

www.uclm.es/centros-investigacion/irica



UNIMAT
Unidad de Materiales



SAMAN
Simplification Analytical,
Miniturization and Nanotechnologies



GREENCHEM
Unidad de Química Sostenible



UNIDEA
Unidad de Alimentos



**SERVICIO DE
INSTRUMENTACIÓN**
Unidad de instrumentación y apoyo
a la investigación

 **IRICA**

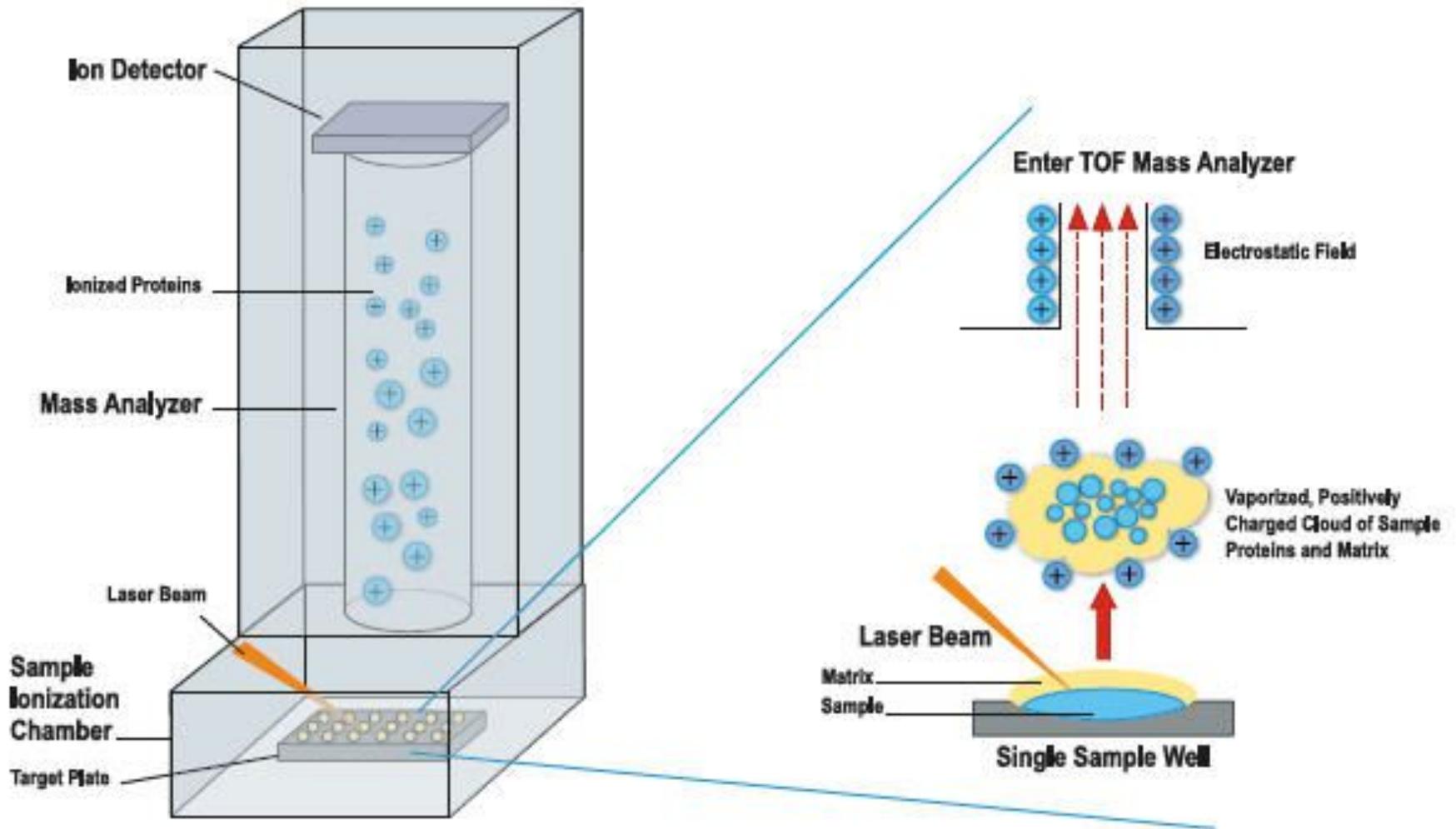


MALDI-TOF-TOF



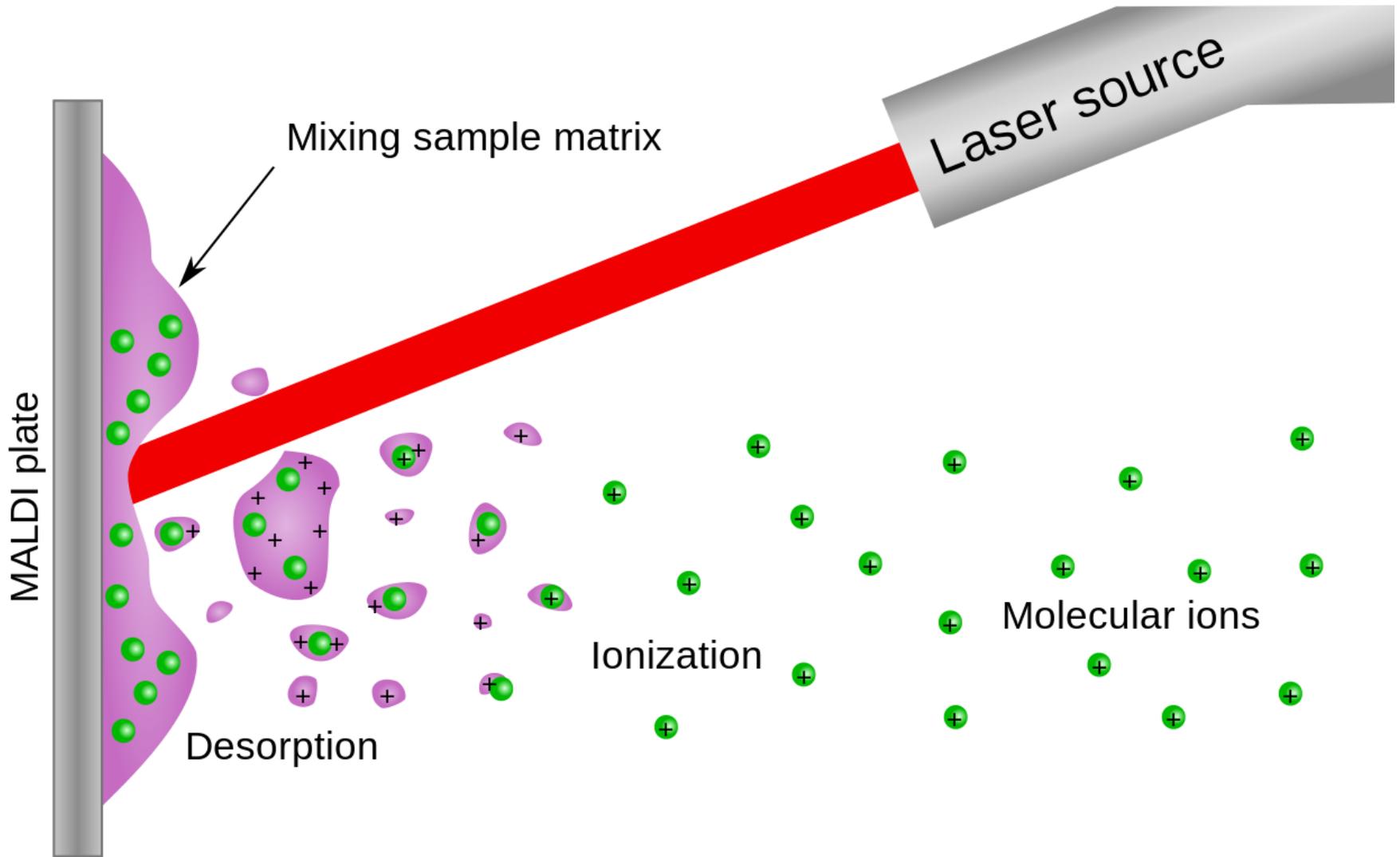
<https://youtu.be/0jeFpXHZ8W0>

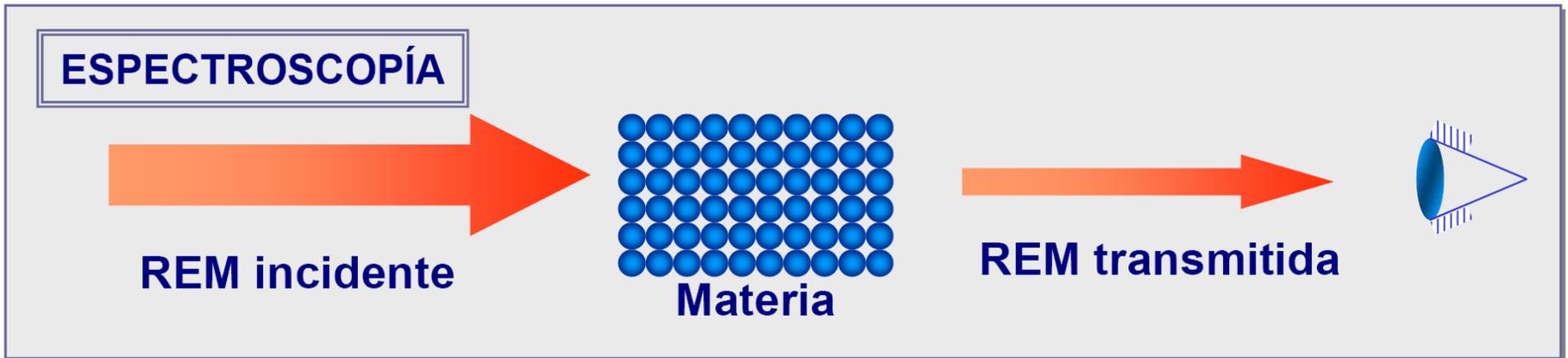
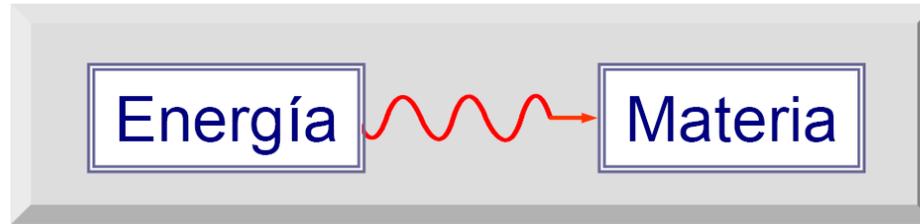
MALDI-TOF-TOF



