



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

LABORATORIO DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS

I. INTRODUCCIÓN

La espectrometría de masas de alta resolución es una técnica instrumental complementaria, orientada hacia la elucidación estructural de moléculas a través de la determinación de sus masas moleculares y de las masas de algunos fragmentos característicos, utilizando cantidades de muestra relativamente pequeñas.

Esta técnica permite estudiar compuestos de naturaleza diversa: orgánica, inorgánica o biológica. Para tal fin es necesario ionizar las moléculas y obtener los iones formados en fase gaseosa.

Actualmente el laboratorio de espectrometría de masas del Centro de Investigaciones Químicas UAEM cuenta con el **Espectrómetro de Masas JEOL MS-700 de Alta Resolución**, este equipo puede operar con las siguientes fuentes de ionización:

- Análisis mediante EI (Ionización electrónica)
- Análisis mediante CI (Ionización química)
- Análisis mediante FAB (Bombardeo con átomos rápidos)
- Análisis mediante ESI (Electrospray)
- Análisis mediante APCI (Ionización Química a Presión Atmosférica)

Los análisis en todas las técnicas de ionización se pueden obtener en modo positivo y negativo. Además, en cada una de las técnicas de ionización arriba mencionadas, se puede determinar la masa exacta, así como el estudio de fragmentación selectiva.

Después de la ionización se obtiene el registro del espectro de masas del ión molecular y los fragmentos generados (relación masa/carga, m/z), y se determina la masa exacta de la fragmentación selectiva.

II. CARACTERÍSTICAS REQUERIDAS DE LAS MUESTRAS PARA ANÁLISIS.

- La muestra se entregará en un vial claramente identificado, de forma indeleble, con una referencia (clave) que deberá ser la misma consignada en la solicitud de análisis.
- La muestra se entregará principalmente sin disolver e indicando la cantidad que se aporta (generalmente 1 a 5 mg es suficiente).
- Tener en cuenta que para obtener un buen resultado, especialmente en los análisis de determinación de masa exacta, se requiere de muestras de alta pureza para evitar interferencias.

- Para la técnica electrospray considerar que:
 - o Las muestras deberán venir disueltas (3 mg de muestra en 0.5 ml de disolvente) en metanol, de preferencia.
 - o Los disolventes volátiles son los más adecuados. En caso de muestras insolubles las técnicas de ionización que se pueden aplicar son más reducidas. Se recomienda evitar en lo posible disolventes como DMF o DMSO.
- Cuando la muestra sea inestable es necesario ponerse en contacto con el Técnico Responsable del laboratorio de espectrometría de masas para establecer las condiciones apropiadas de análisis.
- Por la naturaleza del análisis realizado (análisis destructivo), únicamente es posible recuperar el material excedente del estudio.

Cualquier duda relacionada con el tipo de experimento o técnica solicitada podrá ser consultada directamente con la responsable del área. Ing. Victoria Labastida, al correo: labasvg04@uaem.mx

III. PROCEDIMIENTO PARA EL SERVICIO INTERNO

El servicio interno está restringido a las muestras provenientes de proyectos de investigación de los profesores investigadores del CIQ y los estudiantes asociados a estos proyectos. Estas muestras reciben prioridad 1 con la consideración que el (la) responsable del laboratorio está facultados para modificar el orden de procesamiento de las muestras cuando existen razones de carácter técnico que conducen a la optimización del uso del equipo y el funcionamiento del laboratorio. Además, debe tomarse en cuenta que no se procesarán muestras en los periodos programados para actividades de mantenimiento preventivo y/o correctivo.

- El solicitante del análisis debe registrar cada una de las muestras en la bitácora que se localiza en el Laboratorio de Espectrometría de masas anotando el tipo de análisis solicitado.
- Cada muestra deberá ir acompañada del formato de solicitud con la información completa en cada campo.
- La muestra se procesará de acuerdo a la programación de trabajo del laboratorio y en estricto orden de recepción.
- Los resultados se entregarán contra firma de recepción de los mismos en el formato de solicitud.

IV. PROCEDIMIENTO DE SERVICIO EN VINCULACIÓN

El servicio de vinculación lo ofrece el CIQ para apoyar el desarrollo de la investigación en la UAEM, en otras instituciones de educación superior y a la industria. Las muestras bajo esta categoría deberán ingresar, sin excepción, a través de la Jefatura de Vinculación.

- La muestra deberá satisfacer los requisitos descritos en el apartado de "Características de las muestras para análisis" y ser acompañada por el formato de solicitud correspondiente.

- La Jefatura de Vinculación proporcionará en todos los casos una fecha probable de entrega de resultados que se determina con base en la prioridad del servicio, el tipo de estudio solicitado y la carga de trabajo del laboratorio.
- Al recibir la JV la notificación de que el estudio ha sido concluido, se le comunicará al usuario que sus resultados están ya disponibles (impresos o electrónicos, según sea el caso)
- Para la entrega de resultados impresos y/o electrónicos es necesario que se satisfagan las siguientes condiciones:

Usuarios Vinculación-UAEM

Entrega de una carta en la que se compromete a dar los agradecimientos correspondientes al CIQ por los servicios prestados en cualquier comunicación científica relacionada con los estudios realizados. Esta carta deberá estar firmada también por el director de la unidad académica.

Usuarios Vinculación Académica

Entrega del comprobante de pago del servicio con una reducción del 50% sobre el costo público.

o

Entrega/existencia de un convenio específico de colaboración con algún Profesor-Investigador del CIQ en el que se establece como parte de la colaboración la realización de este tipo de estudios.

Usuarios Vinculación Externa

Entrega o envío al usuario del resultado contra la entrega de comprobante de depósito por el monto correspondiente.

La facturación de los servicios se hace a través de la Tesorería UAEM. Una vez que esta dependencia elabore la factura será enviada al usuario por la vía apropiada para ello.

V. PROCESAMIENTO DE LAS MUESTRAS. (INTERNAS Y EXTERNAS)

- Las muestras admitidas para análisis se registran en la bitácora del equipo de EM consignándose la siguiente información: Número consecutivo, nombre del investigador, nombre del solicitante, clave de la muestra, técnica solicitada, ión molecular esperado, fecha de solicitud.
- Los viales correctamente identificados conteniendo las muestras se colocan en la mesa de trabajo.
- El análisis realizado a cada muestra se registran en el equipo en carpetas que indican en que fecha se realizó el experimento (mes-día-año.dfl). En cada una de ellas se colocan los archivos de resultados identificados las iniciales de los investigadores del CIQ y el registro numérico secuencial que le corresponde, (MFZ001). Los usuarios externos tienen una clave equivalente.
- Los archivos generados en cada experimento se resguardan en el equipo por un periodo de seis meses.
- Al terminar el análisis, los resultados se imprimen directamente. Si la solicitud incluyó el análisis de alta resolución, se imprime la composición elemental resultante del experimento y se anexa el gráfico de espectro de masas.
- Los resultados se entregan acompañados del vial conteniendo el residuo no utilizado para el análisis.