

MACHEREY-NAGEL

Guía de reactivos de derivatización para GC

Cromatografía

Mejore su análisis por GC

- Ultrapuro
- Altamente reactivo
- Rentable

MACHEREY-NAGEL

www.mn-net.com



Productos útiles de cromatografía de MACHEREY-NAGEL desde la preparación de muestras hasta el análisis posterior



SPE

- Concentración y purificación de los compuestos de interés
- Columnas y cartuchos CHROMABOND® y CHROMAFIX®
- Columnas flash, material de relleno y accesorios



Filtración de muestras

- Filtros de jeringa CHROMAFIL® y CHROMAFIL® Xtra
- Protección de equipos de laboratorio sensibles y costoso
- Utilice nuestro FilterFinder en línea en www.mn-net.com/filterfinder



Viales y tapones

- Para todos los instrumentos y aplicaciones habituales
- Viales de 0,1 ml a 100 ml para análisis y almacenamiento de muestras
- Para encontrar viales, utilice nuestro VialFinder en www.mn-net.com/vialfinder



HPLC

- NUCLEOSIL® – el original, una de las primeras sílices esféricas para HPLC
- NUCLEODUR® – soluciones profesionales con sílice esférica de alta pureza
- NUCLEOSHELL® – máxima eficiencia con columnas de HPLC de tipo «core-shell»



TLC

- Separación rápida, sencilla y rentable
- Aplicaciones de cribado y análisis rutinarios
- Placas de vidrio, láminas de aluminio y poliéster, así como accesorios



GC

- Columnas capilares de GC OPTIMA® altamente inertes y de bajo sangrado
- Columnas de GC para análisis rutinarios y separaciones especiales
- Más de 50 fases estacionarias

Contenido

Guía de reactivos de derivatización para GC.....	4
Sililación	6
Acilación.....	12
Alquilación.....	14
Procedimientos de derivatización.....	16
Resumen de los grupos funcionales más importantes	20
Mecanismos de reacción generales	22
Información de pedido.....	24
Contacto	26



Acerca de la derivatización

La derivatización es uno de los métodos más frecuentes para preparar compuestos para la GC que, de otro modo, serían difíciles de separar. Mediante la derivatización es posible mejorar la separación sustituyendo los hidrógenos activos del analito por diversos grupos que resultan más fáciles de manejar. La derivatización suele mejorar los siguientes parámetros de GC:

- Comportamiento cromatográfico
- Forma de los picos
- Estabilidad térmica y química
- Detectabilidad
- Volatilidad

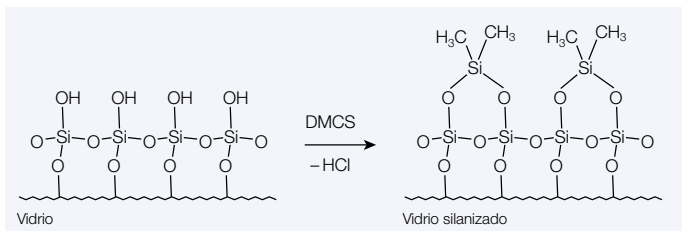
También es importante que ninguno de los instrumentos, p. ej., el material de vidrio de laboratorio, interfiera con la muestra.

Para garantizar que los compuestos que contienen grupos OH, SH o NH no se adsorban por los grupos Si-OH presentes en la superficie del vidrio, puede ser necesario un proceso de desactivación.

Esto se suele conseguir enjuagando el vidrio con un agente sillante, como p. ej., DMCS o HMDS, lo que permite enmascarar todos los silanoles con grupos metilo no adsorbentes.

