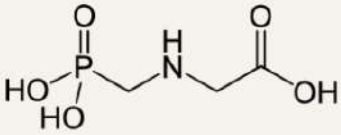
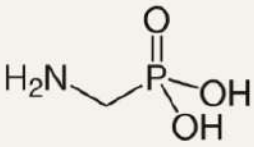
Glifosato en plantas de maíz

Objetivo de la determinación

El objetivo es medir glifosato (GLYP) y ácido aminometilfosfónico (AMPA), previamente derivatizados con 9-fluorenilmetilcloroformiato (FMOC-Cl), en plantas de maíz genéticamente modificadas y tratadas con herbicidas, utilizando cromatografía líquida acoplada a detección por fluorescencia y espectrometría de masas con ionización por electrospray.





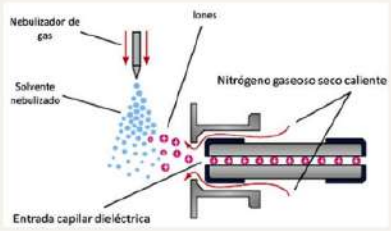
Características de los analitos

GLYP: Es un compuesto polar, con afinidad por el agua y por los cationes metálicos. Es un analito ácido, no volátil y estable en condiciones normales. Tiene alta toxicidad, bloqueando la síntesis de aminoácidos esenciales.

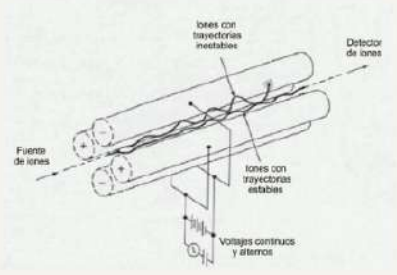
AMPA: Es un compuesto polar y térmicamente estable. Es susceptible a la degradación con microorganismos siendo el metabolito primario del GLYP. Interfiere en funciones metabólicas de las plantas.

Introducción de muestra y fuente

La introducción de muestra se lleva a cabo con un automuestreador estándar acoplado a la cromatografía líquida en fase inversa.
Como fuente se emplea una fuente de desorción en concreto electrospray en modo positivo.



Analizador y detector



El analizador utilizado es el cuadrupolo simple en modo barrido.
El modo de adquisición es SIM, en el que solo se mide un ion de una determinada m/z.
Se hace uso de un multiplicador de electrones para detectar las masas.

BISPHENOLS BEE POLLEN

Objetivo

Desarrollar y validar un método para determinar catorce bisfenoles en polen de abeja mediante UHPLC-MS/MS.

Analitos

Los bisfenoles (A, B, C, E, F, M, P, S, Z, AF, AP, BP, FL, PH) son compuestos de baja o moderada polaridad. Además, son térmicamente inestables y no volátiles.
Matriz: polen de abeja

Instrumentación

Introducción de muestra: UHPLC
Fuente de ionización: ESI (-)
Analizador: QqQ (MS/MS) en MRM
Detector: Multiplicador de electrones en modo discontinuo

Alternativas instrumentales

María Yue Fernández
Lydia Descalzo
Iker Fernández

https://prezi.com/view/2ICJlfLpD04zVh60GyNs/

Compuestos volátiles en pan sin gluten

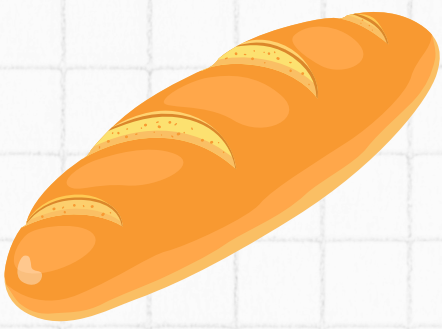
Analitos:

Se identifican 44 compuestos volátiles en la corteza del pan y sus variantes sin gluten. Principalmente proceden de las reacciones de Maillard. Los más importantes son:

2-acetil-1-pirrolina, 3-metilbutanal, 2,3-butanodiona y 4-hidroxi-2,5-dimetil-3(2H)-furanona. Los compuestos 2-(E)-nonenal y 2,4-(E,E)-decadienal proceden de la oxidación lipidica, no de la reaccion de Maillard

