

Návod pro samoobslužný servis GC/MS

Měření

GC/MS systém je nutné si rezervovat. Sešit najdete na stole v místnosti 107.

Důležité!!! Důležité!!! Důležité!!! Důležité!!! Důležité!!! Důležité!!!
VZOREK NESMÍ OBSAHOVAT SILNÉ KYSELINY, ZÁSADY, VODU, ŽÁDNÁ
OXIDAČNÍ NEBO REDUKČNÍ ČINIDLA A NESMÍ OBSAHOVAT PEVNÉ ČÁSTICE.

DOPORUČENÁ ROZPOUŠTĚDLA: hexan, methanol, ethanol, chloroform, diethyl ether

VHODNÁ KONCENTRACE VZORKU: cca 1 mg/ml

- 1) Zkontrolujte, zda je autosampler v definované poloze nad injektorem
- 2) Vložte vialky s dostatečným objemem vzorku do automatického dávkovače – jehla dávkovací stříkačky dosáhne 3 mm nad dno vialky. Používejte pouze vialky doporučených typů (viz níže)
- 3) Vložte velkou vialku s dostatečným množstvím promývacího rozpouštědla do pozice **A** automatického dávkovače. Používejte stejné rozpouštědlo, ve kterém máte rozpuštěný vzorek.
- 4) Na hlavní liště programu *ChemStation* z nabídky *Sequence* vyberte *Edit Sequence*
- 5) Smažte předešlé analýzy – označit myší → pravé tlačítko myši → *Delete Rows*
- 6) Vyplňte tabulku – **První dva znaky** názvu datového souboru musí být **vaše iniciály**, název nesmí obsahovat lomítka, vybírejte jen z metod vytvořených pro samoobslužný servis
- 7) Po vyplnění a kontrole → klik na *OK*
- 8) Uložení sekvence - *Save Sequence As* → Vyplnit jméno (své jméno bez čárek a háčků – budete používat pro své sekvence) → *Select*
- 9) Spuštění analýzy - *Run Sequence* → vyplnit tabulku → *Run Sequence*
- 10) Objeví se okno *Acquisition* - Vždy **NO** nebo ignorovat (po uvedeném čase min zmizí samo)

Zapište svůj vzorek do sešitu pro samoobslužný servis

Pozn.:

- V průběhu analýzy nelze s ovládacím programem pracovat. Průběh můžete kontrolovat - klikněte na ikonu „fotoaparát“ v programu *DATA ANALYSIS*.
- Program ukazuje dobu analýzy právě měřeného vzorku, takže si můžete snadno spočítat, kdy budou vaše vzorky doměřeny.

Základní zpracování výsledků

A) Pokud máte k dispozici *ChemStation* : stáhnout data z D/DATA/.....přes ftp: klienta ve Total Commander nebo flash disk

B) Pokud nemáte k dispozici *ChemStation* můžete si vyhodnotit svá data zde.

- 1) Po doměření analýzy klik levým tlačítkem myši na soubor s naměřenými daty – Load
- 2) Stlačit levé tlačítko myši a potáhnout – zvětšení vybraného úseku chromatogramu
- 3) Stlačit pravé tlačítko myši a potáhnout – načtení spekter z vybrané oblasti

- 4) Odečtení pozadí
- 5) Tisk – papír do tiskárny vlastní

Další zpracování dat – viz přednáška

Doporučené typy vialek pro GC/MS

Vialky si nosit vlastní

Vialky a víčka doporučená firmou Agilent (prodává HPST)

5182-0714 Vialky „2 ml, clear, screw top“

5182-0716 Vialky „2 ml, amber, screw top, w/write-on spot“

5182-0717 Víčka „teflon/red rubber, screw cap“

5181-127 Inserty „glass insert, w/feet, 100 ul

Vialky a víčka National Scientific (prodává Chromservis)

C4000-1 Číré vialky 2.0 ml - 12 x 32 mm, 100 ks

C4000-54B Víčka se septy, Screw Blue Cap w/Septa; Red PTFE / White Silicone; 100/Pk

Metody pro samoobslužný servis

název metody	teplota nástřiku	split*	hmotnostní rozsah	teplotní program
AS_M-nizke_C-nizke	200°C	10:1	do 600 m/z	40°C(4min) →8°C/min do 200→15°C/min do 320°C (3min) (celkový čas 35 min)
AS_M-nizke_C-vysoke	200°C	100:1	do 600 m/z	40°C (4min) →8°C/min do 200→15°C/min do 320°C (3min) (celkový čas 35 min)
AS_M- vysoke _C-nizke	230°C	10:1	do 800 m/z	60°C(4min) →10°C/min do 320°C (10 min) (celkový čas 40 min)
AS_M- vysoke _C-vysoke	230°C	100:1	do 800 m/z	60°C(4min) →10°C/min do 320°C (10 min) (celkový čas 40 min)

*Split – rozdělení nadávkovaného objemu vzorku

Příklad- split 1:10 znamená, že jeden díl vzorku půjde na kolonu a 10 dílů do odpadu