

Utilização de LC-MS-MS e LC-PAD para identificação de guajaverina.

Vera Lúcia Garcia Rehder¹ (PQ)*, Marili Villa Nova Rodrigues¹ (PQ), Sinésio Boaventura Junior¹ (PQ), Adriana da S. S. de Oliveira¹ (IC), Marcela Sismotto Gandara² (PG), Felix G. Reyes Reyes² (PQ)

*rehder@cpqba.unicamp.br

1- Centro Pluridisciplinar de Pesquisas Químicas, Biológicas e Agrícolas – CPQBA – UNICAMP – Rua Alexandre Cazelatto, n.999 Bairro Betel, Paulínia – SP, CEP: 13140-000. 2- Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP.

Palavras Chave: guajaverina, LC-MS-MS, HPLC-PAD.

Introdução

Psidium guajava L. (Myrtaceae) conhecida como goiabeira, é uma árvore frutífera nativa da América do Sul e cultivada em todos os países de clima tropical. Na medicina popular é utilizada no tratamento de cólicas, colite e diarreia¹.

A guajaverina é um flavonóide glicosilado derivado da quercetina e L-arabinose encontrada nas folhas e nos frutos da goiabeira e não disponível comercialmente.

O objetivo deste trabalho foi a identificação do açúcar no flavonóide e a confirmação de sua posição na aglicona, utilizando a cromatografia líquida de alta eficiência acoplada ao detector Q-ToF (LC-MS-MS) e detector de pulso amperométrico (LC-PAD).

Resultados e Discussão

Neste trabalho usamos frações enriquecidas em guajaverina, provenientes de uma coluna cromatográfica seca de extrato de folhas de goiaba.

Identificação da aglicona. A amostra de guajaverina foi analisada no modo ESI negativo utilizando a eluição por gradiente com ácido fórmico e metanol. A análise por LC-Q-ToF permitiu determinar a massa exata do composto 433,0793 u.m.a. $[M - H]^-$ com 5% de erro e a fragmentação deste íon forneceu o espectro de massas.

A natureza e posição do açúcar afetam a fragmentação dos íons do radical aglicona. A abundância relativa do íon A^- (m/z 301) é menor que a do íon $[A - H]^-$ (m/z 300), confirmando que a ligação do açúcar ocorre na posição 3 da molécula² (figura 1).

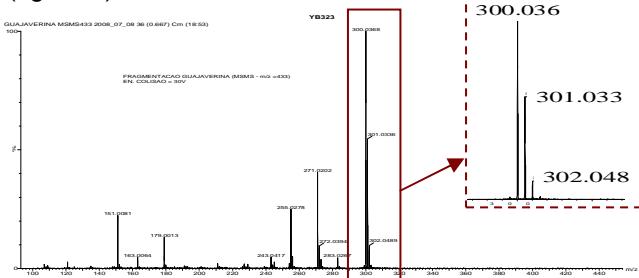


Figura 1. Fragmentograma do íon m/z 433 (30V)

Identificação do açúcar. A confirmação da identidade do açúcar foi realizada após hidrólise ácida da amostra (figura 2), seguido de extração da quercetina (aglicona) com acetato de etila e análise da fase aquosa resultante por LC-PAD.

Para análise cromatográfica utilizou-se um Sistema Cromatográfico Dionex. A separação dos açúcares padrão foi realizada em coluna CarboPac – PA-1 utilizando solução de NaOH 100 mM como eluente.

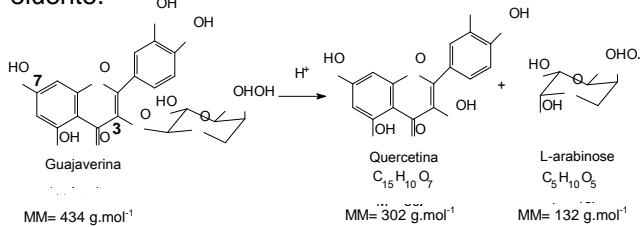


Figura 2. Esquema da reação de hidrólise da guajaverina.

Os resultados das análises confirmaram que o açúcar obtido na reação de hidrólise da guajaverina é a L-arabinose. Análises complementares de RMN 1H e ^{13}C foram realizadas e confirmaram a estrutura da guajaverina.

Conclusões

A utilização destas técnicas permitiu confirmar a massa molecular da guajaverina, as estruturas da aglicona e do açúcar, além da posição da ligação da L-arabinose em C-3.

Agradecimentos

A Divisão de Biotecnologia e Processos do CPQBA-UNICAMP, Laboratório de Toxicologia da FEA-UNICAMP e FINEP.

¹ Lorenzi, H.; Matos, F. J. A.; *Plantas Medicinais no Brasil*, 2002, 142. Instituto Plantarum de Estudos da Flora Ltda.

² Ablajan, K.; Abliz Z.; Shang, X.; He, J.; Zhang, R.; Shi, J.; *J. Mass Spectrom.* 2006, 41, 352-360.