

CARACTERITZACIÓ I CLASSIFICACIÓ DE PRODUCTES NATURALS I FARMACÈUTICS MITJANÇANT CROMATOGRAFIA DE LÍQUIDS ACOBLADA AMB ESPECTROMETRIA DE MASSES D'ALTA RESOLUCIÓ (LC-HRMS)

M. Hidalgo, S. Barbosa, O. Núñez, J. Saurina, S. Hernández-Cassou, L. Puignou

Departament d'Enginyeria Química i Química Analítica, Universitat de Barcelona
Martí i Franquès, 1-11, 08028 Barcelona, mhidalse8@alumnes.ub.edu



INTRODUCCIÓ

Els nabius vermells han mostrat propietats beneficioses per a la salut, com ara la capacitat d'ajudar a prevenir infeccions en el tracte urinari, degudes al seu contingut polifenòlic [1]. Recentment, han aparegut al mercat diverses preparacions farmacèutiques de nabiu vermell, algunes de les quals se sospita que no contenen els polifenols bioactius necessaris (per exemple, proantocianidines tipus A, PACs) sinó que estan adulterades amb extractes d'altres fruites que no contenen aquests compostos. Això demostra la importància de desenvolupar mètodes analítics per estudiar i caracteritzar extractes provinents de fruites i aconseguir una correcta identificació basada en la fruita de la qual provenen els productes farmacèutics.

Per aquest motiu, l'objectiu principal d'aquest treball és trobar un mètode adequat per caracteritzar, classificar i autenticar productes naturals i farmacèutics, provinents de diferents baies, emprant mètodes d'anàlisi supervisats (perfils polifenòlics) i no supervisats (empremtes metabolòmiques).

INSTRUMENTACIÓ

Cromatografia de líquids:

- **Cromatògraf de líquids:** Accela UHPLC (Thermo Fisher Scientific)
- **Columna:** Ascentis Express C18 (150 x 2,1 mm, 2,7 µm) (Supelco)

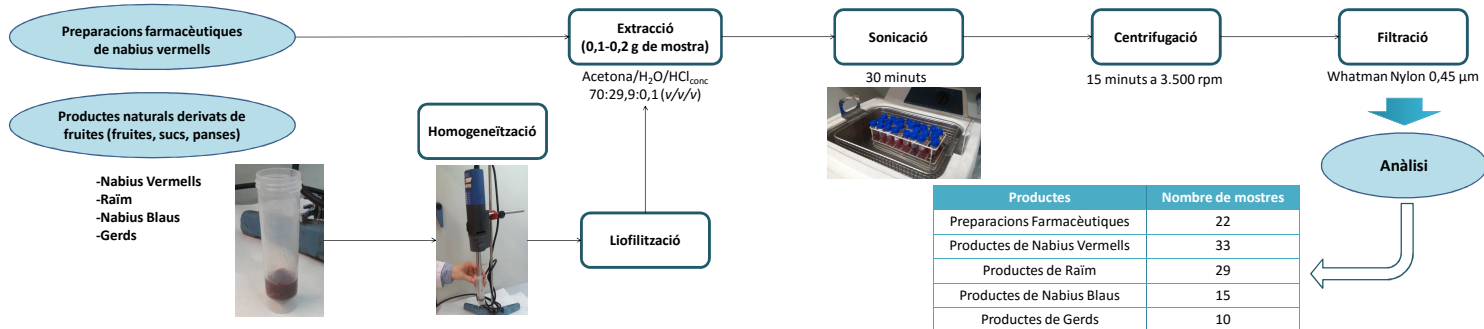
Espectrometria de masses:

- **Espectròmetre de masses:** Q-exactive Orbitrap (Thermo Fisher Scientific)
- **Font d'ionització:** Electrospray a elevada temperatura (H-ESI)
- **Modes d'ionització:** Positiu (*mètode no supervisat*) i negatiu (*mètode supervisat i no supervisat*)
- **Interval de m/z:** 100-1.500 m/z
- **Resolució:** 70.000 FWHM (Amplada a mitja alçada)

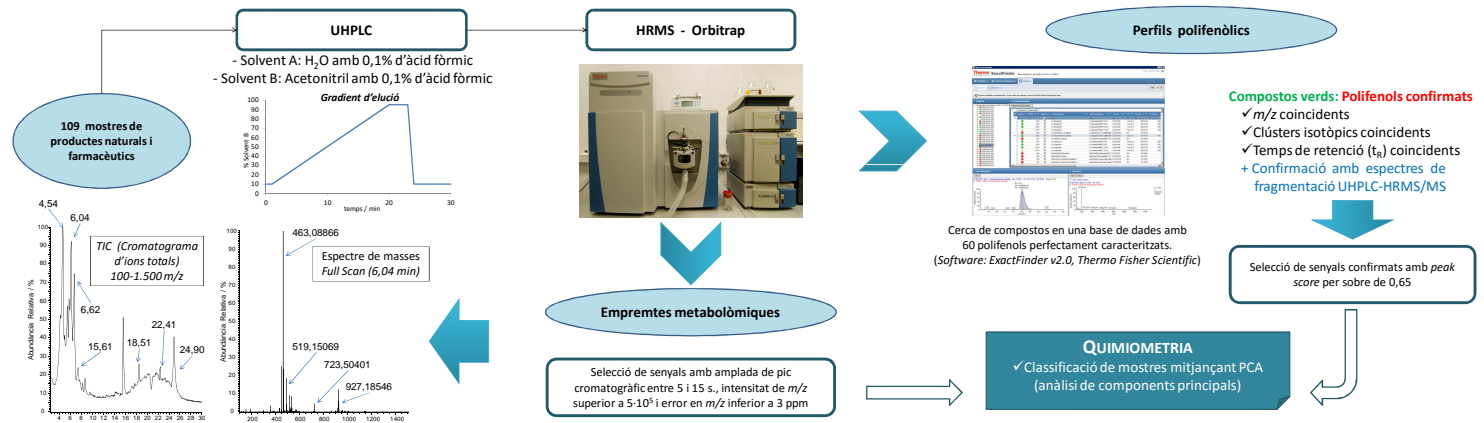
Paràmetre	H-ESI
Voltatge de la font (kV)	2,5
Temperatura de vaporització (°C)	350
Cabal del gas envoltant (u.a.)	60
Cabal del gas auxiliar (u.a.)	10
Temperatura del capil·lar (°C)	320

