

## **ANEXO III - NORMAS PARA O PREPARO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISES POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS**

### **NORMAS GERAIS**

#### **1. Preparo da amostra**

1.1. Concentração recomendada: 1mg/mL.

1.2. O preparo da solução de amostra deverá ser realizado pelo usuário, respeitando-se as normas e os protocolos do laboratório LACE.

1.3. Os consumíveis e quaisquer materiais necessários ao preparo de amostras, como solventes, pipetas, ponteiras, filtros, *vials*, padrões de referência, etc., serão de responsabilidade do usuário.

Recomenda-se:

- a) solventes grau LC/MS ou HPLC (marcas: Merck, Aldrich, J. T. Baker ou Tedia);
- b) ponteiras de boa qualidade
- c) utilização de materiais isentos de detergentes (todo material não poderá ser lavado com detergentes)
- d) uso de filtro de 0,22 ou 0,45 micras (PTFE, PVDE ou de acordo com a característica da amostra)

1.4. Será de responsabilidade do usuário em trazer materiais específicos para análises de LC-MS como solvente grau LC/MS ou HPLC (marcas: Merck, Aldrich, J. T. Baker ou Tedia) e coluna cromatográfica, caso seja necessário a utilização de colunas diferentes daquelas de que o laboratório dispõe.

a) Colunas Disponíveis no LACE:

Para UPLC/HR-MS:

ACQUITY BEH C18 1.7  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 50 mm  $\mu\text{m}$  (part number: 186002350).

Para GC/MS:

Phenomenex ZB-5, 30 m, 0.25 mm ID x 0.25  $\mu\text{m}$ .

### **CONTROLE DAS REVISÕES**

<b>DATA</b>	<b>DESCRIÇÃO DA REVISÃO</b>	<b>Elaborador</b>	<b>Aprovador</b>
15/12/2022	Elaboração	Comitê Gestor	
01/02/23	Atualização da Proposta	Comitê Gestor	



1.5. A detecção de avarias no equipamento que, porventura, sejam advindas de amostras contendo substâncias incompatíveis, concentrações maiores que as relatadas, ou outras condições que se possa classificar como mau uso da máquina, poderá resultar em:

- a) Pagamento da manutenção do equipamento prestada pela empresa fornecedora dos serviços de assistência técnica (Waters para LC/MS e Agilent para GC/MS);
- b) Suspensão temporária do usuário ou;
- c) Suspensão temporária do orientador/supervisor.

## **2. Especificações da amostra**

2.1. Para amostras biológicas e ambientais, especificar o modo de extração realizado (ex: líquido-líquido, líquido-sólido). Especificar se as amostras se referem a um analito específico ou a produtos de metabolismo ou degradação.

2.2. Para amostras de extrato de produtos naturais especificar a fração (ex: etanólica, aquosa etc) e, a faixa de massa a ser investigada.

2.3. Para amostras que envolvam estudo de degradação, especificar o modo de extração e, a faixa de massa a ser investigada.

2.4. Casos omissos serão analisados separadamente.

## **3. Especificações para o EQUIPAMENTO: UPLC/HR-MS**

3.1 As amostras devem estar numa concentração máxima de 1,0 mg/mL e serem previamente filtradas através de membranas conforme recomendado no item 1.3.

3.2 Utilizar *vial* (2 mL) apropriado para cromatógrafo líquido Waters ACQUITY H Class.

<b>CONTROLE DAS REVISÕES</b>			
<b>DATA</b>	<b>DESCRIÇÃO DA REVISÃO</b>	<b>Elaborador</b>	<b>Aprovador</b>
15/12/2022	Elaboração	Comitê Gestor	
01/02/23	Atualização da Proposta	Comitê Gestor	



3.3 Os solventes compatíveis com o equipamento são MeOH, ACN (grau HPLC ou LC-MS) e água Milli-Q. Uso de ácido fórmico, ácido acético, etc não deve ser superior a 0,1 % (v/v).

3.4 Exige-se o uso do padrão formiato de sódio (0.5 mM) e do padrão leucina-encefalina (200,0 pg mL<sup>-1</sup>) para o processo de calibração do equipamento.

#### **4. Especificações para o EQUIPAMENTO: GC/MS**

4.1 Análises de amostras voláteis.

Análises de amostras voláteis, máximo ponto de ebulição até 300 °C. É importante que a amostra esteja isenta de água para a análise. A coluna que está instalada no CG/MS é a coluna Phenomenex ZB-5, 30 m, 0.25 mm ID x 0.25 µm, dessa forma é recomendado que o método para a análise da amostra seja compatível com a coluna disponível.

4.2 Com exceção dos técnicos responsáveis, somente poderá operar o equipamento o aluno do PPGQ conforme o item 5 das normas de Gestão, indicado pelo grupo de pesquisa e aprovado pelo Comitê Gestor do LACE.

Em caso de dúvida entrar em contato com o responsável pelo e-mail [lace@ufba.br](mailto:lace@ufba.br)

<b>CONTROLE DAS REVISÕES</b>			
<b>DATA</b>	<b>DESCRIÇÃO DA REVISÃO</b>	<b>Elaborador</b>	<b>Aprovador</b>
15/12/2022	Elaboração	Comitê Gestor	
01/02/23	Atualização da Proposta	Comitê Gestor	