

MÉTODOS DE DERIVATIZACIÓN PARA ANÁLISIS DE COMPUESTOS POR GC Y GC-MS.

OBJETIVO:

La derivatización analítica puede aplicarse en un amplio rango de disciplinas. Además del tradicional campo de la química orgánica, los métodos de derivatización constituyen una parte primordial de muchos análisis químicos, principalmente en el campo de la medicina, la industria farmacéutica y la alimentación. El objetivo del curso es proporcionar a los alumnos los conocimientos teórico-prácticos suficientes para iniciarse en el trabajo con la derivatización previa de muestras para su análisis por cromatografía de gases (GC) y cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS). El alumno adquirirá las pautas necesarias para desarrollar un método de análisis mediante una derivatización de los compuestos de interés antes de su introducción en el sistema GC ó GC-MS. Se discutirán aspectos relacionados con la preparación de muestra y optimización de las condiciones de derivatización para obtener una buena sensibilidad. Finalmente, se mostrarán las posibilidades de la técnica y sus aplicaciones más importantes en diferentes campos, especialmente el farmacéutico y la industria alimentaria.

Teoría (4 horas)

- Definición de derivatización en GC. Razones para el uso de reacciones de derivatización en GC y GC-MS
- Criterios para la elección de un reactivo derivatizante
- Clasificación de la principales técnicas de derivatización en GC:
- Acilación: Mecanismos de reacción. Reactivos de acilación. Ventajas e inconvenientes.
- Alquilación: Mecanismos de reacción. Reactivos de alquilación. Ventajas e inconvenientes.
- Sililación: Mecanismos de reacción. Reactivos de sililación. Ventajas e inconvenientes.
- Quiral: Mecanismos de reacción. Reactivos quirales. Ventajas e inconvenientes.
- Parámetros a optimizar durante el proceso de derivatización: acondicionamiento del material de vidrio, toma de muestra, acondicionamiento del inyector, tiempo y temperatura de reacción, proporción y naturaleza de los reactivos derivatizantes, tipo de columna y de detector en GC...
- Selección del reactivo derivatizante apropiado según el grupo funcional de la molécula
- Automatización de la derivatización en GC: automuestreadores, SPE, SPmE, HPLC+HRGC.
- Troubleshootings: Discusión de problemas observados en los procesos de derivatización y sus posibles soluciones.
- Análisis Cualitativo y Cuantitativo
- Aplicaciones

Aplicación práctica (4 horas)

- Optimización de los parámetros que afectan a la derivatización de ácidos grasos en matrices alimentarias mediante la formación de ésteres metílicos. El alumno deberá realizar la preparación de muestra consistente en una transesterificación de los ácidos grasos presentes en la matriz y posterior análisis mediante GC. Cuantificación mediante normalización interna.
- Otros ejemplos analíticos: Análisis de benzodiazepinas en muestras biológicas y/o en muestras farmacéuticas.