u.a.: Unitats arbitràries

TRACTAMENT DE MOSTRA

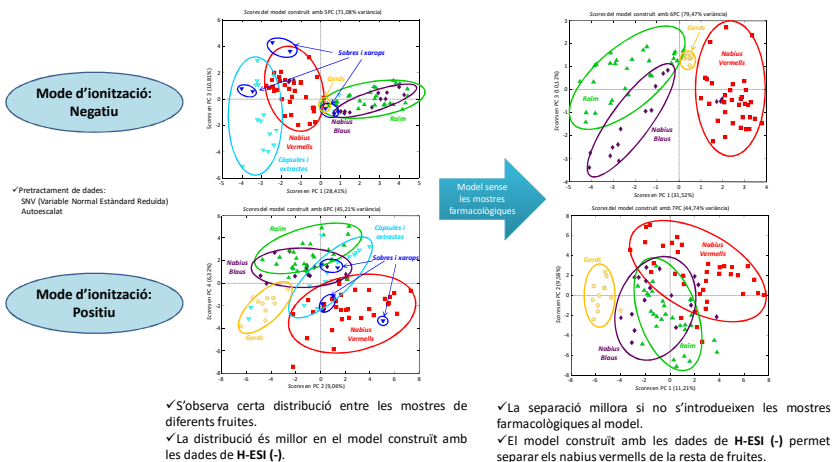


ANÀLISI PER UHPLC-HRMS

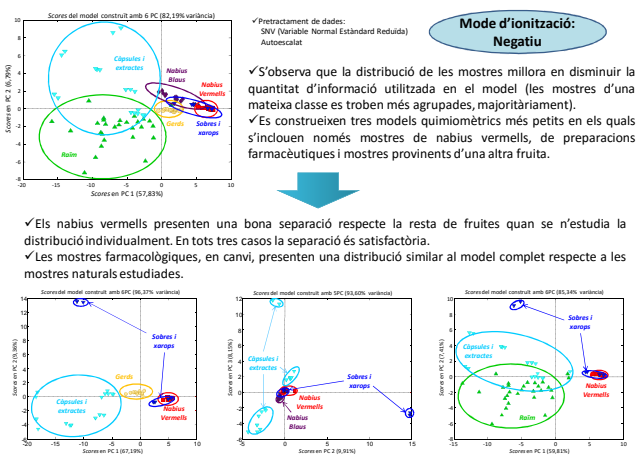


ANÀLISI QUIMIOMÈTRICA

MÈTODE NO SUPERVISAT: EMPREMES METABOLÒMIQUES



MÈTODE SUPERVISAT: PERFILS POLIFENÒLICS



CONCLUSIONS

- Els resultats confirmen que els procediments estudiats es poden emprar per classificar i caracteritzar productes naturals i farmacèutics provinents de nabius vermells, nabius blaus, gerd's i raïm.
- Tot i que estudiar els perfils polifenòlics s'obté una millor separació de les mostres, la preparació de la matriu de dades és molt més llarga i tediosa que en el cas de les empremtes metabolòmiques. Així doncs, aquestes poden ser una bona eina exploratòria per a l'estudi previ de les mostres.
- Els models quimiomètrics obtinguts, a més, es podrien utilitzar en un futur per detectar els polifenols més discriminants entre mostres (en el cas de les empremtes metabolòmiques s'obté un valor de m/z a un t_R determinat).
- El fet que la separació de les mostres de fruites sigui satisfactòria indica que la construcció de models de calibratge PLS (regressió per mínims quadrats parcials) per a l'estudi d'adulteracions amb aquestes fruites en extractes de nabius vermells es podria dur a terme. També es podrien desenvolupar models de classificació supervisats com el PLS-DA (regressió parcial per mínims quadrats amb anàlisi discriminant).

REFERÈNCIES

[1] Tarascou, J. Mazauric, E. Meudec, J. Souquet, D. Cunningham, S. Nojeim, V. Cheynier, H. Fulcrand, Food Chem., 128 (2011) 802-810.
MASTERQUÍMICA XII, BARCELONA, MAIG 2016

AGRAÏMENTS

Els autors agraeixen al Ministerio de Economía y Competitividad del Govern espanyol el finançament dins dels projectes CTQ2014-65324 i CTQ2015-63968-C2-1-P i a l'Agència de Gestió d'Ajuts Universitaris i de Recerca de la Generalitat de Catalunya el finançament dins dels projectes 2014 SGR-377 i 2014 SGR-539.