<https://youtu.be/0jeFpXH8W0>

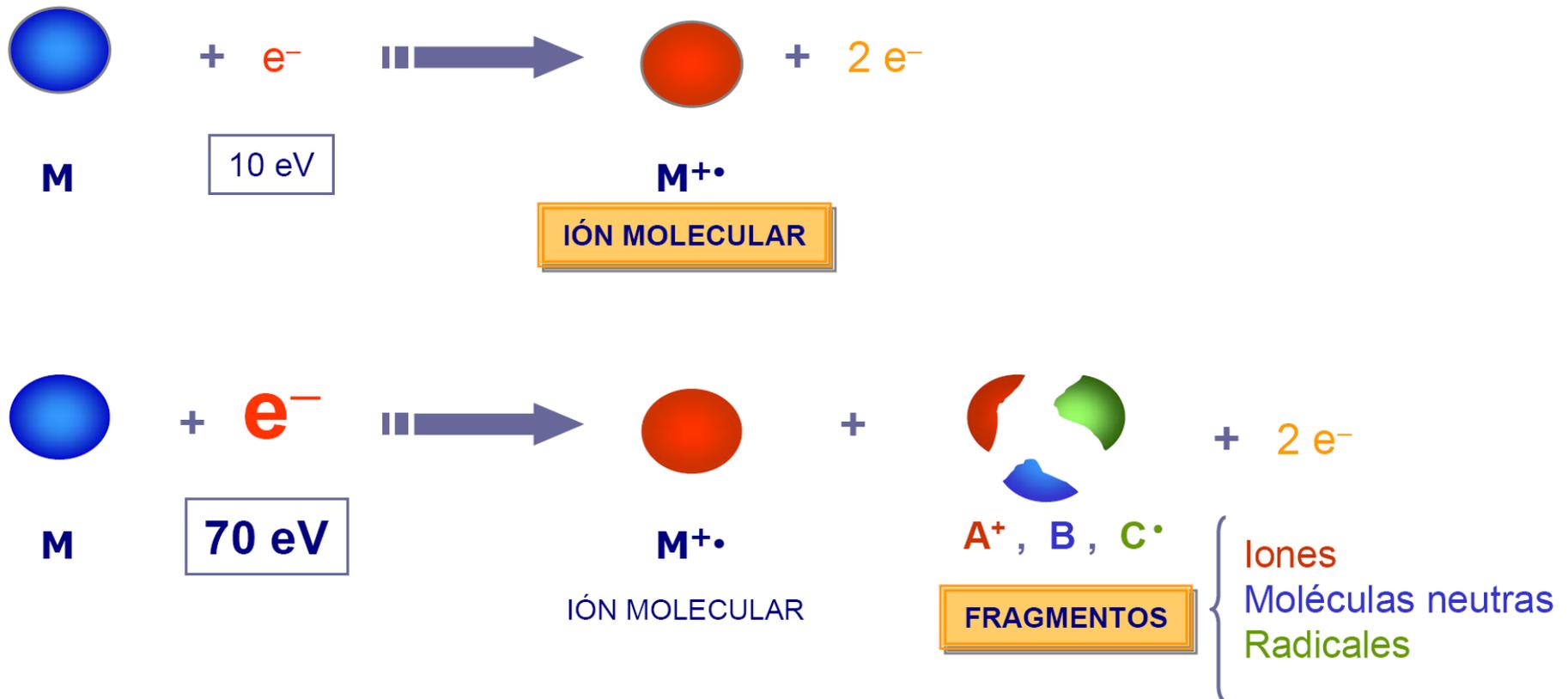
MALDI-TOF-TOF

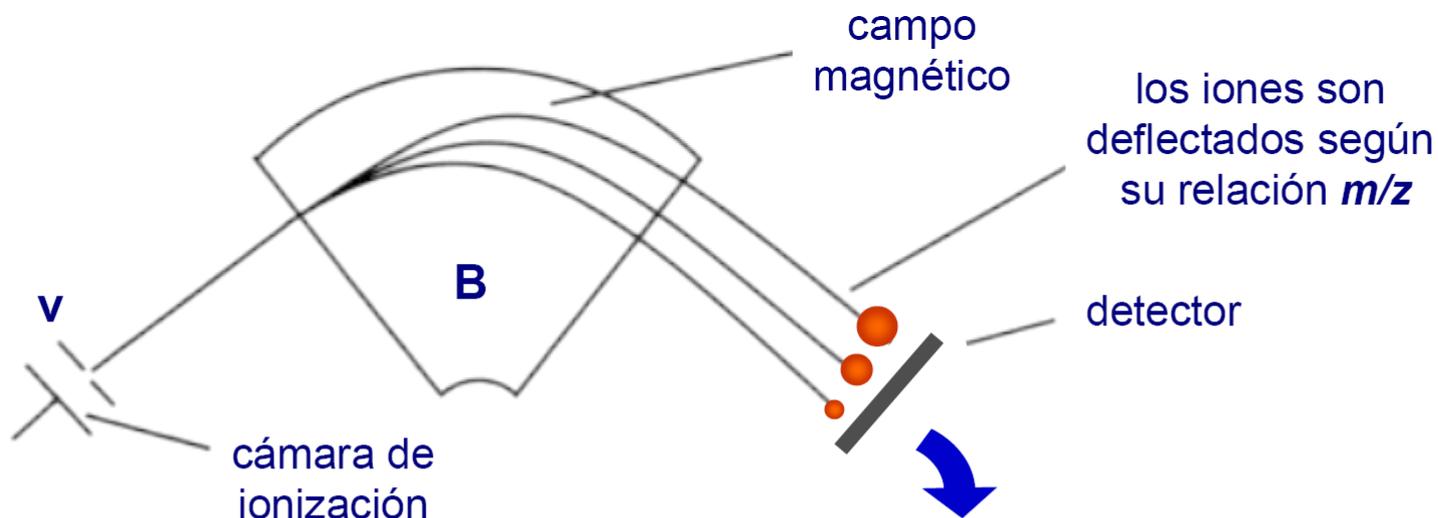




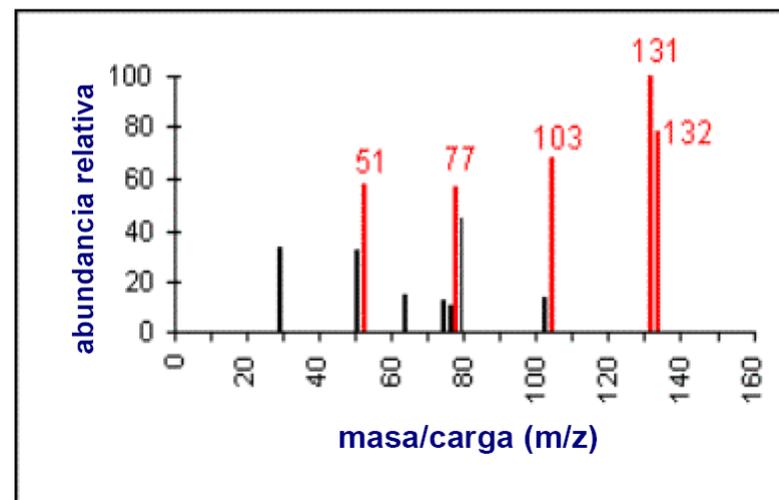
ESPECTROMETRÍA DE MASAS

“Método de análisis basado en el estudio detallado de los iones que se forman al suministrar energía a una molécula”





El **espectro de masas** es un diagrama de barras en el que la altura indica la abundancia relativa de los distintos iones producidos, que aparecen ordenados en función de su relación masa/carga (m/z)



http://www.chem.arizona.edu/massspec/example_html/examples.html

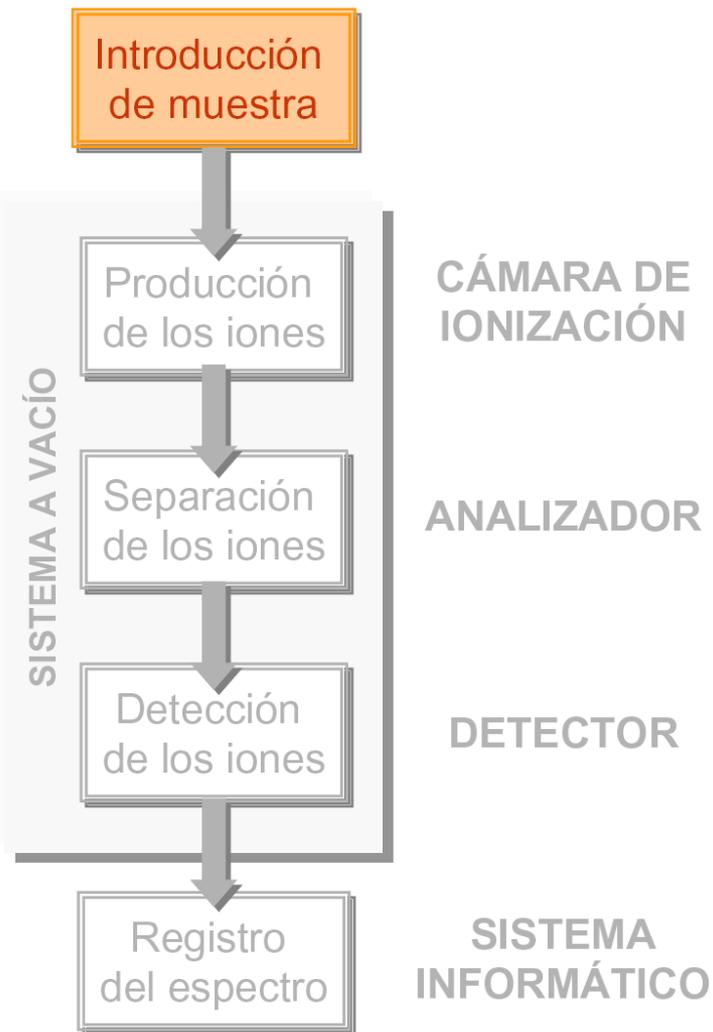
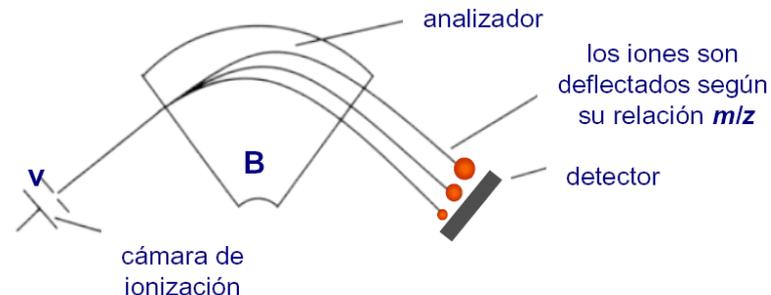
POSIBILIDADES DE LA EM

1. Capacidad de **identificación** (desde átomos a moléculas muy complejas)
2. Es **cualitativa** y **cuantitativa**
 - huella dactilar
 - medir [sust]
3. Permite analizar **mezclas complejas**
4. Posee una **gran sensibilidad**: [] de ppq (*partes por cuadrillón*)
5. Es **universal** y **específica** (muestras sólidas, líquidas o gaseosas)
6. Permite **determinar el peso molecular** de la sustancia analizada
7. Suministra **información estructural** de la molécula analizada
8. Suministra **información isotópica**
9. Es **muy rápida** (espectro en décimas de segundo)
10. Técnica en fin muy **evolucionada** y **automatizada**