Introduccion de muestra

Los compuestos que se van a analizar se caracterizan por su volatilidad, por tanto la introducción de muestra se llevará a cabo por cromatografía de gases (GC). Antes, se lleva a cabo una microextraccion en fase solida para extraer los compuestos volátiles sin utilizar solventes (SPME)

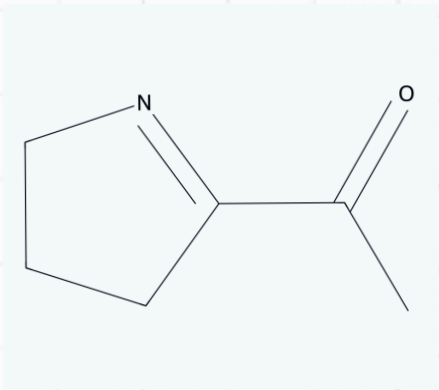


Fuente

Ionización electrónica (EI). Se introducen los compuestos volátiles separados por cromatografía de gases en la cámara de ionización electrónica, donde se bombardean con electrones a 70eV, fragmentando la molécula y formando iones. En esta técnica existen patrones de fragmentación reproducibles, por lo que resulta efectiva en la identificación de compuestos.

Analizador

QTOF: cuadrupolo acoplado a tiempo de vuelo.
El cuadrupolo filtra los iones según su relación m/z manteniendo únicamente aquellos iones deseados, los cuales pasan a la celda de colisión. Una vez allí colisionan con el gas inerte y se fragmentan. Luego pasan al analizador de tiempo de vuelo, donde se aceleran mediante un campo eléctrico que les permite viajar a través del tubo. Se trabaja en modo SCAN, haciendo un barrido de todos los iones.



Detector

Multiplicador de electrones de dinodos discretos: Los electrones chocan contra la superficie del cátodo y del primer dinodo liberando electrones secundarios, los cuales son acelerados al siguiente dinodo. Al llegar a este segundo dinodo, cada electrón golpea el dinodo y libera más electrones secundarios. Este proceso se repite hasta el último dinodo, donde se recoge la corriente y se transforma en señal eléctrica.

Optimización del método

Para potenciar las reacciones de Maillard se utilizan mezclas de aminoácidos con azucares, dado que mejoran el aroma.
Se aplica RSM (diseño de superficie de respuesta) a los valores de los dos principales componentes de cada compuesto. Además, el uso de PCA (análisis de componentes principales) reduce la dimensionalidad de los dos componentes principales de cada compuesto.

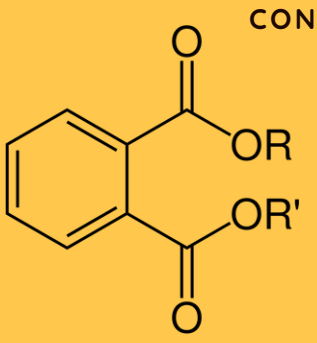
Alternativas

Se puede utilizar SPME-GC/MS. Este es el método tradicional: microextracción en fase sólida para introducir la muestra con un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas. Es menos precisa que GC/QTOF en compuestos complejos.

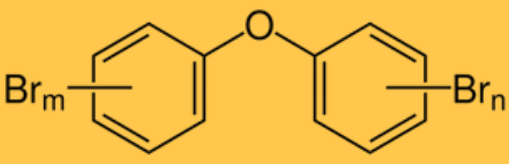
DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE PLASTIFICANTES EN MIELES

-MATRIZ: MIELES DE DISTINTOS ORÍGENES BOTÁNICOS, MULTIFLORAL, BREZO Y ROMERO.

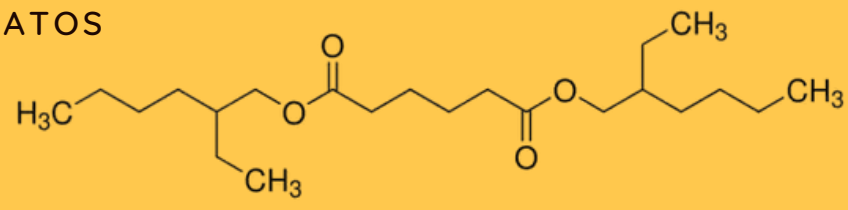
-ANALITOS: FTALATOS, ADIPATOS Y ÉTERES HALOGENADOS.
CONCRETAMENTE: DMP, DEP,DBP,BBP,DEHP, DNOP,DEHA,4-BDE,4-CDE.



