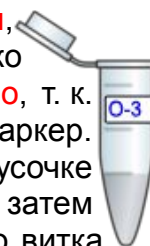


Памятка при подготовке образцов для снятия Esi-MASS спектров.

Требование к образцу

На Esi-MASS исследования принимаются **ТОЛЬКО** растворы, готовые к проведению анализа и обладающие следующими характеристиками:

- Концентрация.** Предельная концентрация любого соединения 1×10^{-4} моль/л, однако в большинстве случаев **концентрация должна быть ниже этого значения**. Типовая концентрация любого соединения, содержащаяся в образце составляет 5×10^{-5} моль/л. Если соединения в растворе образуют ионы (**заряженные органические соединения**, например так называемые "красители"), то концентрацию снижают — 3.0×10^{-5} моль/л. Если соединение не заряжено и возникают проблемы в получении его масс спектра, вызванные низкой чувствительностью детектора (или плохой способности к ионизации самого соединения, например, кукурбитурил или порфирин), то можно использовать растворы с максимально возможной концентрацией - 1×10^{-4} моль/л. **Введение образца с чрезмерной концентрацией не только вызывает загрязнение прибора (что в свою очередь портит последующие измерения, и даже, в определённых случаях, приводит к выходу оборудования из строя), но и приводит к искажённым результатам, получаемых для данного образца из-за зашкаливания (перегрузка детектора). Предел концентрации 1×10^{-4} моль/л касается неорганических солей и противоионов (таких как ClO_4^-), если они являются частью образца.**
- Гомогенность.** Раствор образца должен быть гомогенный, то есть не содержать твёрдой или дополнительной жидкой фазы. Это означает, что раствор должен быть кристально прозрачным **без осадка, пыли и взвеси**.
- Растворимость.** Образец должен обладать хорошей растворимостью, причём с запасом. Несмотря на ту концентрацию, с которой приготовлен образец, все вещества должны быть растворимы с концентрацией, превышающей текущую хотя бы в 20 раз. Если соединение имеет умеренную растворимость (предел растворимости от 2.5×10^{-4} до 5×10^{-4}) в выбранном растворителе необходимо это указать в бланке-заявке (см. ниже), а также уменьшить концентрацию вещества в образце для увеличения запаса растворимости. **Помните, что в данном методе анализа раствор выпаривается, если вещество имеет плохую растворимость, оно обязательно выпадет в осадок в в нагретом капилляре, что приведёт к поломке прибора.**
- Тара для образцов.** Все образцы перед съёмкой проходят обязательную процедуру центрифугирования, поэтому к таре предъявляются определённые требования (у меня нет никакого желания/возможности переливать ваш образец в правильную тару и/или наносить маркировку, см. ниже). Образцы сдаются в пластиковых пробирках Эппендорфа, диаметром 1 см, объёмом около 1.5 мл (**объём образца, достаточный для исследования, составляет ~ 1 мл**), с коническим или сферическим дном. Сдавать образцы в стеклянных виалах, тем более с ровным доньшком запрещено. Если образцы являются фоточувствительными соединениями, то необходимо эппендорф завернуть в тёмную бумагу или фольгу.
- Маркировка образца.** Эппендорфы **запрещено подписывать маркером**, поскольку при установке в штатив или центрифугу надпись очень легко стирается. Использование самоклеющихся этикеток **крайне нежелательно**, т. к. они имеют обыкновение отваливаться в тех же условиях, что и маркер. Наиболее оптимальный способ — это написать на **небольшом** кусочке бумажки (8×20 мм) шифр образца шариковой ручкой или карандашом, а затем приклеить его поперёк обычным скотчем к эппендорфу (не более одного витка вокруг). Приклеивайте аккуратно без замятий, и не надо наматывать километр



скотча, если ваш образец разбухнет от ваших стараний, то он может застрять в центрифуге, и его придётся выковыривать отвёрткой с потерей содержимого. Если образец следует беречь от света, то этикетка обязательно приклеивается к эппендорфу, также желательно её продублировать и для обёртки (фольги или тёмной бумаги/полиэтилена). Если по какой-либо причине на самом эппендорфе не будет надписи с шифром образца, то образец не будет записан.