INCONVENIENTES DE LA EM

1. Necesidad de disponer de la muestra en **fase vapor** sin descomposición lo que implica que la sustancia a analizar sea:
 - Volátil
 - Termoestable
2. Es una técnica **destruktiva**
3. Es necesario un **alto vacío** (10^{-6} torr)
4. **Dificultad operativa**
5. Dificultad de analizar sustancias de **alto peso molecular**

INSTRUMENTACIÓN



INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA

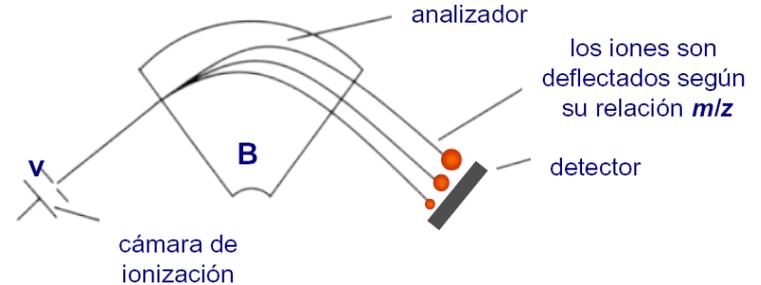
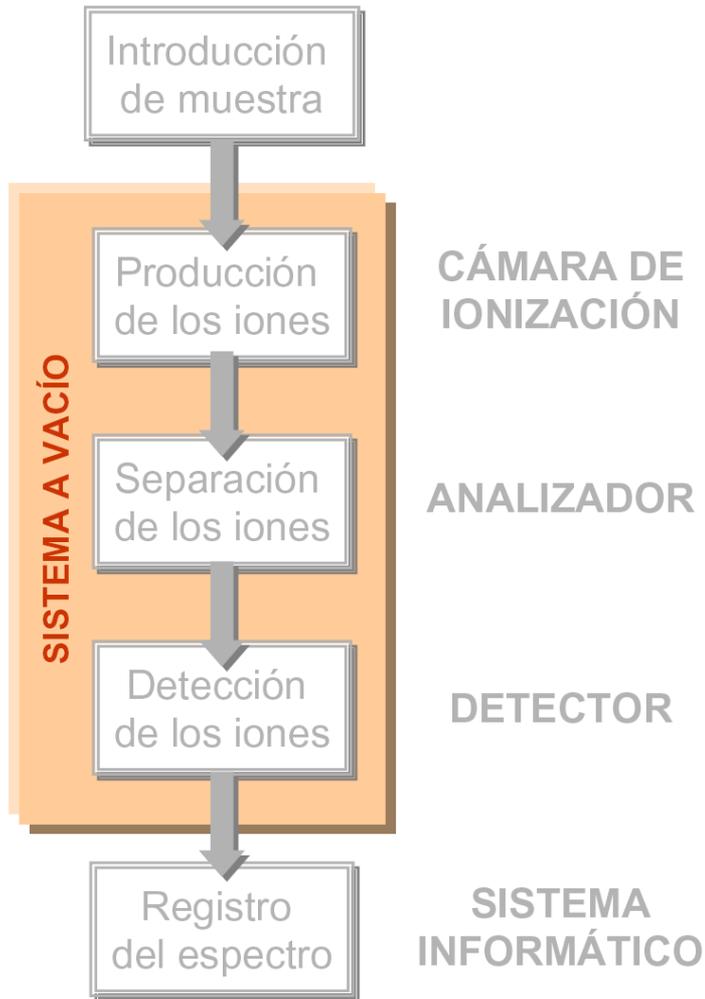
La muestra (10^{-3} a 10^{-15} g) se puede introducir :

- ✓ **De forma directa** (sólidos o líquidos)
- ✓ **De forma indirecta** (líquidos o gases)

En la introducción **directa** la muestra se coloca en un crisol de oro que se introduce directamente en la cámara de ionización.

En la introducción **indirecta** la muestra se hace pasar previamente por un cromatógrafo.

INSTRUMENTACIÓN



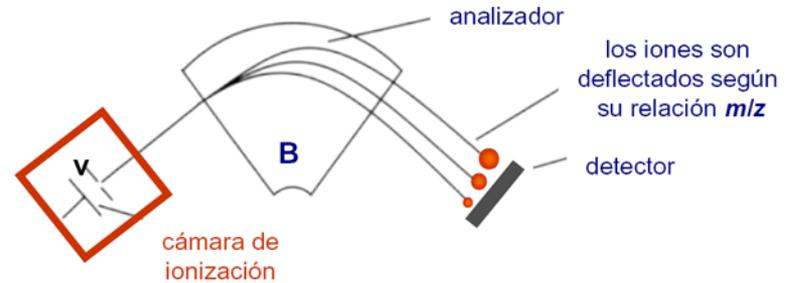
NECESIDAD DEL VACÍO

El espectrómetro de masas debe evacuarse a alto vacío (10^{-4} a 10^{-6} torr) para procurar un **camino libre de colisiones** (CLC) a los iones:

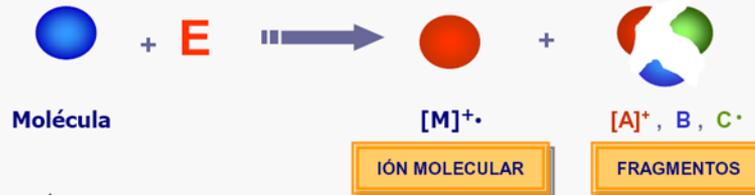
“La distancia promedio que los iones recorrerán antes de colisionar con otros iones o moléculas”

Un alto CLC asegura fragmentaciones predecibles y reproducibles, lo que significa **alta sensibilidad y análisis de masas fiable.**

INSTRUMENTACIÓN



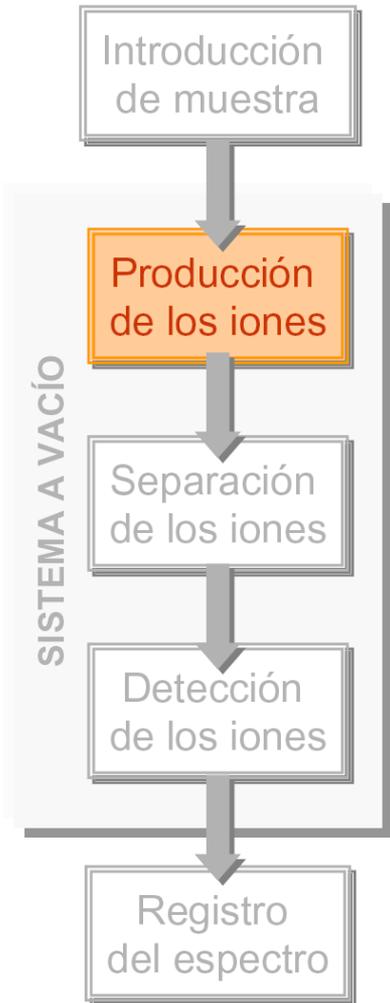
MÉTODOS DE IONIZACIÓN



Incrementa la energía y la fragmentación

- ✓ Impacto electrónico (EI)
- ✓ Ionización química (CI)
- ✓ Bombardeo con átomos rápidos (FAB)
- ✓ MALDI
- ✓ Electrospray (ES)

