



## DETERMINACIÓN SIMULTANEA DE CINCO COLORANTES AZO-SULFONADOS MEDIANTE MALDI-MS

Missael Arroyo<sup>1</sup>, Katarzyna Wrobel<sup>1</sup>, Kazimierz Wrobel<sup>1</sup>, Eunice Yáñez<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Universidad de Guanajuato, cerro de la Venada s/n, Col. Pueblito de Rocha, C.P. 36040. Guanajuato, Gto, México.

### Resumen

Las aplicaciones de la espectrometría de desorción/ ionización laser asistida por matriz (MALDI-MS) en el análisis cuantitativo de compuestos de baja masa molecular (CBMM), han sido muy limitadas debido a diversos factores tales como la intensidad de la señal dependiente de la potencia del láser, la repetibilidad comprometida por incierta homogeneidad de co-cristalización matriz-muestra, etc. [1]. En este trabajo se abordan estrategias para mejorar el desempeño del MALDI-MS en la determinación de los cinco colorantes (CBMM) en muestras de chile de polvo; enfocándose en la etapa de pretratamiento de muestra, uso de un adecuado estándar interno (EI - colorante Rojo 27) y en la adquisición de datos espectrales.

En cuanto al pretratamiento, la limpieza de muestra consistió en la extracción de los analitos (y EI) al cloroformo después de la formación de sus pares iónicos con BTAB. Esta etapa favoreció además la generación de aductos de las moléculas con sodio  $[M-2H+Na]^-$ , como iones mayoritarios en el proceso MALDI. Para co-cristalización, se evaluaron diferentes disolventes, se varió la concentración de 9-aminoacridina (matriz química adecuada para ionización en el modo negativo), y se probaron diferentes métodos de depositación en la placa MALDI. Con base en los resultados, se seleccionó la mezcla MeOH:H<sub>2</sub>O como disolvente, 1 mg/ml de la matriz y la

mezcla matriz-muestra se depositó por el método de doble capa.

Para la optimización de la adquisición automática de espectros MALDI, se evaluaron distintos parámetros tomando como criterio, obtención de la señal más intensa posible. Se utilizó el modelo AutoFlex MALDI-TOFMS (Bruker Daltonics). La potencia del láser, así como la cantidad de disparos necesarios, y el movimiento automático del láser se ajustaron para producir espectros reproducibles con una buena intensidad de señal (Fig. 1). Posteriormente se llevó a cabo el proceso de calibración ( $R^2 > 0.99$ ) y la cuantificación de colorantes en muestras de chile en polvo. Los resultados fueron consistentes con los obtenidos mediante el procedimiento HPLC-DAD y HPLC-ESI-ITMS.

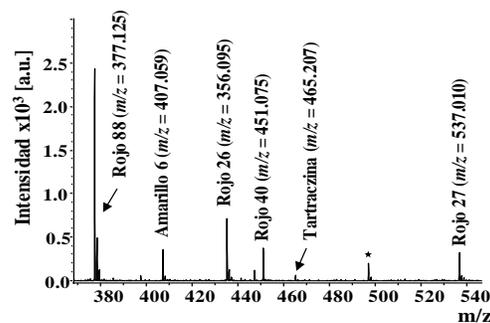


Figura 1. Espectro MALDI de una solución estándar de colorantes (0.05 µg/mL).

### Referencias.

1. Zhang, L., C.M. Borrer, and T.R. Sandrin, A Designed Experiments Approach to Optimization of Automated Data Acquisition during Characterization of Bacteria with MALDI-TOF Mass Spectrometry. Plos One, 2014. 9(3).