

Diferenciação de flavonóides isoméricos C-glicosilados presentes em extratos de plantas brasileiras usando LC-MS de massa exata.

Renata Colombo¹ (PQ), Cintia A. M. Pereira¹ (PQ), Janete H. Yariwake^{1*} (PQ), Mike McCullagh² (PQ)

¹ Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Caixa Postal 780, 13560-970, São Carlos, SP, Brasil

² Waters Corporation, Floats Rd., Wythenshawe, Manchester, M23, 9LZ, UK
e-mail*: janete@iqsc.usp.br

Palavras Chave: LC-OA-TOF/ESI/MS, flavonóides, isômeros, *Saccharum officinarum*, *Passiflora spp.*

Introdução

A combinação 'on line' da cromatografia líquida com a espectrometria de massas (LC-MS) é uma poderosa ferramenta para a identificação de substâncias de interesse em matrizes complexas, como p.ex. no estudo de produtos naturais em extratos vegetais¹. O desenvolvimento de novos sistemas comerciais do tipo tempo de voo – aceleração ortogonal (OA-TOF), que possibilitam a determinação da massa exata e cálculo da composição elementar dos fragmentos, oferece novas possibilidades para a identificação estrutural de substâncias desconhecidas em amostras reais.

Dando continuidade ao estudo sistemático de flavonóides em *Saccharum officinarum* (cana de açúcar)^{2,3} e espécies de *Passiflora* (maracujá)⁴, neste trabalho são apresentados resultados obtidos usando LC-MS com ionização eletrospray e determinação de massa exata (LC-OA-TOF/ESI/MS).

Resultados e Discussão

Utilizou-se um sistema HPLC Alliance 2795® (Waters) com coluna SymmetryShield RP18 (250 mm x 4,6 mm x 5 µm) e ácido fórmico 0,2% / acetonitrila como fase móvel, no modo gradiente - acoplado a um espectrômetro de massas LCT® (Waters) equipado com interface eletrospray (ES) e OA-TOF (tempo de voo, aceleração ortogonal), no modo positivo e com 3kV de tensão no capilar. As temperaturas da fonte e de dessolvatação foram 120°C e 250°C, respectivamente. A vazão do gás de dessolvatação foi de 711 L/h e do gás nebulizador (nitrogênio) foi de 4 L/h. O espectro foi monitorado no intervalo de 100 a 1000 Da.

Foi possível obter informações sobre o íon molecular e respectivas agliconas. Os dados de massa exata obtidos para fragmentos importantes, bem como as diferenças na abundância relativa destes fragmentos, permitiram a diferenciação inequívoca dentre flavonóides isoméricos: shaftosídeo/isochaftosídeo

em *Saccharum officinarum* (Figura 1) e vitexina/isovitexina e orientina/isorientina nos extratos de *Passiflora spp.* (Figura 2)

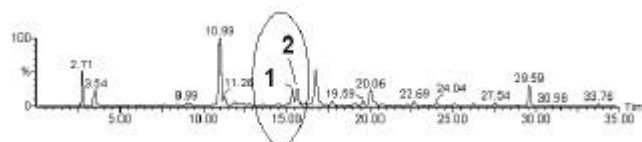


Figura 1. Cromatograma representativo de extrato de *Saccharum officinarum*. 1: shaftosídeo; 2: isoshaftosídeo.

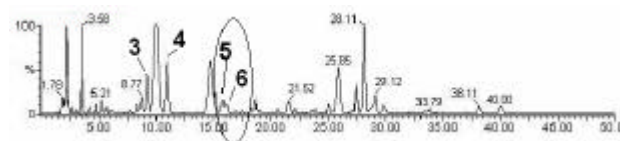
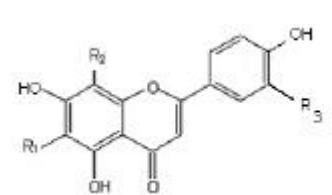


Figura 2. Cromatograma representativo de extrato de *Passiflora caerulea*. 3, isorientina; 4, orientina; 5, vitexina; 6, isovitexina.

	R ₁	R ₂	R ₃
1	Glu	Ara	H
2	Ara	Glu	H
3	Glu	H	OH
4	H	Glu	OH
5	H	Glu	H
6	Glu	H	H



Conclusões

A técnica LC-OA-TOF/ESI/MS demonstrou ser uma ferramenta útil para a diferenciação inequívoca de pares de isômeros de flavonóides glicosilados, possibilitando a análise 'on-line' dos extratos de *Passiflora* e de *Saccharum officinarum*.

Agradecimentos

À FAPESP e ao CNPq pelo apoio financeiro, e à Waters Co. pelo suporte técnico e facilidades.

¹ Wolfender, J. L.; Ndjoko, K.; Hostettmann, K. *J. Chromatogr. A* **2003**, *1000*, 437.

² Colombo, R; Yariwake, J. H.; Queiroz, E. F. Ndjoko, K.; Hostettmann, K. *J.Chromatogr A*. **2005**, 1082, 51.

³ Colombo, R; Yariwake, J. H.; Queiroz, E. F. Ndjoko, K.; Hostettmann, K. *Phytochem. Anal.* **2006**, 17, 337.

⁴ Pereira, C. A. M.; Yariwake, J. H.; McCullagh, M. *Phytochem. Anal.* **2005**, 16, 295.