Para lograr una tasa de derivatización satisfactoria, es fundamental tener en cuenta los siguientes requisitos:

- La reacción de derivatización debe estar completa $\approx 100\%$
- No se produce pérdida de muestra durante la derivatización
- La estructura general del analito no se verá alterada
- El derivado resultante será estable a lo largo del tiempo
- No se produce ninguna interacción entre el reactivo y el sistema cromatográfico



Por supuesto, todos los demás componentes del proceso de preparación y manipulación de la muestra deben estar libres de contaminantes y en perfectas condiciones. Dado que el agua suele ser un problema, es necesario eliminarla del proceso de derivatización, p. ej., añadiendo Na_2SO_4 a la mezcla de reacción. Como todas las reacciones, la derivatización requiere tiempo y una cierta cantidad de calor para completarse. Dado que la duración puede variar considerablemente en función de la reactividad del analito, a menudo es necesario probar varios reactivos para obtener el mejor resultado. También es importante tener en cuenta que no existe un método de derivatización que sea el mejor. Siempre habrá varias soluciones viables para un problema cromatográfico, cada una con sus propias ventajas e inconvenientes, dependiendo del equipo o del enfoque del químico.

Reactivos de derivatización

Hoy en día se utilizan numerosos reactivos para la derivatización. Se pueden clasificar en tres categorías:

- Sililación
- Acilación
- Alquilación (metilación)

Conviene saberlo

- Nuestros reactivos de derivatización cumplen los más exigentes requisitos de pureza.



Sililación

La sililación es el método de derivatización más versátil en GC; es decir, más del 80 % de todas las reacciones de derivatización son, en realidad, sililaciones. Por lo general, el término sililación en GC se refiere a la sustitución de átomos de hidrógeno activos por un grupo trimetilsililo (derivado TMS). Sin embargo, en ocasiones se utilizan para la derivatización grupos trialquilsililo o dimetilalquilsililo con cadenas alquílicas más largas. El grupo trialquilsililo aumenta la volatilidad y mejora la estabilidad térmica de la muestra.

Al igual que en la metilación, la sustitución de un hidrógeno activo por un grupo sililo reduce la polaridad del compuesto, así como los enlaces de hidrógeno.

Además, la sililación mejora la volatilidad, por lo que muchos compuestos que normalmente se consideran no volátiles o térmicamente inestables se pueden cromatografiar fácilmente. La introducción de un grupo sililo también puede mejorar las propiedades del derivado en GC-MS, ya sea mediante iones característicos o mediante patrones de diagnóstico más favorables para el estudio de la estructura.

Conviene saberlo

- Es importante señalar que los compuestos sililados no se deben utilizar con fases WAX o FFAP, ya que los grupos OH de la fase estacionaria se derivarán sin duda alguna por el reactivo sililante, lo que alterará de forma irreversible la selectividad de la columna.

La sililación se puede catalizar de forma ácida mediante la adición de TMCS o de forma básica mediante la adición de piridina o TSIM (p. ej., en el caso de moléculas con impedimento estérico, como los alcoholes terciarios).



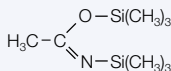
Amidas

N,O-bis-trimetilsilil-acetamida (BSA)

M: 203,4 g/mol

Bp: 71–73 °C (35 mm Hg)

densidad $d_{20}^{20} = 0,83$



BSA es un potente reactivo de sililación que forma derivados de TMS muy estables con una gran variedad de compuestos, como, p. ej., alcoholes sin impedimentos estéricos, ácidos carboxílicos, fenoles, enoles, esteroides, aminas (biogénicas) y alcaloides.

No se recomienda su uso con hidratos de carbono ni con compuestos de peso molecular muy bajo.

Es un buen disolvente para compuestos polares, pero se utiliza con frecuencia en combinación con otro disolvente (piridina, DMF, etc.), junto con otros reactivos de sililación o catalizadores como TFA, HCl o TMBS.

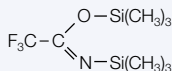
En combinación con DMF, BSA es el reactivo de elección para la derivatización de fenoles.