FTALATOS



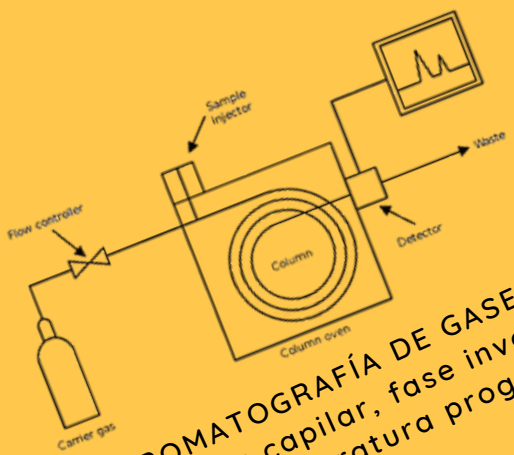
ÉTERES HALOGENADOS



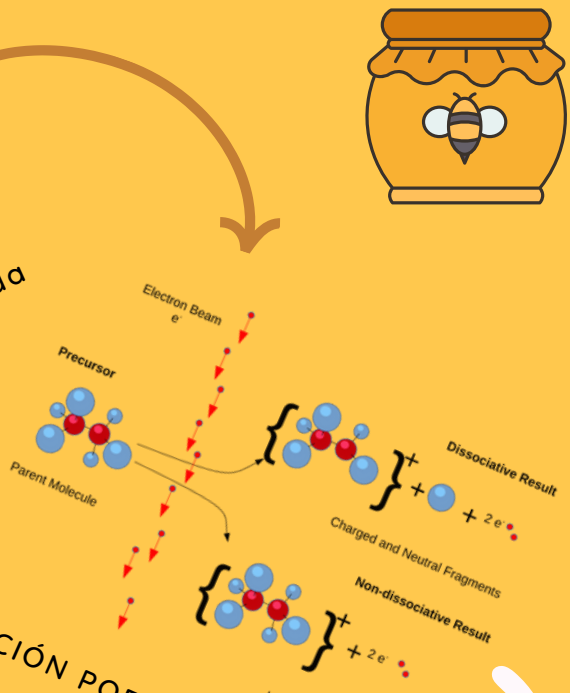
ADIPATOS

- COMPUESTOS POCO POLARES.
- TERMOESTABLES Y VOLÁTILES.
  PUNTOS DE EBULLICIÓN ENTRE 150 Y 400 °C.

INSTRUMENTACIÓN ANALÍTICA Y DISEÑO INSTRUMENTAL

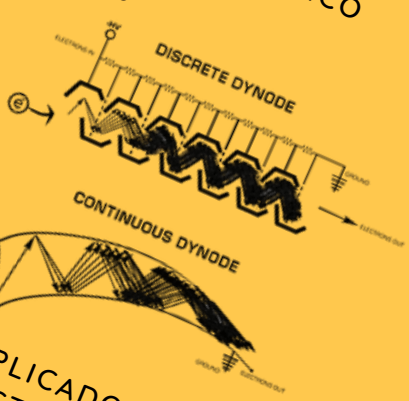


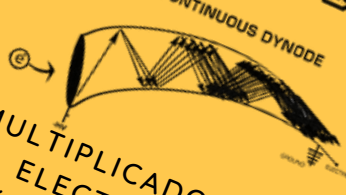
CROMATOGRAFÍA DE GASES
-columna capilar, fase inversa
-modo de temperatura programada