INSTRUMENTACIÓN

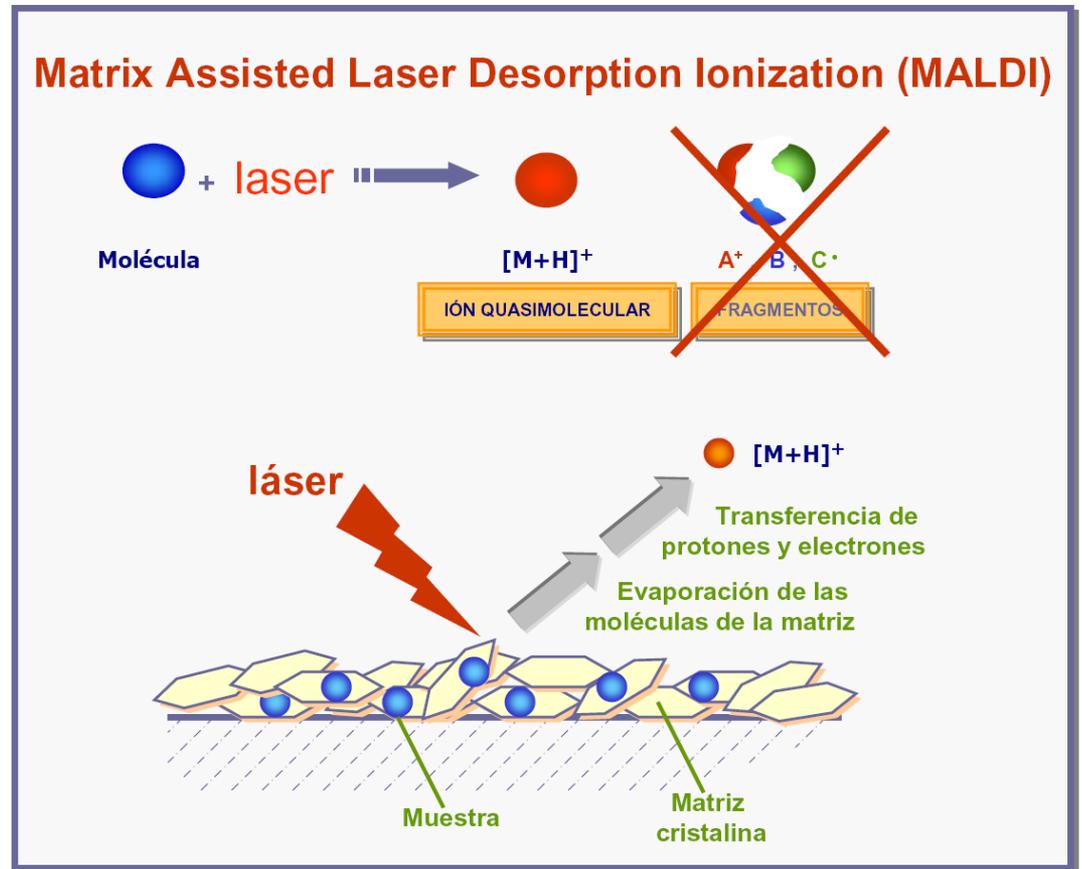
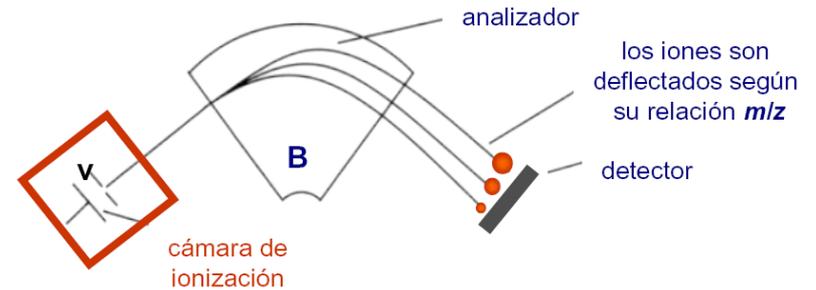


CÁMARA DE IONIZACIÓN

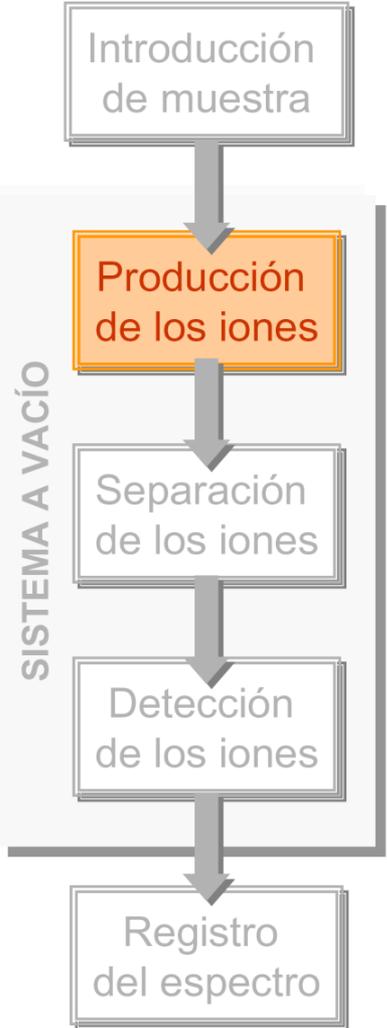
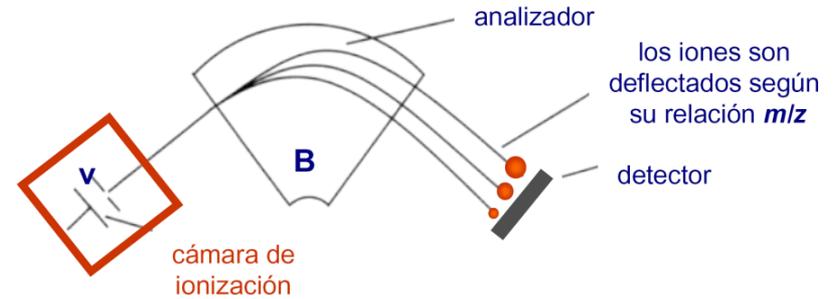
ANALIZADOR

DETECTOR

SISTEMA INFORMÁTICO



INSTRUMENTACIÓN



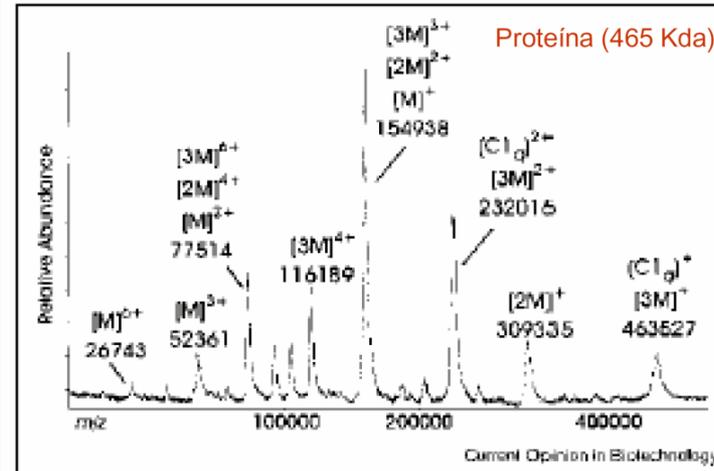
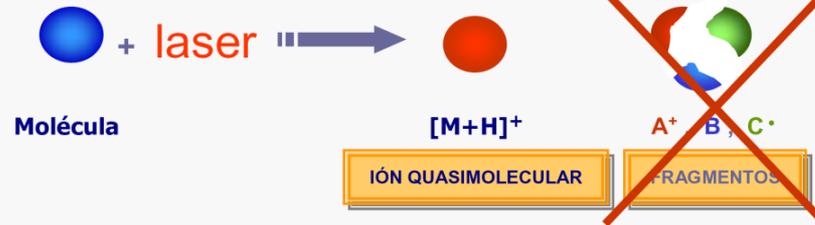
CÁMARA DE IONIZACIÓN