N,O-bis-trimetilsilil-trifluoroacetamida (BSTFA)

M: 257,4 g/mol

Bp: 40 °C (12 mm Hg)

densidad $d_{20}^{20} = 0,96$



BSTFA es un potente donante de trimetilsililo con aproximadamente la misma capacidad donante que su análogo no fluorado BSA.

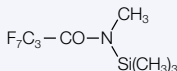
Ventajas de BSTFA frente a BSA

Mayor volatilidad de sus derivados (especialmente útil para la GC de algunos aminoácidos TMS de punto de ebullición menor). BSTFA suele reaccionar con toda la materia orgánica presente, pero es posible que no reaccione con algunas amidas, aminas secundarias y grupos hidroxilo impedidos. Sin embargo, la adición de 1 % de TMCS (SILYL-991) resolverá ese problema.



N-metil-*N*-trimetilsilil-heptafluorobutiramida (MSHFBA)

M: 299,1 g/mol
Bp: 148 °C (760 mm Hg)



MSHFBA es similar a MSTFA en cuanto a reactividad y cromatografía.

Se utiliza solo o en combinación con un catalizador (TMCS, TSIM) u otro reactivo de sillación, con o sin disolvente.

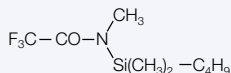
El subproducto, la amida *N*-metilheptafluorobutírica, tiene un tiempo de retención inferior al del reactivo sillante.

Es especialmente útil para FID, ya que, debido a la elevada relación de 7:1 de flúor y silicio, la degradación del exceso de MSHFBA no produce SiO₂, sino compuestos de silicio volátiles no corrosivos.



N-metil-*N*-terc-butildimetilsilil-trifluoroacetamida (MBDSTFA)

M: 241,3 g/mol
Bp: 168–170 °C (760 mm Hg)
densidad d₂₀⁴ = 1,12



MBDSTFA es un reactivo de sillación que aporta un grupo terc-butildimetilsililo (TBDMS) para derivatizar los hidrógenos activos presentes en los grupos hidroxilo, carboxilo y tiol, en las aminas primarias y secundarias, así como en los aminoácidos.

Reacciones rápidas (normalmente de 5 a 20 minutos) con altos rendimientos (> 96 %). Los subproductos son neutros y volátiles.

Los éteres de TBDMS son 10⁴ veces más estables que los éteres de TMS correspondientes. Los tiempos de retención cromatográfica son más largos debido al gran tamaño del grupo protector, lo que puede mejorar algunas separaciones.

Es muy útil para aplicaciones de GC-MS, debido a la elevada concentración de iones moleculares en aplicaciones de M⁺-57.

SILYL-21 HMDS – TMCS (2:1)

SILYL-21 permite derivar amidas y numerosas aminas secundarias e hidroxilos impedidos que no se modificarían por completo utilizando únicamente HMDS. Se puede utilizar sin disolvente.

SILYL-2110 HMDS – TMCS – piridina (2:1:10)

SILYL-319 HMDS – TMCS – piridina (3:1:9)

SILYL-2110 y el SILYL-319 permiten modificar alcoholes, ácidos biliares, fenoles, la mayoría de los esteroides, esteroides y azúcares que no se modificarían por completo utilizando únicamente HMDS. SILYL-2110 y SILYL-319 son rápidos y fáciles de usar, y se pueden aplicar sin disolventes.

SILYL-991 BSTFA – TMCS (99:1)

BSTFA es un potente donante de trimetilsililo. Para la sililación de amidas de ácidos grasos, hidroxilos impedidos y otros compuestos difíciles de sililar, como alcoholes secundarios y aminas, recomendamos BSTFA + 1 % de TMCS, disponible con la denominación SILYL-991.

Conviene saberlo

- La mayoría de los derivados son sensibles al agua y a la hidrólisis
- Las reacciones solo son posibles en disolventes apróticos
- La presencia de agua no interfiere con SILYL-1139.