IONIZACIÓN POR IMPACTO ELECTRÓNICO
-fuente dura
-modo positivo

ANALIZADOR CUADRUPOLAR SIMPLE
-MS
-rango 50-550 m/z
-modo SIM



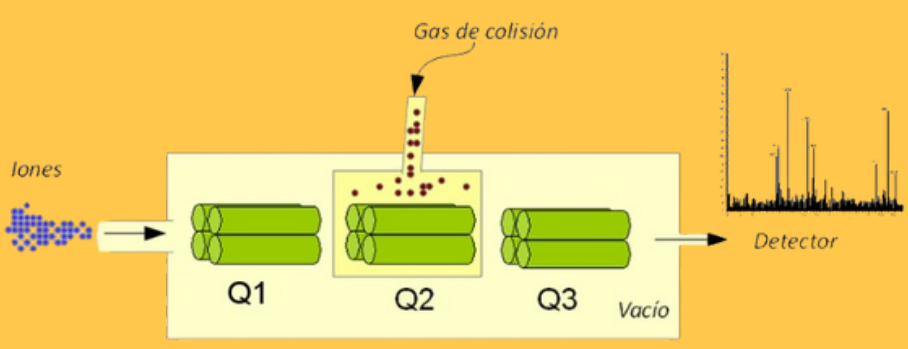


MULTIPLICADOR DE ELECTRONES
-dínodos discretos

ALTERNATIVAS INSTRUMENTALES

ANALIZADOR CUADRUPOLAR SIMPLE

ANALIZADOR DE TRIPLE CUADRUPOLO CON MONITORIZACIÓN MÚLTIPLE DE IONES



UHPLC-MS/MS

Cromatografía Líquida de Ultra Alta Resolución-
Espectrometría de Masas en Tándem

OBJETIVO:

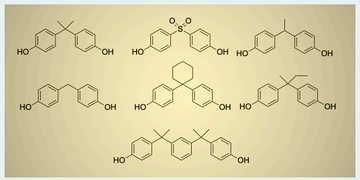
Desarrollo y validación de un método analítico ecológico para determinar 14 bisfenoles en polen de abeja mediante UHPLC-MS/MS.

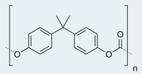
MATRIZ: Polen de abeja

- Anticancerígeno
- Antiinflamatorio
- Antioxidante
- Indicador de contaminación

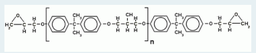
ANALITOS: Bisfenoles (A, B, C, E, F, M, P, S, Z, AF, AP, BP, FL, PH)

- Sólidos incoloros o blancos
- Anfipáticos
- Poco solubles en agua, solubles en disolventes orgánicos
- A temperaturas altas, se descomponen
- Lipofílicos





Policarbonato



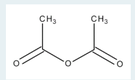
Resinas epoxi

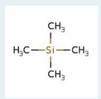
RESULTADOS

- 30 muestras
- Presencia de bisfenol M, P y S en 12 muestras
- Bisfenol S por encima del valor límite de EFSA
- Más respetuoso con el medio ambiente: SUPRAS

ALTERNATIVAS INSTRUMENTALES:

- Técnicas cromatograficas.
- GC: inconvenientes
  -Derivatización.

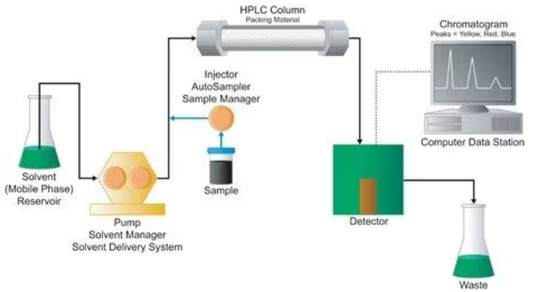




UHPLC-MS/MS

Sistema UHPLC

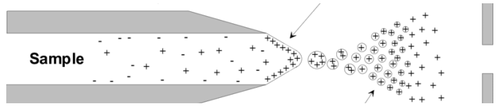
- Depósito de disolvente
- Sistema de bombeo
- Sistema de introducción de la muestra
- Columna cromatográfica de C18

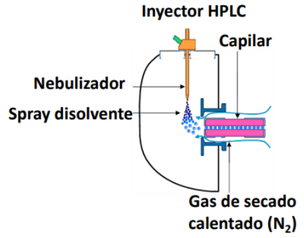


MS/MS

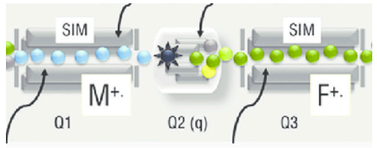
- Fuente de ionización ESI
- Analizador QqQ
  Modo de trabajo: MRM
- Detector: multiplicador de electrones