ANALIZADOR

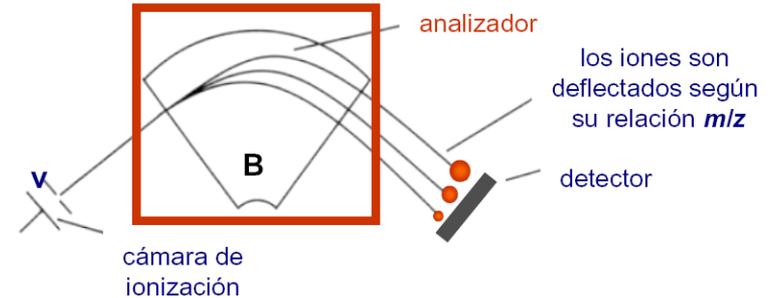
DETECTOR

SISTEMA INFORMÁTICO

Matrix Assisted Laser Desorption Ionization (MALDI)



INSTRUMENTACIÓN



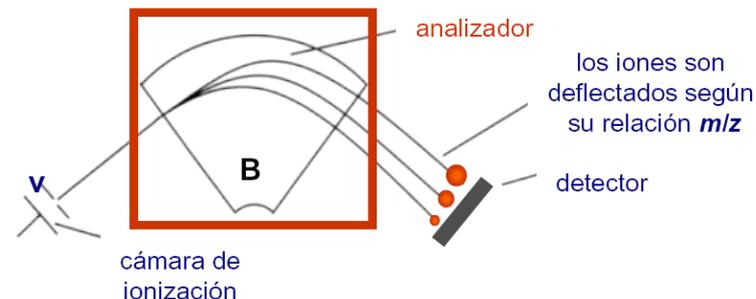
ANALIZADORES

El analizador es la parte del espectrómetro de masas responsable de la separación de los iones.

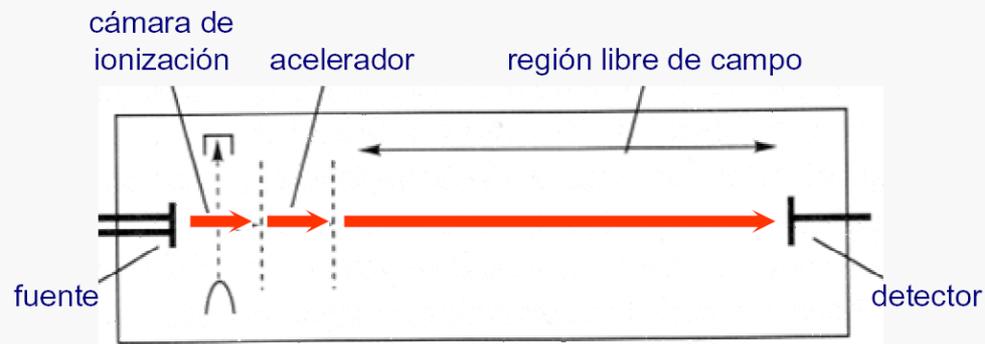
Tipos de analizadores:

- ✓ De sector magnético
- ✓ De sector electrostático
- ✓ De doble sector
- ✓ De tiempo de vuelo (TOF)
- ✓ Cuadrupolo

INSTRUMENTACIÓN



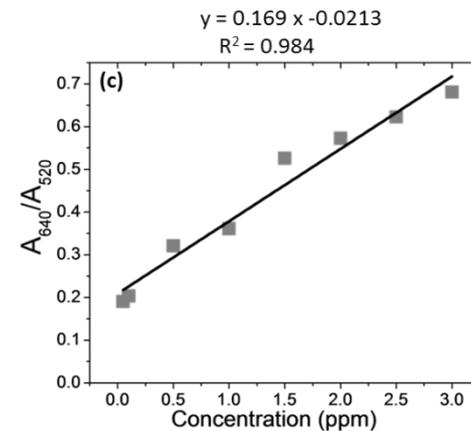
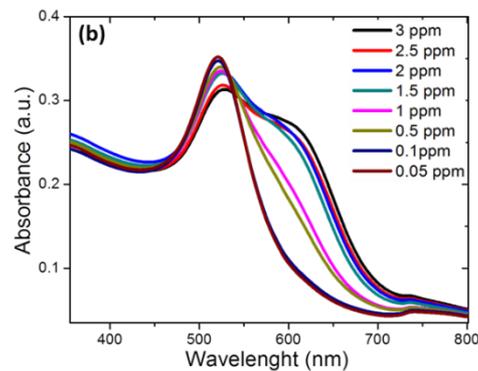
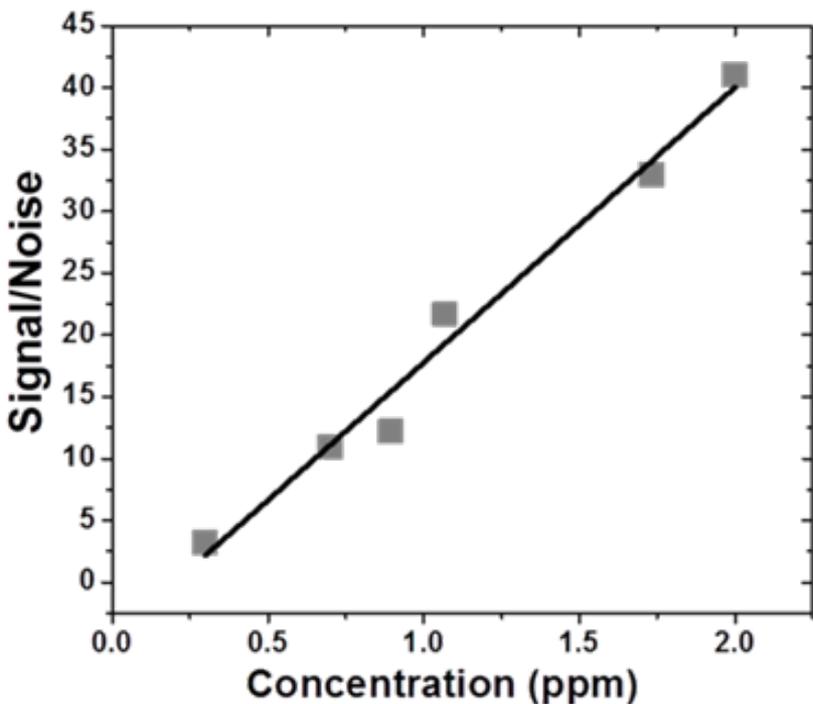
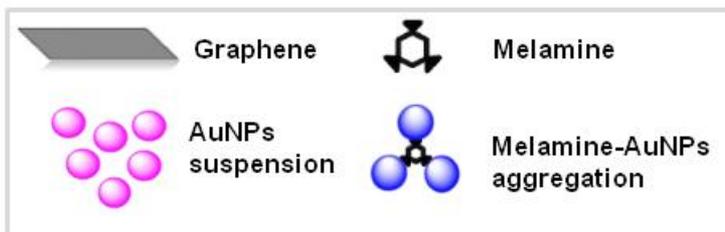
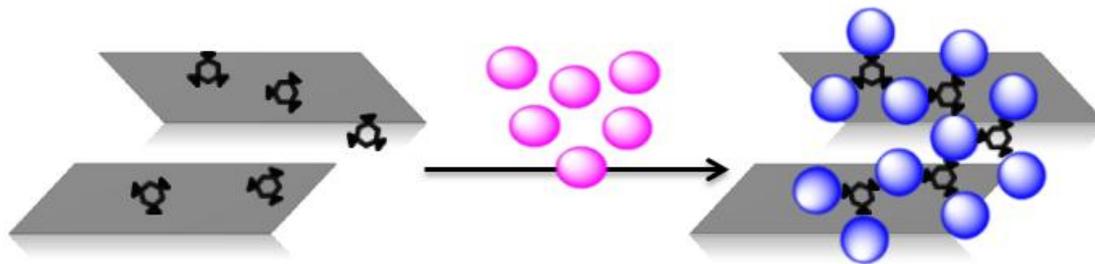
Analizador de tiempo de vuelo (TOF) (TOF = *time of flight*)