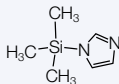
Imidazoles

N-Trimetilsilimidazol (TSIM)

M: 140,3 g/mol

Bp: 94 – 96 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀⁴ ° = 0,96



TSIM es el sililador hidroxílico más potente, el reactivo de elección para los hidratos de carbono y la mayoría de los esteroides (incluso los esteroides con gran impedimento estérico).

Este reactivo se distingue por su capacidad para reaccionar de forma rápida y sin problemas con los grupos hidroxilo (incluso trec. OH) y grupos carboxilo, pero no con aminas. Esta característica convierte a TSIM en especialmente útil en esquemas de derivatización múltiple para compuestos con diferentes grupos funcionales que se deben derivatizar de forma distinta, p. ej., derivados -O-TMS / -N-HFB de las catecolaminas.

Resumen de la sililación

- La sililación se puede aplicar a muchos compuestos
- Los reactivos de sililación se preparan fácilmente
- Gran variedad de reactivos disponibles

Acilación / benzoilación

Por lo general, la acilación implica la introducción de un grupo acilo en una molécula, ya sea con un átomo de hidrógeno reemplazable o a través de un doble enlace. La acilación se utiliza para convertir compuestos como alcoholes, aminas y tioles en sus respectivos ésteres, amidas y tioésteres. Además, mejoran la detectabilidad de los compuestos mediante la adición de carbono halogenado a los mismos. Esto se consigue mediante la reacción con halogenuros de acilo fluorados, anhídridos o bisacilamidas. Por otra parte, los subproductos ácidos correspondientes de las reacciones con halogenuros de acilo y anhídridos se deben eliminar del sistema mediante una base adecuada, como piridina, para evitar daños en la columna. Los subproductos de las bisacilamidas no son ácidos y, por lo general, no interfieren en los análisis posteriores. Por lo tanto, son reactivos idóneos para las acilaciones.

Halogenuros de acilo

Cloruro de pentafluorobenzilo (PFBC)

R= C₆F₅, X= Cl

M: 230,52 g/mol

Bp: 158–159 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀^{°/4} = 1,60



PFBC reacciona con hidroxilos, aminas primarias y secundarias, amidas y tioles.

Anhídridos

Anhídrido trifluoroacético (TFAA)

R= CF₃

M: 210,04 g/mol

Bp: 39,5–40,5 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀^{°/4} = 1,49

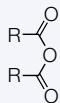
Anhídrido del ácido heptafluorobutírico (HFBA)

R= C₃F₇

M: 410,06 g/mol

Bp: 106–107 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀^{°/4} = 1,665



La acilación con anhídridos de ácidos fluorados se puede utilizar para alcoholes, fenoles, ácidos carboxílicos, aminas, aminoácidos y esteroides, dando lugar a derivados volátiles y estables adecuados tanto para la detección por FID como por ECD.

Bisacilamidas

N-metil-bis(trifluoroacetamida) (MBTFA)

R= CF₃

M: 223,08 g/mol

Bp: 123 – 124 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀^{°/4} = 1,55

N-metil-bis(heptafluorobutiramida) (MBHFBA)

R= C₃F₇

M: 423,1 g/mol

Bp: 165 – 166 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀^{°/4} = 1,67



Se recomienda la acilación con amidas de ácido fluoradas para alcoholes, aminas primarias y secundarias, así como para tioles, en condiciones suaves y neutras. MBTFA también forma derivados muy volátiles con los hidratos de carbono.

