

DETERMINACIÓN DE CAPSAICINA Y DIHIDROCAPSAICINA EN GAS PIMIENTA POR LC-MS/MS

M. Córdoba Estevez, A. Pereyro, M.J. Comin
INTI Química
mcardoba@inti.gov.ar

1. Objetivo del Proyecto

Verificar el origen de los principios activos de un gas pimienta importado, mediante la determinación de los mismos en una muestra por cromatografía líquida acoplada a espectrometría masa-masa (LC-MS/MS).

2. Descripción del Proyecto

Introducción

La capsaicina y la dihidrocapsaicina se obtienen del fruto del Capsicum y son los componentes mayoritarios con mayor poder irritante dentro de la familia de los capsainocidos presentes en el Oleoresin Capsicum (OC), extracto de ajíes picantes.

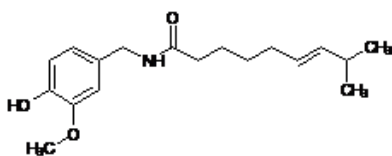


Figura 1: Capsaicina, $C_{18}H_{27}NO_3$ (PM: 305g/mol)

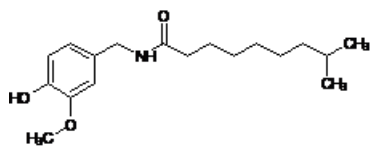


Figura 2: Dihidrocapsaicina, $C_{18}H_{29}NO_3$ (PM: 307g/mol)

En el mercado se pueden encontrar distintos gases pimienta utilizados para defensa personal. Los mismos contienen principios activos que pueden ser de origen natural o sintético. La exposición a los capsainocidos provoca una respuesta fisiológica intensa como: ceguera temporal, desorientación, irritación ocular, sensación de quemadura y sofocación. En el caso de los gases sintéticos, el activo utilizado es PAVA (vanililamida de ácido pelargónico).

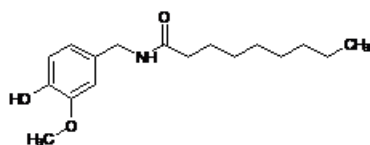


Figura 3: PAVA, $C_{17}H_{27}NO_3$ (PM: 293g/mol)

3. Logros y resultados del Proyecto

En la Figura 4 se presenta el cromatograma de iones totales (TIC) obtenido por barrido desde 100-800 (relación masa/carga, m/z) de las muestras analizadas. Se observan dos picos principales a un tiempo de retención (t_r) de 7 y 8 minutos.

En los espectros de masa (Figura 5) se observa el ion cuasimolecular $[M+H]^+$ con relación m/z de 306 para el pico de t_r 7 minutos y m/z 308 para el pico en t_r 8 minutos.

En los espectros masa-masa se observa que la fragmentación de los iones m/z 306 y 308 arrojan el mismo resultado, un ion hijo de m/z 137.

t_r (min)	$[M+H]^+$	Iones hijos	Fórmula sugerida	Molécula sugerida
7	306	137	$C_{18}H_{27}NO_3$	Capsaicina
8	308	137	$C_{18}H_{29}NO_3$	Dihidro-capsaicina

Parte Experimental

Espectrometría de masa

EQUIPO: Waters Quattro Premier XE equipado con módulo de separación HPLC Alliance (Waters)

DETECCION MS: Modo de ionización : ESI +

Capilar 3 kV Cono: 15V

Temperatura de la fuente: 150°C

Separación por HPLC

Columna ACE 3 C18 50x2.1mm

Fase móvil: 0.1% Ácido Fórmico en agua: 0.1% Ácido Fórmico en Acetonitrilo

Se analizaron las muestras obtenidas esprayando las mismas en un vial de vidrio y disolviéndolas en metanol HPLC.

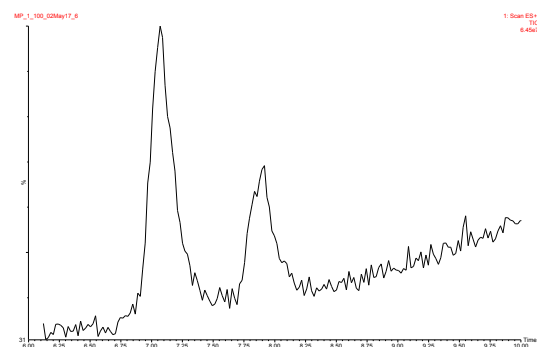


Figura 4: Cromatograma de iones totales (TIC) de Barrido de m/z 100-800

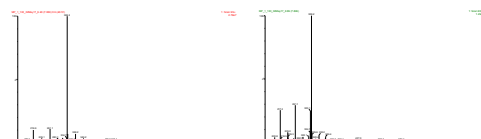


Figura 5: Espectro MS de barrido 100-800, ESI+. a) t_r 7 min, b) t_r 8 min.

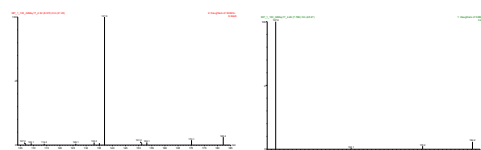


Figura 6: Espectro MS/MS de barrido de iones hijos de a) m/z 306, b) m/z 308

En la espectrometría masa-masa se produce la disociación inducida por colisión. Los iones son acelerados mediante potencial eléctrico y colisionan con moléculas neutras de Argón. La energía cinética se transforma en energía interna dando como resultado la ruptura de enlaces. Estas fragmentaciones son características de la estructura de los compuestos y permiten la elucidación estructural de los mismos.

Conclusiones

Los resultados obtenidos en los espectros de masa de las muestras coinciden con los iones cuasimoleculares hallados en bibliografía para los principales componentes del Oleoresin Capsicum (OC), extracto natural de ajíes picantes. La fragmentación de los iones cuasimoleculares es coincidente con la hallada en bibliografía. En base a todo lo expuesto se infiere la presencia en las muestras de Capsaicina y Dihidrocapsaicina, proveniente del extracto natural de ajíes picantes.