



**PRUEBA PRACTICA DEL EJERCICIO DE
A2-T.G.S. ESPECTROMETRIA DE MASAS
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

Examen 14 de diciembre de 2021

SUPUESTO 1 (Máxima Puntuación: 12 Puntos)

Un grupo de investigadores quiere evaluar el efecto de un fármaco a nivel metabólico y consideran que la mejor forma de realizarlo es mediante un estudio completo de metabolómica no dirigida mediante espectrometría de masas. Para ello han inyectado a 10 ratones un suero que contiene el fármaco y a otros 10 ratones el suero sólo. De todos ellos han obtenido diferentes tipos de muestras biológicas que hay que analizar: hígado, cerebro y riñón.

1. Indica la combinación de instrumentos más adecuada para abarcar un estudio de metabolómica no dirigida lo más completo posible
 - a) LC-ESI-QqQ-MS y GC-QqQ-MS
 - b) LC-ESI-QTOF-MS y GC-TOF-MS
 - c) LC-ESI-QTOF-MS y GC-QqQ-MS
 - d) LC-ESI-QqQ-MS y GC-TOF-MS

2. Indica el orden adecuado para la purificación de los metabolitos de muestras de tejido para el análisis realizado mediante GC-MS
 - a) Homogenización y secado de la muestra, derivatización de los metabolitos, extracción mediante head-space de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE
 - b) Homogenización de la muestra, extracción líquido-líquido de los metabolitos, secado de la muestra, derivatización de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE
 - c) Homogenización de la muestra, extracción líquido-líquido de los metabolitos, secado de la muestra, reconstitución en el disolvente adecuado y filtración con filtro de PTFE
 - d) Homogenización de la muestra, extracción mediante head-space de los metabolitos, secado de la muestra, derivatización de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE

3. Indica el orden adecuado para la purificación de los metabolitos de muestras de tejido para el análisis realizado mediante LC-MS
 - a) Homogenización y secado de la muestra, extracción mediante lixiviación de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE
 - b) Homogenización de la muestra, extracción líquido-líquido de los metabolitos, secado de la muestra, derivatización de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE
 - c) Homogenización de la muestra, extracción líquido-líquido de los metabolitos, secado de la muestra, reconstitución en el disolvente adecuado y filtración con filtro de PTFE
 - d) Homogenización de la muestra, extracción mediante lixiviación de los metabolitos, secado de la muestra, derivatización de los metabolitos y filtración con filtro de PTFE

4. ¿Cómo ha de realizarse la etapa de secado de la muestra?
 - a) Con un speed-vac a 45 °C
 - b) Con un speed-vac a 30 °C
 - c) Con corriente de nitrógeno a 4 °C
 - d) Con corriente de nitrógeno a temperatura ambiente

5. Indicar el modo de trabajo más adecuado para los análisis referidos mediante GC-MS
 - a) Scan
 - b) SIM
 - c) MRM
 - d) Auto-MS/MS

6. Indicar el modo de trabajo más adecuado para los análisis referidos mediante LC-MS
 - a) Scan
 - b) SIM
 - c) MRM
 - d) Auto-MS/MS

7. ¿Qué tipo de sorbente cromatográfico sería el más adecuado para conseguir identificar un mayor número de metabolitos mediante LC-MS?
 - a) Fase inversa
 - b) Par iónico
 - c) Exclusión
 - d) Fase normal

8. Indicar el nombre de la librería que utilizarías para identificar los metabolitos alterados por el fármaco, tras los análisis realizados mediante GC-MS
 - a) NIST
 - b) NCBI
 - c) NICT
 - d) Ninguna de las anteriores

9. Indicar el nombre de la librería que utilizarías para identificar los metabolitos alterados por el fármaco, tras los análisis realizados mediante LC-MS
 - a) NIST
 - b) NCBI
 - c) NICT
 - d) Ninguna de las anteriores