Conviene saberlo



- Los reactivos de acilación son sensibles a la humedad
- A menudo es necesario eliminar los productos de reacción (subproductos ácidos) antes del análisis

Resumen de la acilación

- La adición de compuestos de carbono halogenados mejora la detectabilidad por medio de ECD
- Los derivados son hidrolíticamente estables
- Mayor sensibilidad por el aumento del peso molecular

Alquilación (metilación) / esterificación

La alquilación es un método de derivatización que se utiliza para sustituir un hidrógeno ácido por un grupo alquilo o metilo. Por lo general, se limita a las aminas o a los grupos hidroxilo, como en los ácidos amino o carboxílicos. Los derivados resultantes son éteres, ésteres, metilaminas o amidas, y son menos polares que los compuestos originales. Por lo tanto, se producen menos enlaces de hidrógeno. La acidez del hidrógeno que se debe sustituir determina en gran medida las condiciones necesarias para llevar a cabo la alquilación. Cuanto menos ácidas, más vigorosas son las condiciones.

Reactivos de metilación

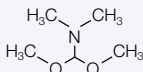
Acetales de dialquilo

N,N-dimetilformamida dimetilacetal (DMF-DMA)

M: 119,17 g/mol

Bp: 106 – 107 °C (760 mm Hg)

densidad d₂₀⁴ = 0,89

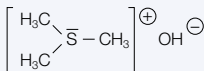


Se recomienda el uso de DMF-DMA para ácidos carboxílicos, aldehídos, fenoles y aminas con impedimento estérico.

Compuestos de trimetilsulfonio

Hidróxido de trimetilsulfonio (TMSH, 0,2 M en metanol)

M: 94,06 g/mol



Se recomienda la metilación con TMSH para los ácidos libres, los ácidos clorofenoxiacarboxílicos, sus sales y derivados, así como para los fenoles y los clorofenoles. Los lípidos o triglicéridos pueden transformarse en los correspondientes ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) mediante una simple transesterificación.

Esta reacción es muy sencilla y práctica, ya que solo hay que añadir el reactivo (0,2 M en metanol) a la solución de muestra. No es necesario eliminar el exceso de reactivo, ya que en el inyector del cromatógrafo de gases, a 250 °C, se producirá una pirólisis que dará lugar a metanol y dimetilsulfuro volátiles. Debido a su elevada reactividad, la derivatización completa se suele lograr a temperatura ambiente. Sin embargo, puede ser necesario calentar (p. ej., 10 minutos a 100 °C) en un frasco de muestra cerrado para finalizar la reacción.



Alquilación

Reactivos de esterificación

Metilación con metanol / TMCS

Una solución de 1 M de TMCS en metanol es adecuada para la esterificación de ácidos carboxílicos libres y la transesterificación de glicéridos. La formación de HCl cataliza la reacción. El TMCS y el éter silílico eliminan el agua y, de este modo, llevan la reacción hasta su finalización. La mezcla se debe preparar en el momento.

Resumen de la alquilación (metilación)

- Los derivados de metilación suelen ser estables
- Amplia gama de condiciones de reacción (desde fuertemente ácidas hasta fuertemente básicas)
- Algunas reacciones se pueden llevarse a cabo en presencia de agua

Conviene saberlo

- Las reacciones se limitan a los hidrógenos ácidos o a las aminas
- Las condiciones de reacción pueden ser extremas



Sililación

con BSA, BSTFA o Silyl-991 (BSTFA + 1 % TMCS)

BSA N.º apl. MN 213091 · BSTFA N.º apl. MN 213092 · Silyl-991
N.º apl. MN 213093

Agregue 0,5 mL del reactivo de sililación a una muestra de 1 – 10 mg; si es necesario, añada un poco de disolvente (normalmente piridina o DMF [dimetilformamida]). Calientela muestra a 60–80 °C durante 20 minutos para acelerar la velocidad de reacción. 1–2 gotas de TMCS (trimetilclorosilano) o TSIM también acelerarán la reacción.

con BSA en combinación con otros reactivos de sililación · N.º apl. MN 213100

BSA por sí solo silila todos los grupos hidroxilo sin impedimentos estéricos del esqueleto esteroideo; la adición de TMCS permitirá la reacción de los grupos OH con impedimentos moderados (tiempo de reacción: 3–6 h a 60 °C). Tras la adición de TSIM, reaccionarán incluso los grupos hidroxilo más difícilmente reactivos (tiempo de reacción: 6–24 h a 60 °C).

