

KONSPEKT ZAJĘĆ

Przedmiot: Wybrane techniki separacyjne w analizie kosmetyków.

Temat: Analiza wybranych związków zapachowych za pomocą spektrometrii mas LC-MS.

Wykorzystanie techniki LC/MS w analizie związków zapachowych

Planowany czas zajęć: 4 godziny

Prowadzący: dr hab. Anna Zawisza, dr Beata Pasternak

Wymagania wstępne: umiejętność przygotowania roztworów, posiadanie podstawowej wiedzy w zakresie chromatografii ciekowej i spektrometrii mas

Cel zajęć: Poznanie metod wykonywania analiz związanych ze spektrometrią mas na przykładzie techniki elektrospreja, połączenie techniki HPLC ze spektrometrią masową i wykorzystanie jej w analizie chemicznej oraz analiza porównawcza technik masowych, korzystanie z baz danych i bibliotek widm masowych związków.

Wprowadzenie

Spektrometria mas jest metodą analityczną, której podstawą jest pomiar stosunku masy do ładunku (m/z) jonów w fazie gazowej.

DO CZEGO SŁUŻY SPEKTROMETRIA MAS ?

- Pomiar mas atomowych pierwiastków i mas cząsteczkowych związków chemicznych.
- Wykrywanie obecności i oznaczanie zawartości ilościowej określonych pierwiastków chemicznych w badanych próbkach.
- Wykrywanie obecności i oznaczanie zawartości ilościowej określonych związków chemicznych w badanych próbkach.
- Ustalanie budowy cząsteczek związków chemicznych.
- Wykrywanie i identyfikacja „on line” substancji rozdzielanych za pomocą technik chromatograficznych.
- Badania składu i obrazowanie powierzchni ciał stałych, np. urządzeń półprzewodnikowych.

Elektrozpylanie (*Electrospray, ESI*)

polegające na rozpylaniu pod ciśnieniem atmosferycznym cieczy zawierającej badaną substancję z igły, do której przyłożono wysokie napięcie (zwykle 1–5 kV). Jest to jedna z łagodnych metod jonizacji – zwykle nie powoduje fragmentacji badanych cząsteczek.

Metoda ta jest bardzo często stosowana w badaniach nad wielkocząsteczkowymi biopolimerami takimi jak białka i oligonukleotydy

Metoda: zajęcia laboratoryjne – eksperyment

Forma organizacyjna: praca indywidualna

Środki dydaktyczne: instrukcja do ćwiczenia, zestaw niezbędnych naczyń laboratoryjnych i odczynników chemicznych, spektrometr Varian 500MS

Przebieg zajęć:

- 1) Przypomnienie podstaw dotyczących HPLC oraz spektrometrii mas w szczególności metod jonizacji związanych z badaniem cieczy i roztworów.
- 2) Omówienie ćwiczenia – zapoznanie Studentów z celem ćwiczenia i zasadą wykonania analizy.
- 3) Omówienie budowy spektrometru mas Varian 500 MS i instrukcja obsługi spektrometru mas.
- 4) Podzielenie Studentów na grupy przydzielenie sprzętu, zadań i odczynników.
- 5) Samodzielne wykonanie widm masowych.

Część I

- a. Przygotowanie roztworów laurynianosiarcznanu sodu, p-hydroksybenzoesu etylu, kamforo chinonu oraz alkaloidów zapachowych
- b. Samodzielne wykonanie widm masowych przy wprowadzeniu bezpośrednim
- c. Znalezienie piku macierzystego,
- d. Wykonanie widm w trybie jonów ujemnych i dodatnich
- e. Dobór parametrów i wykonanie widm tandemowych w wykorzystaniu pułapki jonowej jako komory kolizyjnej,
- f. Interpretacja wyników zapisanie odpowiednich reakcji fragmentacji i przegrupowań na podstawie otrzymanych widm.

Część II

- a. Przygotowanie roztworów wybranych olejków eterycznych,
- b. Wykonanie widm masowych,
- c. Znalezienie piku macierzystego,

- d. Analiza porównawcza związków na podstawie wykonanych widm i dostępnej biblioteki i bazy danych (np. NIST),
 - e. Porównanie sygnałów widm EI oraz samodzielnie wykonanych techniką ESI,
 - f. Wskazanie prawdopodobnych struktur związków.
- 6) Krótka dyskusja podsumowująca przebieg i wyniki ćwiczenia.
- 7) Porządkowanie stanowisk pracy.

Literatura

1. Hoffmann E. „Spektrometria mas”, Wyd. 1., Warszawa WNT 1998,
2. Szczepaniak W. „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, W-wa 1996, PWN.
3. Silverstein R.M. „Spektroskopowe metody identyfikacji związków organicznych”. W-wa 2007. PWN
4. Miksa K. Klimowicz A. Popko M. ‘Allergenic Fragrances in Selected Cosmetics Products’ *Probl Hig Epidemiol* 2016, 97(2), 161-165.