

ESPECTRÓMETRO BRUKER micrOTOF-Q II

INSTRUCTIVO PARA PREPARACIÓN Y ENVÍO DE MUESTRAS

Todas las muestras deben estar acompañadas de la correspondiente ficha de envío, completando toda la información allí solicitada. La información estructural es muy importante para elegir las condiciones óptimas de ionización incluyendo el agregado de promotores de ionización y seleccionar modo positivo o negativo. Los valores de $M+H^+$ y $M+Na^+$ pueden calcularse fácilmente con programas como ChemDraw u otros específicos que se encuentran en internet, por ejemplo: http://www.chemcalc.org/mf_finder/mfFinder_em_new

Los experimentos disponibles son: determinación de fórmula molecular, determinación de espectro de masa (puede hacerse fragmentación "in source") y análisis EM/EM para iones seleccionados (por defecto el análisis EM/EM se realiza sobre el ion molecular salvo indicación en contrario).

Las muestras se analizarán primero con la fuente de electrospray (ESI) con eventual agregado de promotores de ionización. En caso de no lograrse ionización de la muestra, se pasará a las fuentes APCI y APPI (en ese orden).

En el caso de mezclas a analizar por **cromatografía líquida - espectrometría de masa (CL-EM)**, se debe proveer junto a la muestra un cromatograma con detección UV-vis realizado en condiciones compatibles con CL-EM: fase móvil de metanol-agua o acetonitrilo-agua (pH entre 3,5 y 8), sin buffers salinos, sales, ácidos o bases minerales (sólo se admiten buffers volátiles, p.ej. acetato de amonio). El flujo no debe exceder 0,5 ml/min. Consultar previamente las columnas disponibles.

Las muestras deben enviarse en viales de vidrio nuevos (nunca lavados con detergente) o en tubos **Eppendorf de alta calidad resistentes a solventes**. Eppendorf vende tubos de distintas calidades, verificar que se cumpla la especificación anterior. Tubos "tipo Eppendorf" de otras marcas en general contaminan las muestras. Las muestras debe prepararse con extremo cuidado evitando incorporar contaminantes (grasitud de las manos, jabón, detergentes, plastificantes, residuos de solventes, etc). El equipo es extremadamente sensible y muchos de estos contaminantes suelen dar iones muy intensos aunque se encuentren en pequeña cantidad. La presencia de cationes como Na^+ produce iones $M+Na$ que al fragmentarse dejan la carga en el Na^+ , si están interesados en ver fragmentaciones (espectro de masa, EM/EM) eviten la contaminación con cualquier tipo de catión, especialmente Na^+ .

Debe entregarse preferentemente entre 0,2 y 0,5 mg de muestra pesada. Esta cantidad es suficiente para hacer las diluciones correspondientes; conocer la masa de muestra permite que se la analice en la concentración adecuada evitando hacer repeticiones. Tener en cuenta que un exceso de muestra puede ensuciar considerablemente al equipo. No se recibirán muestras en exceso de 1-2 mg o que no indiquen la masa enviada.

Pueden entregarse muestras en solución, sin embargo los solventes usados deben ser de calidad LC-MS (calidad HPLC no es suficiente).

Las muestras se disuelven en metanol (calidad LC-MS) o mezclas metanol-agua, metanol-diclorometano según el caso, de ser necesario se agregará solución de ácido fórmico o de acetato de amonio para facilitar la ionización (y disminuir la formación de especies sodiadas). En la mayoría de los casos esto permite observar los iones $M+H^+$ o $M+NH_4^+$. Estos iones pueden sufrir fragmentaciones ulteriores o en la misma fuente ("in source") para dar un espectro de masa. Los espectros obtenidos en presencia de acetato de amonio se asemejan a los espectros de ionización química con NH_3 . Todos los fragmentos se obtienen con masa exacta. **En caso que la muestra sea insoluble en metanol indicar que solventes pueden usarse.**

Recepción de muestras: exclusivamente en la Secretaría de UMYMFOR de lunes a viernes de 9.30 a 12.00 y de 14.00 a 17.00 hs.

Ciudad de Buenos Aires, 31 de agosto de 2011

ITO 04-10 - Rev. 0