con MSTFA, MSHFBA o MBDSTFA · MSTFA N.º apl. MN 213111 · MSHFBA N.º
apl. MN 213112 · MBDSTFA N.º apl. MN 213113

Disuelva una muestra de 10–15 mg en 0,8 mL de disolvente y, a continuación, añada 0,2 mL del reactivo de sililación. La mezcla de reacción se puede calentar a una temperatura de 60–70 °C durante un máximo de una hora y se puede analizar directamente. Si se utiliza TFA como disolvente, proceda de la siguiente manera [20]: disuelva 1–2 mg de muestra en 100 µL de TFA. Añada gota a gota 0,9 mL del reactivo sililante. Una vez enfriada, la muestra se puede cromatografiar directamente.

con TSIM o Silyl-1139 (TSIM-piridina 11:39)

TSIM N.º apl. MN 213121 Silyl-1139 N.º apl. MN 213122

Disuelva una muestra de 10–15 mg en 0,8 mL de disolvente y, a continuación, añada 0,2 mL del reactivo de sililación. La mezcla de reacción se puede calentar a una temperatura de 60–70 °C durante un máximo de una hora y se puede analizar directamente. El disolvente recomendado es la piridina. Cuando se utiliza Silyl-1139, la presencia de agua no interfiere.

Procedimientos de derivatización

Sililación

con SILYL-21 o SILYL-2110 o SILYL-319 · SILYL-21 N.º apl. MN 213131 · SILYL-2110 · N.º apl. MN 213132

Añada con cuidado SILYL-21, SILYL-2110 o SILYL-319 a 1 – 10 mg de la muestra. El cloruro de amonio precipitado no interfiere. Si la muestra no se disuelve en un plazo de 5 minutos, caliéntela a una temperatura de entre 75 y 85 °C. Si no cabe esperar que se produzca una mutarotación, puede disolver primero el azúcar en piridina caliente y, a continuación, añadir el reactivo de sililación. En algunos casos, puede resultar conveniente utilizar un disolvente distinto en lugar de piridina. Para la derivatización de los 3-cetosteroides, recomendamos utilizar DMF (dimetilformamida).

O-trimetilsililación con MSTFA seguida de *N*-trifluoroacetilación con MBTFA. N.º de aplicación MN 213140

Silile completamente 2 mg de la muestra con 0,3 mL de MSTFA. Tras añadir 0,3 mL de MBTFA, el grupo *N*-trimetilsililo se sustituye por el grupo *N*-trifluoroacetilo. La mezcla se puede analizar directamente.



Acilación

con anhídridos fluorados

TFAA N.º apl. MN 213041 · HFBA N.º apl. MN 213042

Disuelva entre 0,1 y 1 mg de muestra en 0,1 mL de disolvente, añada 0,1 mL del anhídrido y caliéntelo a una temperatura de entre 60 y 70 °C durante 1–2 h. Si no es necesario concentrar la muestra antes del análisis y no existe riesgo de que se produzcan reacciones secundarias inducidas catalíticamente, se utiliza piridina como disolvente. La solución de reacción se puede inyectar directamente en el cromatógrafo de gases. De lo contrario, utilice un disolvente volátil y evapore el disolvente, el exceso de reactivo y el ácido libre con una corriente de nitrógeno. Disuelva el residuo en 50 µL de hexano, cloroformo, etc., e inyecte porciones alícuotas.

con amidas de ácido fluoradas

MBTFA N.º apl. MN 213051 · MBHFBA N.º apl. MN 213052

Añada 0,5 mL de MBTFA o MBHFBA a unos 2 mg de muestra. Si no se produce ninguna reacción a temperatura ambiente, caliente la mezcla de reacción a 120 °C. Los compuestos difíciles de disolver se pueden trifluoroacetilar en mezclas de disolventes adecuadas. Se recomienda utilizar una proporción de disolvente y MBTFA o MBHFBA de 4:1. La mezcla de reacción se somete directamente a cromatografía.

