utilizando He e N₂. **Mudanças avaliadas no método utilizando N₂:** troca da lente (*draw out plate*) da fonte de íons, de 3 mm para 9 mm, *tune* manual, otimização do *split*, emprego de coluna do tipo *low pressure*.

Resultados e Discussão: Após a troca da lente e ajustes manuais nos valores de *repeller* e EMV (+16 %, em relação ao *tune* com He) foram obtidos valores de *tune* aceitáveis. *Split* 1:5 proporcionou aumento de sinal analítico. Para algumas substâncias observaram-se picos alargados (ex: CAF, MDEA). A análise de 30 analitos foi realizada em um intervalo de 10,82 min (método com N₂) e de 9,62 min (He), sem prejuízo na identificação pelo MS, em ambos os métodos. O uso de coluna *low pressure* proporcionou uma análise mais rápida, mitigando os efeitos da baixa velocidade linear, picos mais estreitos e com maior intensidade.

Conclusão: Para a conversão analítica de He para N₂, foram necessários ajustes que levaram a resultados iniciais encorajadores. Estudos futuros serão necessários para avaliar o impacto do uso de N₂ em uma rotina analítica. Parâmetros de *tune*, estrutura de fonte de íons, vácuo e colunas analíticas precisam ser repensados para aplicação de N₂ como gás de arraste.

Referências bibliográficas

1. Eren, KJM, Prest, HF, Amirav, A. Nitrogen and hydrogen as carrier and make-up gases for GC-MS with Cold EI. Journal of Mass Spectrometry. 2022.

Realização