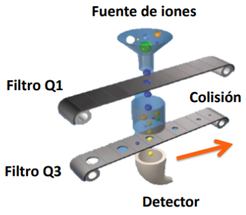
ESI (Electronebulización)



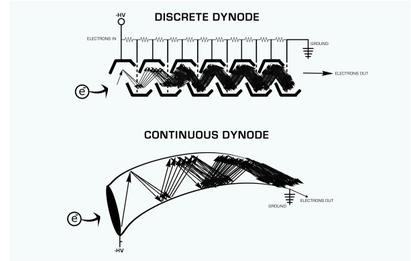


QqQ (Triple cuadrupolo)





Multiplicador de electrones



Jose Tomás Martín, Raquel Matía Herrezuelo, Álvaro Vidal Valdeolmillos

ANÁLISIS DE COMPUESTOS VOLÁTILES EN HARINAS SIN GLUTEN Y ALMIDÓN DE MAÍZ

ANALITOS DETERMINADOS Y SUS CARACTERÍSTICAS / MATRIZ

MATRIZ: El análisis se lleva a cabo con 4 muestras de harinas sin gluten y una de almidón de maíz sin gluten

ANALITOS: 73 compuestos volátiles, 16 de ellos comunes en todas las muestras

CARACTERÍSTICAS ANALITOS:

- Rango Tª de ebullición: 43-150 ºC
- Volátiles, térmicamente estables

SISTEMA DE INTRODUCCIÓN

Se introdujo la muestra por GC utilizando una columna polar (30 m x 0.25 mm ID)

Las condiciones de funcionamiento fueron de Tª programada, aumentando la Tª de 45 a 250 ºC en 43 minutos.

Gas portador: Helio, suministrado en un caudal de 1,1 mL/min.

Tª inyector: 270ºC

FUENTE Y ANALIZADOR

FUENTE GASEOSA: Ionización por impacto electrónico (IE), a 70 eV. Se impone MODO POSITIVO

ANALIZADOR: Q-TOF, sistema híbrido de un cuadrupolo (Q) y tiempo de vuelo (TOF). Nos proporciona información MS

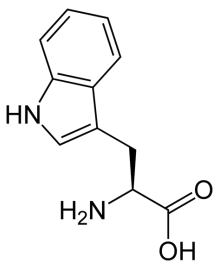
MODO DE ADQUISICIÓN Y DETECTOR

MODO DE ADQUISICIÓN: MRM (se hacen dos análisis. En el primero se obtiene el perfil de los compuestos volátiles, en el segundo se fragmentan con la celda)

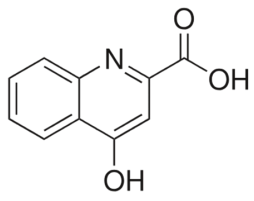
DETECTOR Multiplicador de electrones, de tipo dinodos discretos