Procedimientos de derivatización

Alquilación (metilación)

con TMSH · N.º apl. MN 213060

Disuelva una muestra de 100 mg (p. ej., mantequilla) en 5 mL de un disolvente (p. ej., éter metílico de terc-butilo). Añada 50 µL de reactivo a 100 µL de esta solución. La mezcla se inyecta directamente. La temperatura del inyector debe ser de al menos 250 °C.

con DMF-DMA · N.º apl. MN 213070

Añadir 1 mL de una mezcla de DMF-DMA y piridina (1:1) a 1–50 mg de ácidos grasos. La muestra se puede inyectar tan pronto como se haya formado una solución transparente. No obstante, se recomienda calentar la solución a 60–100 °C durante 10–15 minutos.

con metanol – TMCS · N.º apl. MN 213080

Añada 1 mL de metanol–TMCS a unos 50 mg de ácido carboxílico o glicérido y caliente la mezcla. A continuación, evapore en una corriente de nitrógeno y vuelva a disolver para la inyección en, p. ej., *n*-heptano.



Resumen de los grupos funcionales más importantes

Grupo funcional	Sililación*	Acilación / benzoilación	Alquilación
Alcoholes primarios	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	TMSH
Alcoholes secundarios	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	TMSH
Alcoholes terciarios (y con impedimento estérico)	TSIM, BSTFA, SILYL-991	TFAA, HFBA, PFBC	
Tioles	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	MBTFA, MBHFBA, HFBA, TFAA	TMSH
Fenoles	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA, TMSH
Glicoles	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	TMSH
Aldehídos	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA, TMSH, MeOH/TMCS
Cetonas	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA, TMSH, MeOH/TMCS
Ácidos carboxílicos	BSA, MSTFA, MSHFBA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-21, SILYL-1139	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA, TMSH, MeOH/TMCS
Hidratos de carbono / azúcares	MSTFA, TSIM, SILYL-2110, SILYL-319, SILYL-991, HMDS	TFAA, MBTFA, PFBC	
Anhídridos ácidos			MeOH/TMCS
Ácidos alfa-hidroxi	MSTFA	MBTFA	

Resumen de los grupos funcionales más importantes

Grupo funcional	Sililación*	Acilación / benzoilación	Alquilación
Aminas primarias	BSA, MSTFA, MSHFBA, SILYL-991	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA
Aminas secundarias	BSA, MSTFA, MSHFBA, SILYL-991	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	DMF-DMA
Amidas	Las sililamidas no son estables	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	
Aminoácidos	BSA, BSTFA, MSTFA, MSHFBA	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	MeOH/TMCS, TMSH
Aminoazúcares	BSA, MSTFA, MSHFBA, SILYL-991	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	
Iminoácidos	BSA, MSTFA, MSHFBA, SILYL-991	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA, PFBC	
Carbamidas	Las sililamidas no son estables	TFAA, HFBA, MBTFA, MBHFBA	
Alquilamidas	Las sililamidas no son estables	PFBC	
Aminoalcoholes	MSTFA	MBTFA	

* (Evite las fases estacionarias polares que contengan protones activos, como WAX o FFAP)

Mecanismos de reacción generales

Sililación



X = p. ej., O, S, COO, etc.

Y = resto de los reactivos de sililación; para las estructuras, ver páginas 7 – 11

Acilación



X = p. ej., O, S, NH, etc.

Y = resto de los reactivos de acilación; para las estructuras, ver páginas 12, 13

Alquilación (metilación) · ejemplo TMSH



X = p. ej., O, S, COO, etc.