6. **Растворитель.** Для приготовления образцов используют р-ли марки **ОСЧ** или **HPLC GRADE**; нельзя применять Ч., Т., Ч.Д.а., Х.Ч. Сейчас съёмка производится в следующих растворителях: ацетонитрил, вода или (в крайнем случае) метанол. Если в образце присутствует **DMSO** (даже в мизерных кол-вах), то зря вы сдаёте подобные образцы. Получите, как минимум, кучу продуктов деструкции и осмоления. Если у вас идёт смесь растворителей (например, ацетонитрил+дихлорметан), то это надо обговаривать отдельно, и быть ко всему прочему уверенным, что при разбавлении тем же ацетонитрилом, у вас вещество не выпадет в осадок (изучайте принципиальную схему работы жидкостного хроматографа). Если вы используете легколетучие растворители (ацетонитрил или метанол), то плотно закрытый эппендорф заматывается кусочком плёнки **PARAFILM**, шириной до 7 мм, в месте контакта крышки с горлышком. Не надо плёнку наматывать на половину или весь эппендорф, этим вы усложняете его установку в центрифугу. В других растворителях образцы не принимаются и элюирование не производится.
7. **Заявка на анализ.** Для каждого образца необходимо **самостоятельно** заполнить бланк-заявку на анализ в электронном виде (ссылка в конце документа). Это не моя прихоть, если вы это не сделаете, то а) вы мне усложните (сделаете невозможным) процесс съёмки и б) с меня требуют подобные заявки, мне придётся её составлять за вас. Присылать заявку лучше в электронном виде на мой e-mail: nick7inc@ineos.ac.ru (печатать не надо). Заполняете следующие поля: **Химик, Тел, Комн, Лаб**, (всегда 107), **Научн. рук., Брутто-ф-ла, М. Масса, Шифр, Растворитель, Концентрация** (всех компонент), **Система растворителей** (если отличается от поля "Растворитель", то надо объяснять почему, чем эти поля отличаются - изучайте принципиальную схему работы жидкостного хроматографа), **Токсичность, Цель анализа, Дата поступления** (дата приготовления образца и сдачу его на анализ). Если места не хватает, пишите внизу, где есть пустые строчки. Если соединение образует ионы или у вас комплекс, которые может диссоциировать или образовывать другие комплексы с отличным от ожидаемого составом, то лучше писать молекулярную массу отдельных частей (ионов), а не суммарную. Это нужно для быстрой оценки результатов в процессе съёмки. Если соединение термически нестабильно (~40-60°C), то это надо отражать в заявке "термически нестабильно", а также указывать предельно низкую **температуру иглы** 100°C для ацетонитрильного р-ра и 150°C для водного. Если есть данные по предыдущим экспериментам, то можете указать напряжение ионизации (если вещество не ионизируется, то можно увеличивать стандартное значение напряжения и температуры, т. е. использовать более *жёсткие условия*; если, к примеру, комплексы разваливаются, то уменьшать, т. е. использовать более *мягкие условия*). В противном случае оставьте поля "напряжение" и "температура" пустыми.
8. **Прочее.** Работаем на масс-спектрометре методом электроспрей с квадрупольным анализатором. Анализ проводится на системе хроматографического типа, образец вводится в инжектор, где далее элюируется потоком растворителя или их смеси (см. параметр "Система растворителей"). Диапазон определяемых масс: от 100 до 2000 m/z, детектируются положительно заряженные частицы с зарядом до 4х включительно. Масс-спектр высокого разрешения на данном типе анализаторов не делается в принципе, также как и МАЛДИ.