Marta Obispo, David Pedrosa y Virginia Santos

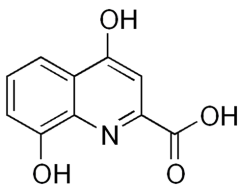
DETERMINACION DE AMINOACIDOS EN LA MIEL



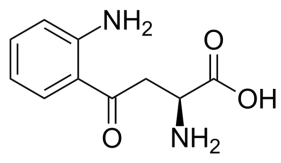
Triptófano



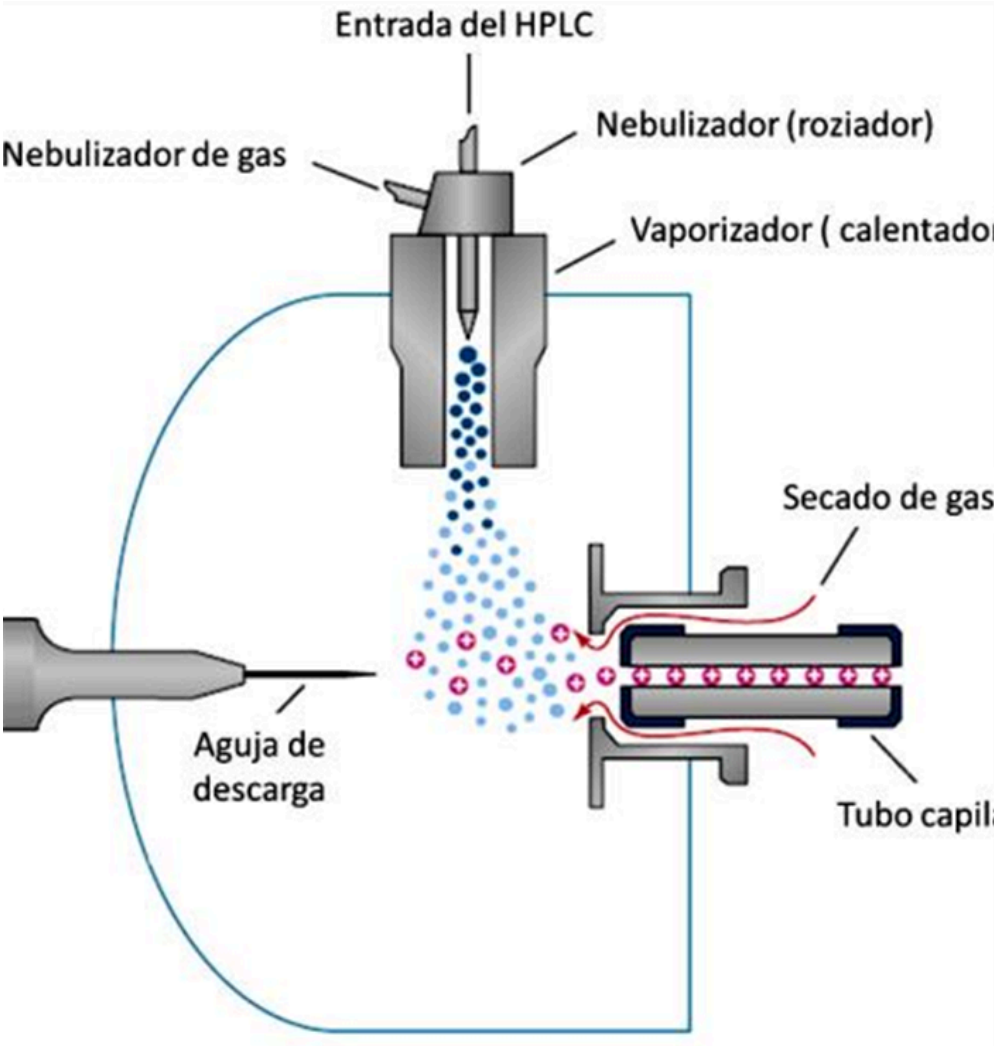
Ácido quinurénico

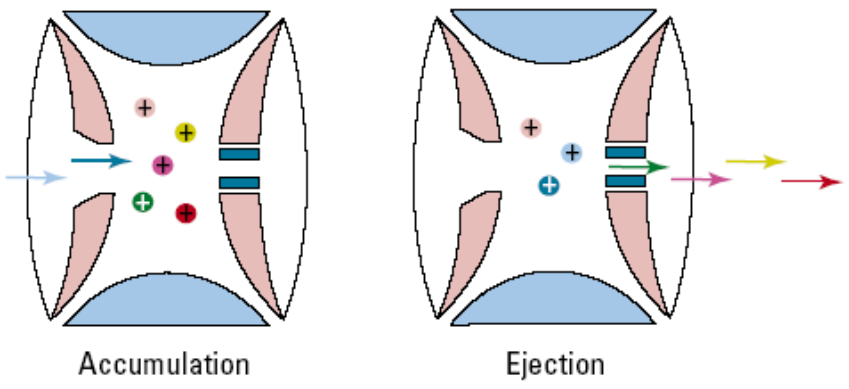


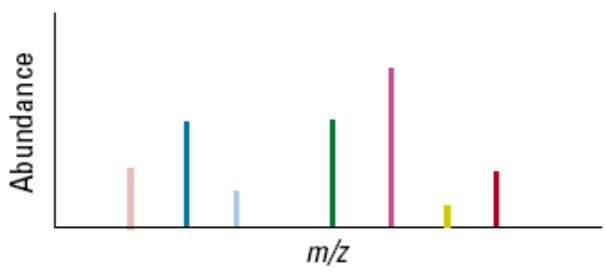
ácido xanturénico



Quinurenina

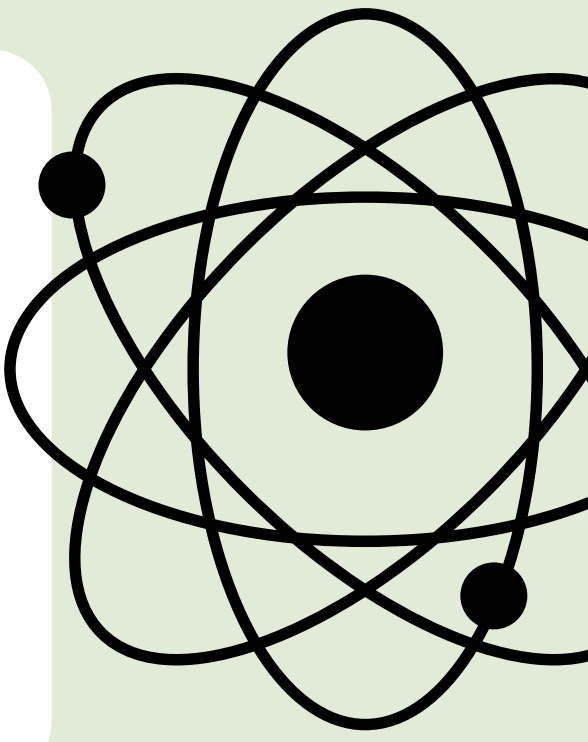






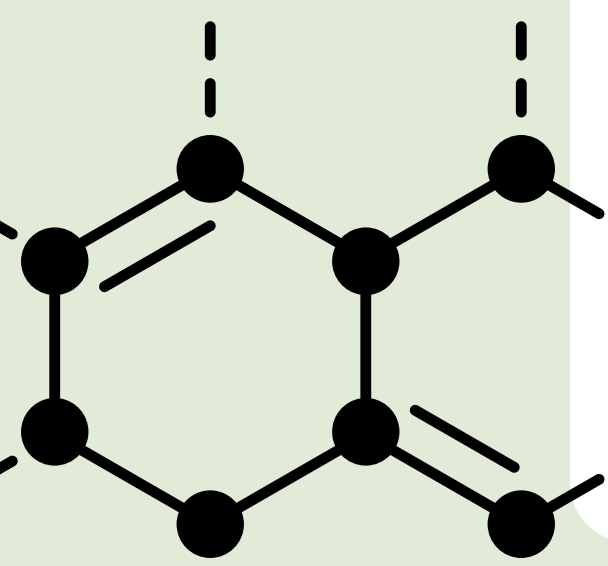
Alvaro Puebla Rodríguez
