

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS BIDIMENSIONAL APLICADA AL ANÁLISIS DE MUESTRAS VEGETALES COMPLEJAS

Caruso, Sebastian Javier

Castells, Cecilia Beatriz (Dir.)

Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Métodos Analíticos (LIDMA).

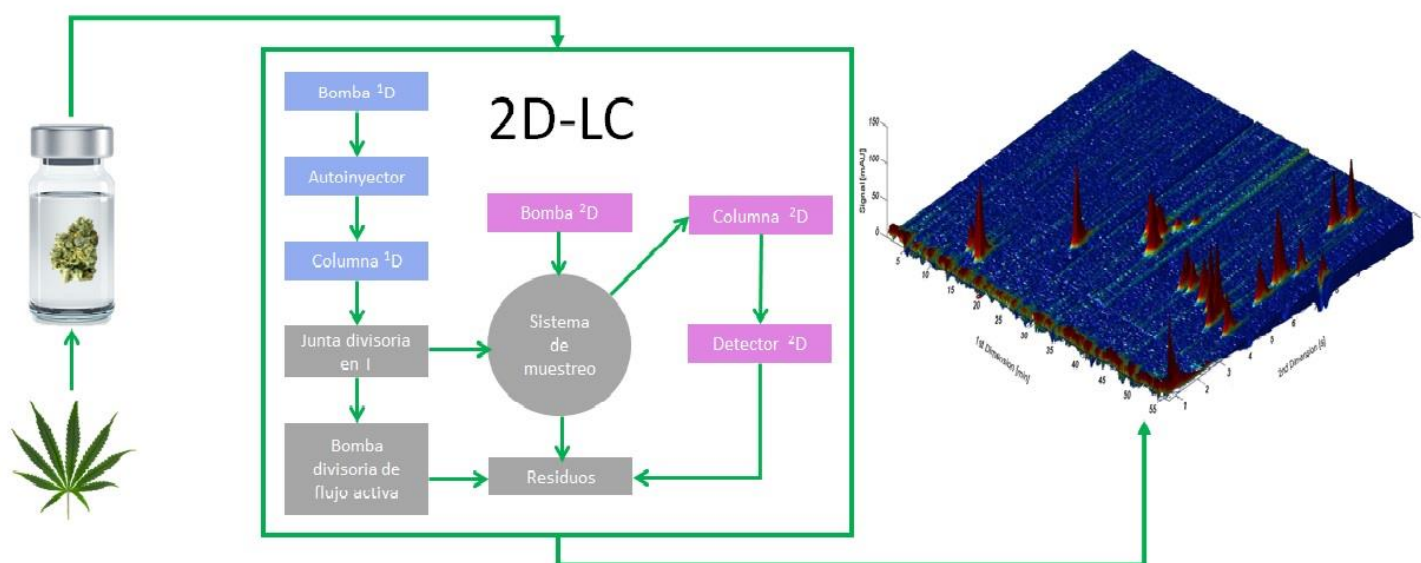
sebastiancaruso@quimica.unlp.edu.ar

PALABRAS CLAVE: cromatografía de líquidos bidimensional; cannabis; muestras vegetales complejas.

BIDIMENSIONAL LIQUID CHROMATOGRAPHY APPLIED TO THE ANALYSIS OF COMPLEX VEGETABLE SAMPLE

KEYWORDS: bidimensional liquid chromatography; cannabis; complex vegetable sample.

Resumen gráfico



Resumen

El objetivo de dicho proyecto es desarrollar métodos analíticos para el análisis cualitativo y cuantitativo de muestras complejas de origen vegetal mediante la aplicación de cromatografía líquida bidimensional completa y selectiva (2DLC). Cuando las muestras son complejas la capacidad resolutoria de una única dimensión, aun operando en gradiente no es suficiente y se requieren dos dimensiones ortogonales para incrementar la capacidad de pico. Los métodos se aplicarán al análisis cualitativo (huellas dactilares o “fingerprints”) de terpenos, terpenoides y cannabinoides presentes en flores de Cannabis sativa L y se cuantificarán los terpenos y terpenoides mayoritarios por 2DLC selectiva.

El proyecto se divide en tres etapas:

1. Optimización de la separación en 2DLC:

Para esto se estudiarán y optimizarán distintas variables, como ser, tipo de fase estacionaria en ambas dimensiones, dimensiones geométricas de las mismas, tamaño y tipo de partículas, caudales para ambas dimensiones, volumen de inyección en la segunda dimensión y relación de división de caudal.

Además de estas variables, se buscará lograr una resolución entre los analitos respecto de constituyentes menores y posibles interferentes de las señales de muestras reales en el menor tiempo instrumental posible. Para ello es necesario optimizar las temperaturas de ambas dimensiones, los tiempos de muestreo de la primera dimensión y los gradientes en ambas dimensiones.

2. Caracterización y clasificación de muestras reales:

Se analizarán extractos de flores de distintas variedades de Cannabis sativa de diferentes variedades. Se ensayarán extractos preparados en distintos solventes y se analizarán por inyección directa en el 2DLC, en el modo comprehensivo. Se obtendrán los cromatogramas bidimensionales iniciales, que serán procesados inicialmente por algoritmos exploratorios, para visualizar las diferencias que existan entre los diferentes grupos de muestras estudiados. A partir de estos resultados, se aplicarán diferentes técnicas de clasificación, supervisados o no supervisados, con la finalidad de evaluar diferencias entre diferentes variedades. El mismo criterio se podrá aplicar a estudiar diferencias en el contenido de terpenos/cannabinoides en función del tiempo de maduración de las flores de una variedad específica.

3. Cuantificación de terpenos y terpenoides:

Las condiciones cromatográficas optimizadas se emplearán para construir modelos de calibración para la determinación de los constituyentes más significativos. Para esto se evaluarán diferentes pretratamientos de los datos, por ejemplo: corrección de línea de base, alineación del modo 1D, etc.

Los métodos cuantitativos propuestos serán validados estableciendo las cifras de mérito correspondientes para los componentes cuantificados. Se comparará la performance general de los métodos LCxLC desarrollados con análisis optimizados en 1DLC.