

Análise da relação siringila:guaiacila por cromatografia gasosa acoplado a espectrometria de massa

Fabricio Augusto Hansel

Analista da *Embrapa Florestas*, hansel@cnpf.embrapa.br

Estefano Paludzyszyn Filho

Pesquisador da *Embrapa Florestas*, estefano@cnpf.embrapa.br

Washington Luiz Esteves Magalhães

Pesquisador da *Embrapa Florestas*, wmagalha@cnpf.embrapa.br

A lignina é um polímero fenólico presente nas células da madeira e constituída por três monômeros: álcool cumarílico, álcool coniferílico e álcool sinapílico, muitas vezes denominados como hidroxifenila, guaiacila e siringila, respectivamente. Em madeira de coníferas, a lignina é do tipo guaiacila. Já nas folhosas (e.g. eucalipto) são do tipo siringila e guaiacila. O monômero hidroxifenila é geralmente encontrado em baixos teores na madeira. A determinação da relação siringila:guaiacila (S:G) tem grande interesse na indústria de base florestal, por exemplo, influência na polpação durante a fabricação do papel. Este trabalho apresenta a otimização do método de oxidação alcalina por nitrobenzeno para a determinação da relação S:G em madeira. A metodologia baseia-se na formação de um par de derivados guaiacila e siringila (ácidos siringico e vanílico, vanilina e siringaldeído). Em 50 mg de madeira foram adicionados 4 mL de NaOH (2 mol L⁻¹) e 250 µL de nitrobenzeno e o material foi colocado para reagir em reatores por 2 h à 170 °C. Em seguida, a amostra foi extraída com diclorometano (10 mL, 2x). Após este procedimento, a solução aquosa foi acidificada com HCl concentrado até pH 1. Foram realizadas extrações com diclorometano (5 mL, 3x) e os extratos foram combinados em um tubo de ensaio, secos, e avolumados para 1 mL com clorofórmio. Uma alíquota de 50 µL foi retirada, seca e derivatizada com bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida (BSTFA, 30 µL, 1 h, 70 °C). Após este período, a amostra foi seca e avolumada para 0,5 mL para análise por GC-MS. Primeiramente, a metodologia foi aplicada em padrões representando os quatro produtos de oxidação em diferentes quantidades (200, 400 e 800 µg). A relação S:G para todas as doses foi unitária, com coeficiente de variação inferior a 10%, indicando que o procedimento total (reação, extração e análise) não afetou a extração de um composto em detrimento a outro. A metodologia foi aplicada em uma amostra de *E. benthami*, a qual apresentou uma relação S:G de 2,6 com um coeficiente de variação igual a 2,1%. Dessa forma, a metodologia de oxidação alcalina por nitrobenzeno já está disponível para o uso nos laboratórios da Embrapa Florestas.

Palavras-chave: Lignina; CG-EM; determinação.

