

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор НОЦ МДиЭБТ
академик В.В.Болдырев
октябрь 2004 г.

Порядок выполнения работ на газовом хромато-масс-спектрометре Agilent 5973N EI/PCI

Хромато-масс-спектрометр Agilent 5973N EI/PCI предназначен для проведения работ в рамках Научно-образовательного центра «Молекулярный дизайн и экологически безопасные технологии».

Аппаратурные возможности

Хромато-масс-спектрометр может использоваться для изучения (определения) качественного и количественного состава смесей летучих органических веществ, в том числе – для анализа чистоты органических веществ и определения количественного содержания и характера примесей. Разделение проводится методом капиллярной газо-жидкостной хроматографии при использовании в качестве детектора квадрупольного масс-спектрометра с ионизацией электронным ударом. Компоненты идентифицируются путем сопоставления хроматографических индексов удерживания и полных масс-спектров веществ с библиотечными данными.

Хромато-масс-спектрометрический комплекс состоит из газового хроматографа, автоматического инжектора («автосамплера»), масс-селективного детектора и компьютера, через который осуществляется управление.

Газовый хроматограф Agilent 6890N

- максимальная температура: +450 °С
- максимальное время анализа: 999.99 мин
- скорость изменения температуры термостата колонки: от 0 до 120 °С/мин
- капиллярные колонки из кварца длиной 30 м, внутренним диаметром 0.25-0.32 мм и толщиной слоя неподвижной фазы 0.50 μм:
 - DB-1ms – неполярная колонка общего назначения (неподвижная фаза – 100% диметилполисилоксана), рабочая температура: от –60 до +340°С (рекомендована фирмой-производителем для анализа аминов, углеводов, пестицидов, полихлорароматических соединений, фенолов, сернистых соединений, душистых и ароматических веществ)
 - DB-XLB – малополярная колонка общего назначения, рабочая температура: от +30 до +340°С (рекомендована фирмой-производителем для анализа пестицидов, гербицидов, полихлорированных ароматических соединений, полициклических ароматических соединений)
 - DB-FFAP – полярная фаза общего назначения (неподвижная фаза – 100% полиэтиленгликоля), рабочая температура: от +40 до +250°С (рекомендована фирмой-производителем для анализа органических кислот)

Масс-спектрометр Agilent 5973N EI

- Метод ионизации: электронный удар (от 5 до 241.5 eV)
- Температура источника ионов: от +150 до +250°С
- Диапазон детектируемых масс: от 2 до 800 а.е.м.
- Динамический диапазон: 10⁶
- Скорость сканирования: 6250 а.е.м. в секунду с шагом 0.1 а.е.м.

Области использования

- Анализ смесей органических веществ природного происхождения (эфирные масла, летучие выделения растений и животных, некоторые группы природных соединений – кумарины, моно-, сескви-, ди- и три- терпеноиды),
- Анализ смесей продуктов, получаемых при химической модификации природных веществ (жирные кислоты, жирные спирты, продукты сухой перегонки органических материалов)
- Анализ легких фракций перегонки нефтепродуктов
- Анализ синтетических органических веществ (душистых и ароматических веществ, пестицидов, лекарств и проч.)

Требования к образцам

Образцы должны быть заранее приведены в состояние, пригодное для проведения анализа, и представляются либо в виде готового раствора с концентрацией около 1% по основному компоненту, либо в виде чистого вещества с указанием массы образца и растворителя, в котором образец должен быть растворен перед проведением анализа. Образец не должен содержать механических примесей и нелетучих компонентов.

Анализ проводят путем ввода в хромато-масс-спектрометр небольшого количества (около 1 μ л) анализируемого раствора специальным шприцом.

Растворы готовят в одном из следующих растворителей: легкокипящие насыщенные или ароматические углеводороды (пентан, гексан, гептан, бензол, толуол), низшие спирты (метанол, этанол, изопропанол), простые эфиры (диэтиловый, *трет*-бутил-метилловый, дибутиловый, тетрагидрофуран), ацетон, ацетонитрил.

Нежелательные растворители: вода, галогенированные углеводороды (хлористый метилен, бромистый метилен, хлороформ, четыреххлористый углерод и т.п.).

Особые условия

Если в ходе выполнения измерений в образце происходят процессы, представляющие угрозу для измерительной аппаратуры и обслуживающего персонала, то такие измерения проводиться не будут. К числу опасных относятся образцы, содержащие:

- Радиоактивные вещества
- Летучие агрессивные вещества, разрушающие элементы конструкции прибора и стационарную фазу капиллярной колонки (сильные органические кислоты: фтор- и хлор- уксусные кислоты; минеральные кислоты: азотная, серная, хлорная, и т.д.; окислы неметаллов: окислы серы, азота, хлора, фосфора и т.п.; галогены, галогеноводороды, галогениды серы, фосфора и азота)
- Вещества, способные взрываться при нагреве (перекись водорода, органические перекиси и гидроперекиси, полинитросоединения, азиды)
- Высокомолекулярные и нелетучие органические вещества (смолы, растительные и животные жиры, минеральные масла, олигомеры и полимеры)
- Летучие соли и комплексы металлов (при термической деструкции вызывающие образование осадков каталитически активных окислов, а также самих металлов и их соединений)
- Нелетучие неорганические вещества (щелочи, соли, комплексы)
- Механические примеси

Оформление заказа на проведение анализа

Для проведения хромато-масс-спектрометрического анализа Заказчик должен подать заявку по установленной форме. Заявка должна быть согласована с научным руководителем работы (для студентов – с руководителем практики или преподавателем, ведущим занятия, для аспирантов – с научным руководителем выполняемой диссертационной работы; для научных сотрудников с ученой степенью согласование с научным руководителем не требуется). Электронный вариант заявки направляется электронной почтой по адресу atkachev@nioch.nsc.ru (имя файла-заявки – фамилия Заказчика латинскими буквами), а печатный вариант, подписанный заказчиком и научным руководителем, передаётся вместе с приготовленным образцом в комн. № 518 лабораторного корпуса НГУ (приём образцов в комн. № 518 производится по понедельникам, средам и пятницам с 11:00 до 13:00).

Порядок выполнения работ

Хромато-масс-спектрометрический комплекс установлен в специально оборудованной комнате лабораторного корпуса НГУ. Решение о целесообразности проведения анализа принимает Дирекция НОЦ НГУ и назначенный Дирекцией НОЦ НГУ эксперт.

Поскольку для решения разных по характеру задач может понадобиться перенастройка прибора и перестановка колонок, что требует значительных усилий и времени, все задачи Заказчиков будут группироваться в очереди.

Анализы выполняет высококвалифицированный специалист, который занимается также обслуживанием хромато-масс-спектрометрического комплекса, выполняя текущее техническое обслуживание и проводя профилактические мероприятия.

Результаты анализов:

- a) передаются заказчику в виде файла с хромато-масс-спектрограммой для самостоятельного анализа и расшифровки; в этом случае файл с хромато-масс-спектрограммой (имя файла: <ФамилияЗаказчика_ШифрПробы>) помещается на сервер <http://www.nsu.ru/chromstar/database/>, откуда Заказчик забирает данные самостоятельно.
- b) передаются заказчику по электронной почте в виде отчета, содержащего рисунок хроматограммы, таблицу с указанием относительного содержания компонентов и вероятные структуры (названия) основных компонентов смеси.

Примечание: Расшифровка состава смесей проводится по масс-спектрам компонентов с использованием масс-спектрометрической базы данных, содержащей 392000 масс-спектров органических веществ, поэтому не все компоненты могут быть идентифицированы.