10. De las siguientes opciones, indica cual proporcionaría la información necesaria para saber si un metabolito está o no alterado por efecto del fármaco
 - a) El cociente entre el área del metabolito de la muestra tratada con el fármaco y el de la muestra control
 - b) El cociente entre la concentración del metabolito de la muestra tratada con el fármaco y el de la muestra control
 - c) El cociente entre el área normalizada del metabolito de la muestra tratada con el fármaco y el de la muestra control
 - d) El cociente entre la concentración normalizada del metabolito de la muestra tratada con el fármaco y el de la muestra control

SUPUESTO 2 (Máxima Puntuación: 12 Puntos)

Un usuario de la Unidad de Espectrometría de Masas quiere cuantificar Timidina trifosfato (TTP) en una muestra proveniente de un cultivo celular. Para ello proporciona el patrón puro del compuesto y pide específicamente que se realice utilizando un equipo LC-ESI-QqQ-MS.

11. Indicar el modo de trabajo más adecuado para la determinación de este compuesto
 - a) Scan
 - b) SIM
 - c) MRM
 - d) Auto-MS/MS

12. Indicar la forma iónica en la que aparecerá el compuesto tras su ionización mediante electrospray (ESI)
 - a) +1
 - b) -1
 - c) +2
 - d) -2

13. ¿Qué energía de colisión habría que aplicar para obtener los fragmentos de 158,8 y 78,9 m/z, sabiendo que la señal del ion parental es 482 m/z?
 - a) 158,8 (+35 V) y 78,90 (+55 V)
 - b) 158,8 (-35 V) y 78,90 (-55 V)
 - c) 158,8 (+55 V) y 78,90 (+35 V)
 - d) 158,8 (-55 V) y 78,90 (-35 V)

14. En la determinación del TTP se observa una señal adicional correspondiente a una impureza. ¿Qué configuración instrumental emplearía para determinar su identidad?
 - a) MALDI-TOF-MS
 - b) GC-EI-QqQ-MS
 - c) LC-ESI-QTOF-MS
 - d) LC-ESI-QqQ-MS

15. ¿Cuál sería el procedimiento de purificación del metabolito más adecuado?
 - a) Extracción mediante tissue lyser con bolas de 1 mm
 - b) Extracción mediante agitación con metanol y 0,4% de ácido fórmico en agua
 - c) Extracción mediante sonda de ultrasonidos en modo continuo durante 1 hora a temperatura ambiente
 - d) Extracción mediante homogenización manual con diclorometano y agua

16. Dado que es importante corregir posibles errores experimentales derivados de la etapa de preparación de la muestra, indicar cuál de los siguientes sería un posible método con el que hacerlo
- Realizar un análisis de componentes principales
 - Normalizar con la concentración de proteína una vez terminada la extracción
 - Normalizar con la señal del pico más intenso
 - Ninguna de las anteriores
17. El usuario solicita la inclusión de 2 compuestos más: Timidina monofosfato (MTP) y Timidina difosfato (DTP). Si utilizamos cromatografía del par iónico ¿Cuál sería el orden lógico de elución de los compuestos?
- DTP, MTP, TTP
 - MTP, TTP, DTP
 - TTP, MTP, DTP
 - MTP, DTP, TTP
18. El usuario solicita la inclusión de 2 compuestos más: Timidina monofosfato (MTP) y Timidina difosfato (DTP). Si utilizamos cromatografía de fase inversa ¿Cuál sería el orden lógico de elución de los compuestos?
- DTP, MTP, TTP
 - MTP, TTP, DTP
 - TTP, MTP, DTP
 - MTP, DTP, TTP
19. ¿Cuál de las siguientes configuraciones instrumentales utilizarías para obtener la masa exacta de los tres compuestos?
- GC-EI-TOF-MS
 - GC-EI-QqQ-MS
 - LC-ESI-QTOF-MS
 - LC-ESI-IT-MS
20. En caso de avería del LC-ESI-QqQ-MS, ¿qué otro instrumento podría emplearse para la determinación de estos analitos?
- GC-EI-TOF-MS
 - GC-EI-QqQ-MS
 - GC-EI-Q-MS
 - Ninguno de los anteriores