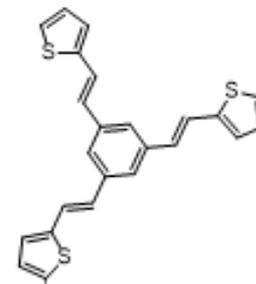
Se mide el tiempo empleado por cada ión en llegar al detector. Este tiempo depende de la relación m/z .

Reproducido de L.M. Harwood and T.D.W. Claridge, "Introduction to Organic Spectroscopy, OCP, 1997

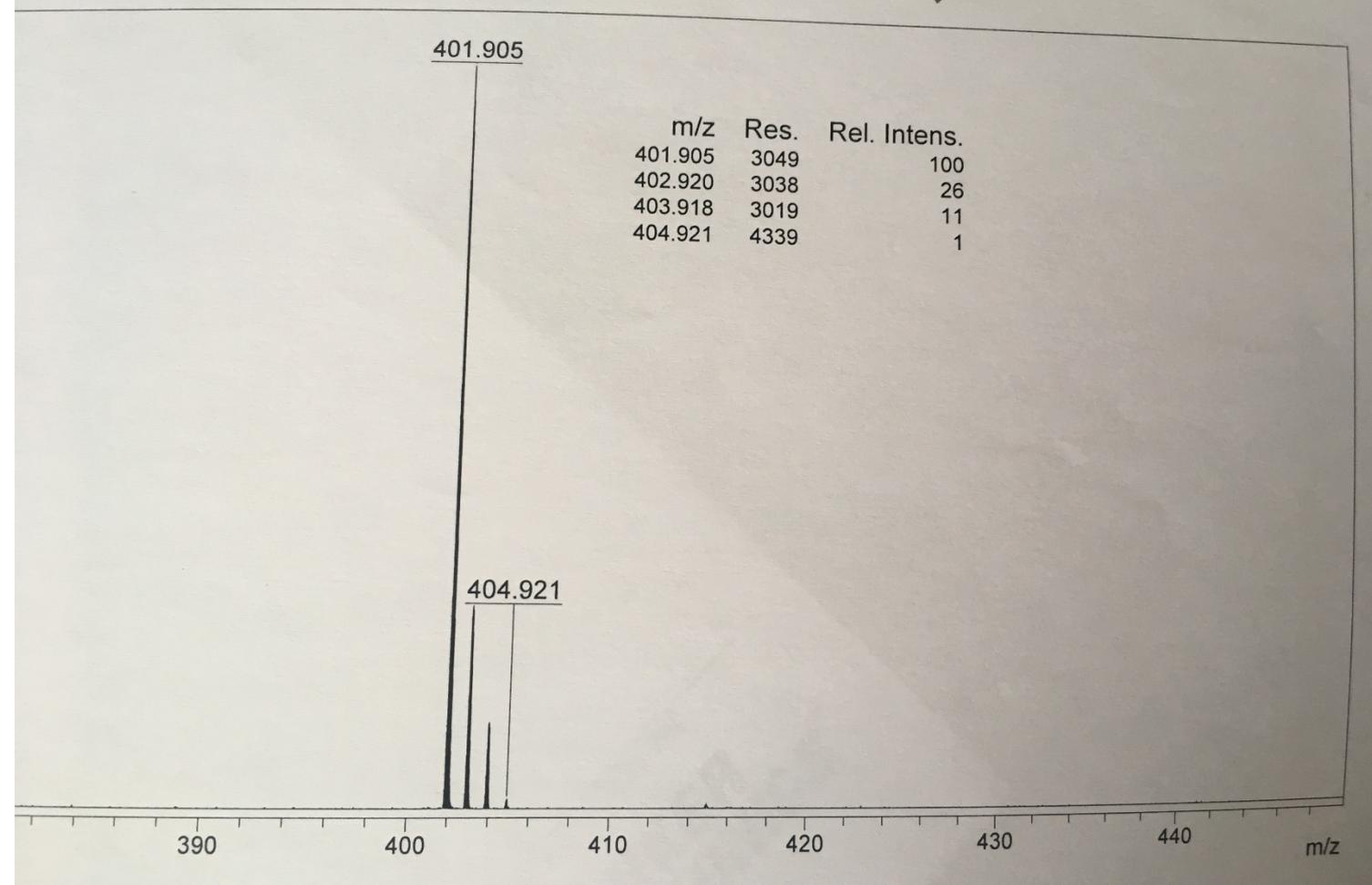
APLICACIONES DEL MALDI-TOF-TOF



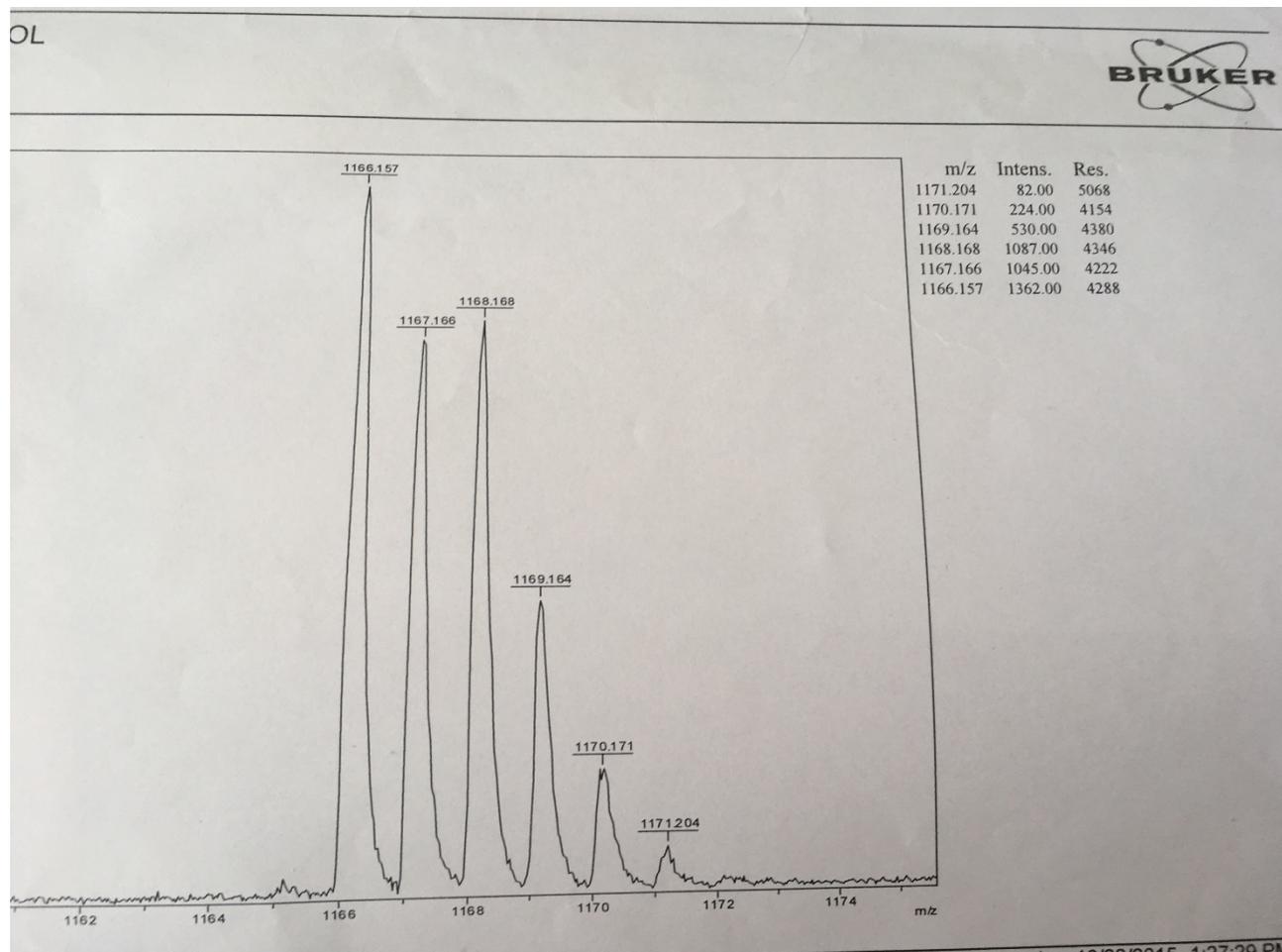
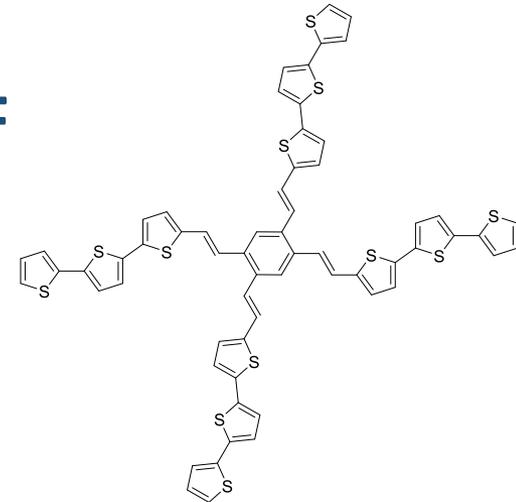