Reactivos de alquilación; para las estructuras, ver página 14

Referencias

1. Catálogo de cromatografía MN
2. Blau, K., Halket, J., Handbook of Derivatives for Chromatography, Second Edition; John Wiley & Sons; Chichester, 1993
3. Knapp, D.R. Handbook of Analytical Derivatizations Reactions; John Wiley & Sons; New York, 1979
4. Butte, W., J. Chromatogr. A, 261, 1983

Información de pedido

Sustancia	Unidad de embalaje			
	10 × 1 mL	20 × 1 mL	1 × 10 mL	5 × 10 mL
Reactivos de siliación*				
SC			701210.110	701210.510
BSTFA		701220.201	701220.110	701220.510
DMCS**				
HMDS				701240.510
TMCS**		701280.201		
TSIM		701310.201	701310.110	701310.510
MSHFBA		701260.201	701260.110	701260.510
MSTFA		701270.201	701270.110	701270.510
MBDSTFA	701440.101	701440.201		
SILYL-271 (BSA – HMDS – TSIM 2:7:1)		701450.201	701450.110	701450.510
SILYL-1139 (TSIM – piridina 11:39)		701460.201		
SILYL-21 (HMDS – TMCS 2:1)		701470.201		
SILYL-2110 (HMDS – TMCS – piridina 2:1:10)		701480.201		
SILYL-319 (HMDS – TMCS – piridina 3:1:9)		701241.201		
SILYL-991 (BSTFA – TMCS 99:1)		701490.201		
Reactivos de acilación*				
HFBA		701110.201	701110.110	701110.510
MBTFA		701410.201	701410.110	701410.510
MBHFBA	701420.101	701420.201		
PFBC	701120.101			
TFAA			701130.110	701130.510
Reactivos de alquilación*				
DMF-DMA		701430.201	701430.110	
TMSH	701520.101	701520.201	701520.110	701520.510

Debido a su finalidad, los reactivos de derivatización son sustancias químicas muy reactivas. Por este motivo, se deben conservar en un lugar fresco y protegidos de la humedad. Para facilitar su uso con una jeringa, nuestros reactivos de derivatización se suministran en viales con tapones de encapsulado. Los viales con discos de sellado perforados tienen una estabilidad limitada y se deben consumir rápidamente.

Información de pedido

1 x 50 mL

6 x 50 mL

1 x 100 mL

6 x 100 mL

12 x 100 mL

701210.150

701230.650

701240.650

701280.650

701260.1100

701260.6100

701270.650

701270.1100

701270.6100

701270.12100

701490.150

701490.1100

* Estos productos contienen sustancias químicas nocivas que se deben etiquetar específicamente como peligrosas. Para información detallada, consulte la ficha de datos de seguridad (SDS).

** Viales con tapones de rosca. Otros tapones de rosca previa solicitud.

Contacto

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG

Valenciennner Str. 11 · 52355 Düren · Alemania

DE / Internacional:

Tel.: +49 24 21 969-0

Fax: +49 24 21 969-199

Correo electrónico: info@mn-net.com

CH:

Tel.: +41 62 388 55 00

Fax: +41 62 388 55 05

Correo electrónico: sales-ch@mn-net.com

FR:

Tel.: +33 388 68 22 68

Fax: +33 388 51 76 88

Correo electrónico: sales-fr@mn-net.com

Estados Unidos:

Tel.: +1 888 321 62 24

Fax: +1 484 821 1272

Correo electrónico: sales-us@mn-net.com

www.mn-net.com

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Valencienner Str. 11
52355 Düren · Alemania

Tel.: +49 24 21 969-0
E-mail: info@mn-net.com

Follow us



© bidala (p. 1), Angel Simon (p. 6), Worytko Pawel (p. 15), favito (p.17), Mara Zengaliete (p. 19) – stock.adobe.com
KATES200144 Brochure Derivatization reagents es05a

MACHEREY-NAGEL

www.mn-net.com

