

Desenvolvimento de método por UHPLC-MS/MS para determinação de polióis provenientes da bioconversão de glicerina

Flávia Soares Vieira¹, Diana Rêgo Amazonas², José Antônio de Aquino Ribeiro³, Mônica Caraméz Triches Damaso⁴, Clenilson Martins Rodrigues⁵, Patrícia Verardi Abdelnur⁶

Resumo

O biodiesel representa uma importante forma de progresso tecnológico. Entretanto, sua produção tem gerado excedentes de glicerina, trazendo novos desafios sobre como reutilizar esse coproduto. A bioconversão microbiana representa uma alternativa para converter essa fonte de carbono em compostos químicos de maior valor econômico. Para avaliar o desempenho dos microrganismos utilizados no processo, necessita-se de métodos analíticos sensíveis e seletivos para quantificar os compostos químicos produzidos, mesmo em baixas concentrações. O objetivo deste trabalho foi desenvolver um método baseado em cromatografia líquida de ultra-alta eficiência acoplada à espectrometria de massas (UHPLC-MS) para detectar e quantificar isômeros espaciais de polióis que contenham: 4 carbonos (eritritol e treitol), 5 carbonos (arabitol, ribitol, xilitol), 6 carbonos (dulcitol, iditol, manitol, sorbitol) e 7 carbonos (volemitol), passíveis de serem produzidos a partir da bioconversão de glicerina. As análises foram realizadas em um sistema UHPLC-MS com fonte de ionização por electrospray (ESI) e analisador de massas do tipo triplo quadrupolo. Parâmetros instrumentais do espectrômetro de massas (voltagem do capilar e energia do cone) foram otimizados utilizando a técnica *Direct Infusion Mass Spectrometry (DIMS)*. Utilizou-se a espectrometria de massas tandem (MS/MS) para obtenção dos perfis de fragmentação e seleção das energias de colisão e razão m/z . Para separação cromatográfica dos polióis foi utilizada a coluna BEH Amida (2,1 x 150 mm, 1,7 μ m) e a fase móvel A) H₂O com 0,1% de ácido fórmico e B) Acetonitrila com 0,1% de ácido fórmico, à vazão de 0,3 mL/min. O método desenvolvido empregou ionização ESI(+)-MS e monitoramento de reação múltipla (MRM – *Multiple Reaction Monitoring*), que fornece maior sensibilidade e seletividade para a detecção. Foram configurados dois canais MRM para monitorar cada analito, não sendo notada perda de sensibilidade. O canal que forneceu o íon fragmento mais intenso foi utilizado para quantificação e o segundo canal, menos intenso, para confirmação da presença do analito. Padrões de fragmentação semelhantes foram obtidos para os isômeros, correspondendo às reações de desidratação, comuns para esse tipo de composto. A identificação dessa classe é um desafio, pois, além de serem isômeros, possuem padrões de fragmentação semelhantes. A etapa de separação cromatográfica é crucial e permite diferenciar os isômeros durante a análise. Aliando à capacidade de separação com as vantagens de detecção, o método UHPLC-MS/MS estabelecido pode monitorar, com alta sensibilidade, 10 polióis em 20 minutos, sendo uma opção mais adequada para a etapa de prospecção de linhagens capazes de produzir polióis, mesmo em baixas concentrações.

Auxílio Financeiro: Capes e CNPq.

Palavras-chave: UHPLC-MS/MS. polióis. glicerina.

¹ Farmacêutica, mestre em Química, Universidade Federal de Goiás, sv.flavia@gmail.com.

² Bióloga, doutora em Toxinologia, diana.amazonas@gmail.com.

³ Farmacêutico, mestre em Ciências Farmacêuticas, analista da Embrapa Agroenergia, jose.ribeiro@embrapa.br.

⁴ Engenheira química, doutora em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, pesquisadora da Embrapa Agroenergia, monica.damaso@embrapa.br.

⁵ Químico, doutor em Química, pesquisador da Embrapa Agroenergia, clenilson.rodrigues@embrapa.br.

⁶ Química, doutora em Química Orgânica, pesquisadora da Embrapa Agroenergia, patricia.abdelnur@embrapa.br.