APLICACIONES DEL MALDI-TOF-TOF



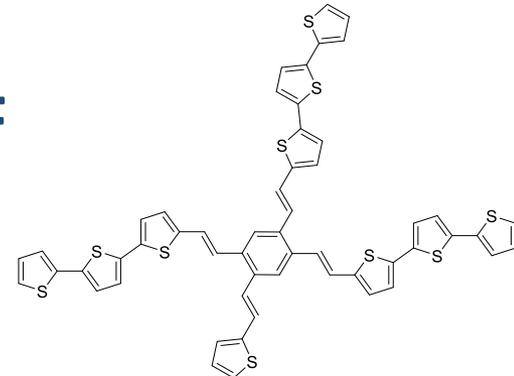
TRANOL



APLICACIONES DEL MALDI-TOF-TOF

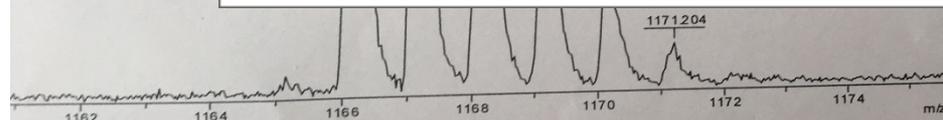
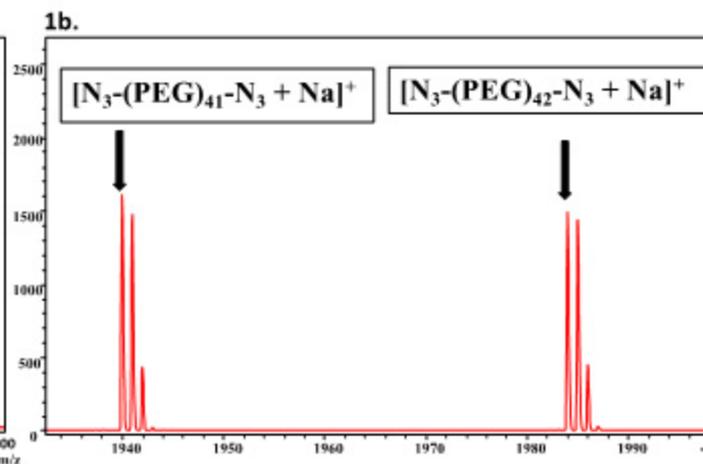
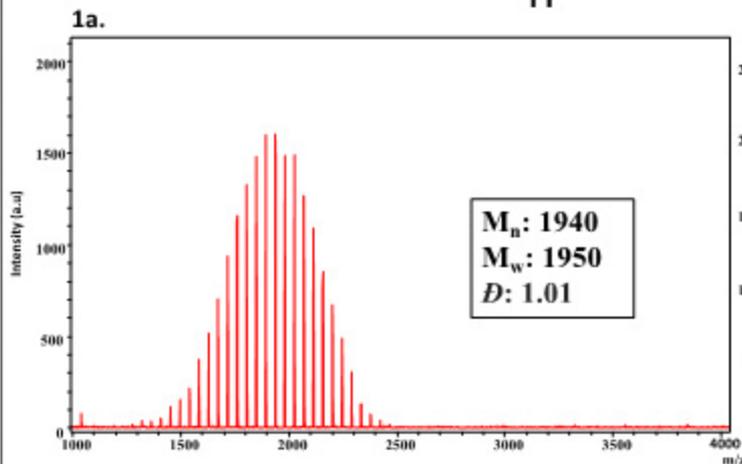
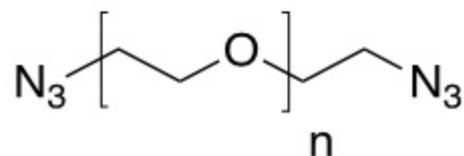


APLICACIONES DEL MALDI-TOF-TOF



OL

BRUKER



16/02/2016 1:27:29 PM

APLICACIONES DEL MALDI-TOF-TOF