Lidia Polanco Vegas
Lucia Quintero Quintana

CROMATOGRAFÍA DE GASES-ESPECTROMETRÍA DE MASAS PARA ESTUDIAR LOS PERFILES DE ÁCIDOS GRASOS EN PATATAS FRITAS



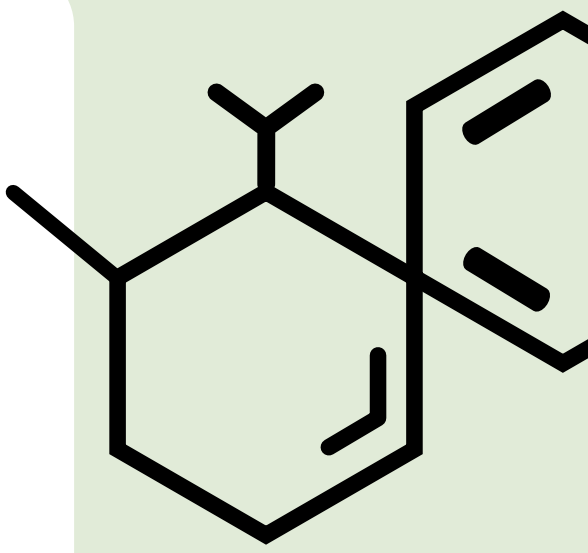
Objetivo de la determinación

El objetivo principal de este estudio fue analizar en detalle la influencia de la variedad de patata sola (Hermes y Mustang) o combinada con aceite para freír, en el contenido de ácidos grasos de las patatas fritas comerciales.



