

Efeito do tempo de dessorção das lignanas durante análise qualitativa por pirólise-cromatografia gasosa-espectrometria de massa.

Jessie Willian Braine(IC)^{a,b*}, Fabricio Augusto Hansel(TC)^a, Estefano Paludzyszyn Filho(PQ)^a.
*jessie_braine@hotmail.com

^aEmbrapa Florestas, Estrada da Ribeira, km111, cx 319, Colombo, PR, 88411 000, Brasil.

^bPontifícia Universidade Católica do Paraná, Rua Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho, Curitiba, PR, 80215 901, Brasil.

Palavras Chave: resina, derivatização, GC-MS, Araucária.

Introdução

Lignanas tem sido associada com a defesa e a regulação do crescimento nas plantas, e elas são uma importante classe de biomoléculas com potencial de aplicação nas áreas de farmácia e nutrição. Análise de lignanas atualmente é feita por cromatografia gasosa (GC) e cromatografia líquida de alta pressão (HPLC). Pirólise (Py)-GC-MS tem sido largamente utilizado em áreas como a ciência forense, polímeros orgânicos naturais, química do solo, geoquímica de petróleo e produtos naturais. Durante a pirólise on-line de certas classes de compostos químicos (alcoóis e ácidos) se faz necessário o uso de agentes derivatizantes como o hidróxido de tetrametilamônio (TMAH). Entretanto, a derivatização por TMAH não é adequado para a análise de lignanas devido ao elevado números de isômeros posicionais alcoxi e hidroxil substituídos. Nesse caso o uso do bis (trimetilsilil) trifluoroacetamida (BSTFA) pode ser uma alternativa. Resina de *Araucaria angustifolia*, uma conhecida fonte de lignanas foi usada nesse estudo, que teve por objetivo avaliar o tempo de dessorção na análise qualitativa de lignana por Py-GC-MS. Uma porção de resina foi dissolvida em acetona, e uma alíquota dessa suspensão foi aplicado em tubos de quartzo preenchido com lã de vidro, após 5µL de BSTFA foi adicionado e a amostra foi pirolisada a 300°C por 20, 60 e 120 s. Os compostos foram analisados usando um GC acoplado a um espectrômetro de massa. Os compostos foram identificados pelos espectros de massa em comparação com a literatura. No presente trabalho a análise por GC-MS das lignanas foi utilizado como comparativo (Yamamoto et al., 2004).

Resultados e Discussão

Na figura 1 a composição dos produtos produzidos por pirólise da resina araucária (300°C, 20s), na presença de BSTFA não diferiram na composição dos elementos fornecidos pela análise por GC-MS, indicando que o reagente BSTFA não alterou as estruturas químicas (por exemplo, grupos éster e éter) das lignanas durante a pirólise. No entanto, a abundância relativa dos vários componentes detectados foram diferentes (Fig. 1A, B), apenas os

compostos de menor retenção, hinoquioresinol (L1) e isolariciresinol (L2), foram semelhantes. Com o aumento do tempo de dessorção para 60 e 120 segundos, a diferença na abundância relativa foi menos evidente (Fig. 1D, C). Claramente percebe-se que os compostos de maior tempo de retenção diacetato de secoisolariciresinol (L6) acetato de 4-metoxi-lariciresinol (L8), a perda relativa foi maior em 20 segundos de dessorção (Figura 1), indicando que um aumento no tempo de dessorção os compostos menos voláteis foram melhores liberados do sistema de pirólise. No caso dos compostos de menor tempo de retenção, L1 e L2, aumentando o tempo de dessorção causou um efeito contrário, L2 teve a sua abundância relativa aumentada, enquanto a abundância relativa do L1 foi diminuída.

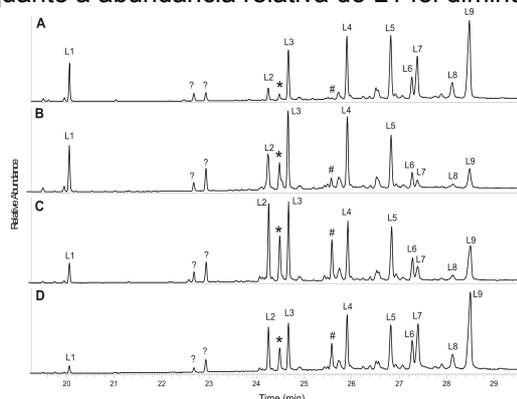


Figura 1. Cromatogramas parciais da corrente totais de íons. (A) análise por GC-MS, (B) análise por Py-GC-MS com 20 segundos de dessorção, (C) Py-GC-MS, 60s e (D) Py-GC-MS, 120 s.

Conclusões

O presente estudo mostra que a Py-GC-MS com BSTFA pode ser utilizado para investigar a presença de lignanas em produtos naturais. Recomenda-se o uso de tempo de dessorção acima de 60 segundos para uma completa volatilização dos compostos menos voláteis.

Agradecimentos

A Embrapa.

Yamamoto, S.; Otto, A.; Simoneit, B. R. T, *J. Mass. Spectrom.* 2004, 39, 1337.