

## **Estudo do uso de DESI-MS na especificação de Se em castanha-do-pará, couve, alho e espinafre, ‘in situ’**

Carvalho, D.C. (UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA) ; Lordeiro, R. (UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS) ; Nascentes, C.C. (UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS) ; Augusti, R. (UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS) ; Coelho, N.M.M. (UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA) ; Melo, P. G. (UFU)

### **RESUMO**

DESI-MS foi utilizado para realizar especificação in situ de compostos de selênio em superfícies de vidro de algumas amostras de alho, castanha e espinafre e repolho. Foram analisados compostos orgânicos: selenometionina, selenometilcisteína, selenocistina, e inorgânicos: selenito e selenato, fixados em fita dupla-face diretamente em uma superfície de vidro. As espécies orgânicas foram detectadas no modo positivo nas suas formas protonadas de m/z 198, 184 e 334, respectivamente. As inorgânicas foram detectadas pelos íons m/z 129 e 145, no modo negativo. Mediante otimização dos parâmetros principais da fonte de DESI, medições estimadas indicaram que os níveis de detecção para os compostos de selênio variaram de 10 a 20 pg, identificando a presença de todos os compostos

### **PALAVRAS CHAVES**

*DESI-MS; Especificação; selênio*

### **INTRODUÇÃO**

Alimento contendo Se tem sido considerado funcional, pois, o selênio é um elemento essencial para a saúde humana. Além disso, possui diversas propriedades biológicas incluindo evidências na prevenção de câncer (Abdulah et al., 2005). Entretanto, o Se possui uma estreita faixa de concentração entre a essencialidade e a toxicidade, e dependendo da espécie essa faixa é ainda mais estreita (Apostoli et al., 1999). Espectrometria de Massa com fonte de Ionização por Dessorção com Eletrospray (DESI-MS) é uma técnica usada em análises in situ, onde a amostra é livre de preparo ou qualquer manipulação antes da análise, contribuindo para as práticas da especificação (Lin et al., 2010). O trabalho objetivou usar o DESI-MS, sem etapas de preparo de amostra, para detectar e especiar espécies orgânicas de Se: selenometionina, selenometilcisteína, selenocistina; e também as inorgânicas: selenato e selenito.

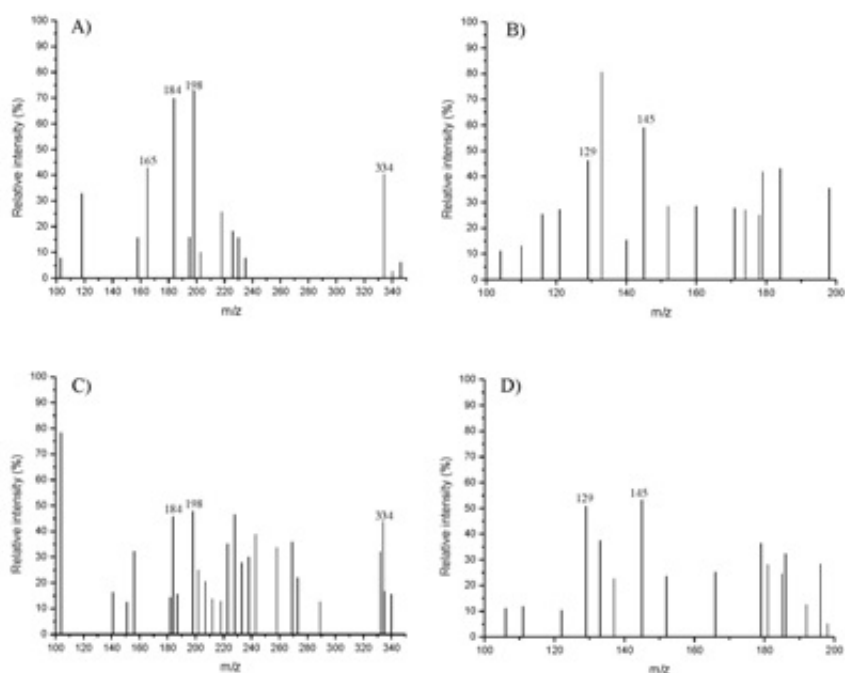
### **MATERIAL E MÉTODOS**

As amostras utilizadas foram castanha-do-pará, couve e alho adquiridas em mercado local. Foi analisada também amostra certificada de espinafre para confirmação do método. As amostras foram fixadas com fita dupla face em placa de vidro. Padrões das espécies estudadas foram adicionados a papel filtro fixados com fita dupla face na placa. Os padrões foram utilizados para otimização e determinação da quantidade mínima detectável. Foram otimizados alguns parâmetros como: tipo de solvente (metanol, acetonitrila, etanol, clorofórmio e água), fluxo do solvente, voltagem e temperatura do capilar.

### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os resultados mostraram que as melhores condições para análise foram: o uso da mistura de MetOH:H<sub>2</sub>O (1:1 v/v) para todos os padrões; o fluxo de solvente de 7 µL.min<sup>-1</sup>, voltagem de 2,5 kV e 250°C a temperatura do capilar. A quantidade mínima detectável foi de 15 pg, 10 pg, 20 pg, 10 pg e 15 pg para selenometionina, selenometilcisteína, selenocistina, selenato e selenito, respectivamente. Segue espectros obtidos da couve e espinafre (Fig. 1), onde se observa a caracterização dos cinco compostos de selênio. Todas as espécies foram inequivocamente caracterizadas, nas três amostras estudadas, pelos seus perfis de fragmentação únicos e distintos, obtidos através de experimentos MS/MS e comparação com os espectros obtidos pelos padrões.

Figura 1



DESI-MS obtido para couve (modo positivo: Fig. 1A; modo negativo: Fig. 1B) e espinafre (modo positivo: Fig. 1C; modo negativo: Fig. 1D).

## CONCLUSÕES

A aplicação do presente método pode ser, sem dúvida, aplicado com eficácia na identificação de espécies orgânicas e inorgânicas de Se, em baixas concentrações (ng) em alimentos, sem preparo prévio de amostra.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq, a FAPEMIG e a CAPES.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA

- Abdulah, R. K. Miyazaki, M. Nakazawa, H. Koyama. J. Trace Elem. Med. Biol. 19, 141–150, (2005).  
Apostoli, P. Fres. J. Anal. Chem. 363, 499–504, (1999).  
Lin, Z., Zhao, M., Zhang, S., Yang, C., Zhang, X. 135, 1268-1275, (2010).