Caracterísitcas de los analitos

Son ácidos carboxílicos de cadena larga lo cual los hace muy apolares. Los ácidos grasos tienen puntos de ebullición muy altos, por ello se deben derivatizar a sus respectivos esteres. El punto de fusión y ebullición del ácido graso están directamente relacionados con la longitud de la cadena de este.

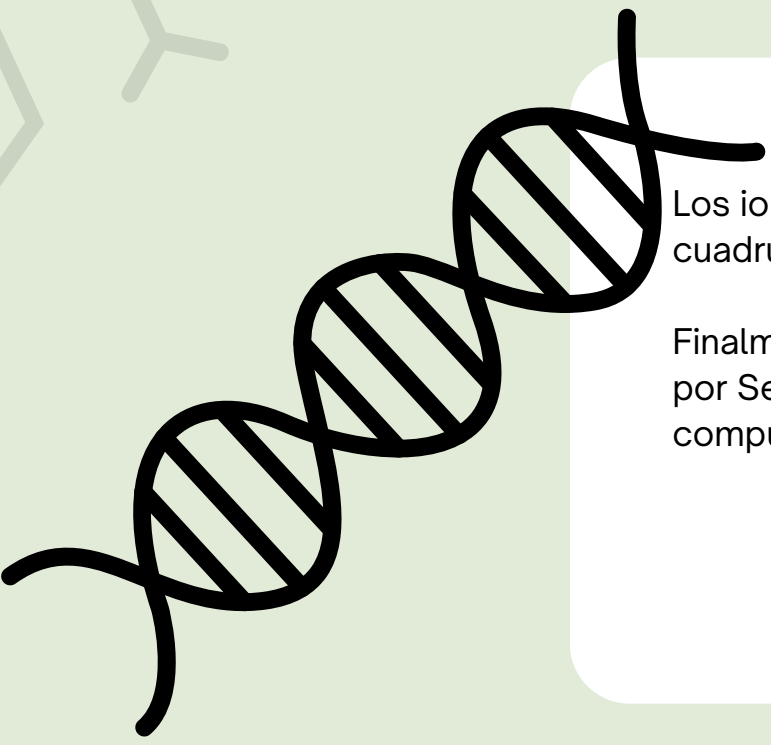


Instrumentación

Los ácidos grasos derivatizados se analizaron a través de GC-MS.

Para la inyección de la muestra por GC se usó un inyector splitless.

Como fuente de ionización se optó por el IE en modo positivo, método más común en GC



Los iones se analizaron a través de un cuadrupolo simple a alta temperatura.

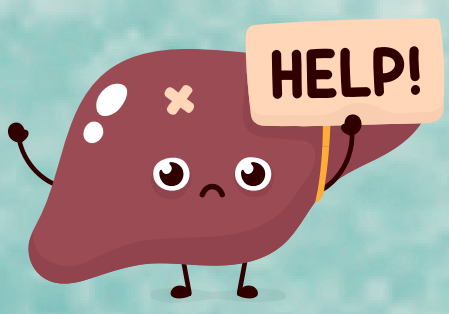
Finalmente, las señales fueron detectadas por Selected Ion Monitoring (SIM), útil para compuestos de alta sensibilidad.

Iván Santamarta y Jimena Mañanes Mateos

RODENTICIDAS ANTICOAGULANTES EN TOPILLOS

OBJETIVO

- Analitos: **CP, DF, BD,BF**
- Matriz: **hígado/intestino/músculo**



CARACTERISTICAS

- **Térmicamente inestables**
- **Polaridad media**
- **Peso molecular <1200 m/z**

INSTRUMENTACIÓN

- Método: **LC-DAD-FLD-ESI-MS**
- Introducción muestra: **HPLC**
- Fuente: **Desorción ESI**
- Analizador: **Cuadrupolo simple (Q)**
- Modo adquisición: **Negativo**
- Detector: **FLD y DAD**