

Programme :
GC-MS Perfectionnement – Niveau 2

Durée	Dates	Prix € HT/ personne	Nbre participants
4 Jours	16-17-18-19 avril 2013 15-16-17-18 octobre 2013	2 950 € HT	3/6 Personnes

Domaine d'application	Personnes concernées
Analyse de traces, identification et dosages de mélanges complexes, contrôle de qualité, mise en évidence de fraudes, etc	Chercheurs et Techniciens de l'industrie ou des laboratoires de recherche déjà utilisateurs de la GC-MS

Pré-Requis	Objectifs
GC-MS Initiation niveau 1 ou bonne pratique d'un GC- MS standard	Approfondir les aspects théoriques et pratiques de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) et de ses applications

Pratique	Théorie	Moyens Pédagogiques
50%	50 %	Cours audiovisuel et documents écrits Cours théorique assuré par un intervenant extérieur (Patrick ARPINO) Démonstrations au laboratoire d'application PerkinElmer (Christophe MATTIODA, Vanessa KOZIEL)

1. Réglages avancés d'une analyse qualitative

- Optimisation préalable du seuil d'acquisition de l'interface électronique.
- Calibrage des abondances. Calibrage des masses. Choix du mélange calibrant.
- Correction manuelle d'un décalage. Reconnaissance par la bibliothèque Nist de substances lourdes.
- Protocoles classiques de purification d'un spectre expérimental GC-MS préalable à une recherche en bibliothèque : Soustraction spectrale simple; retraitement selon algorithme de Biller-Bieman. Lequel utiliser en routine
- Outils évolués de TurboMass: combinaison de chromatogrammes de masse ; fonction CODA (Component Detection Algorithm).
- Utilisation complémentaire de Nist AMDIS32.

2. La recherche en bibliothèque

- Principales bibliothèques spectrales. Principes d'une comparaison spectrale. Les deux étapes de l'interrogation informatisée (pré-recherche, recherche finale). Recherche directe et recherche inverse. Choix possible de filtres. Comprendre et évaluer les résultats de cette recherche. Utilisation complémentaire de Nist MSsearch.

3. Bases de l'interprétation des spectres sous ionisation électronique (EI).

- Causes possibles de variations entre spectres EI d'une même substance.
- Masses intégrales et Masses exactes, application à la recherche des formules élémentaires. Massifs isotopiques. Répartitions caractéristiques pour certains éléments.
- Recherche de l'ion moléculaire. Règle de l'azote. Tests pratiques de validation. Perte logique de fragments neutres. Séries homologues d'ions aux basses masses. Ions issus de réarrangements classiques.
- Principales étapes de l'interprétation manuelle des spectres de masse

La description détaillée des mécanismes classiques de fragmentation et de réarrangements sous EI sort du cadre de ce cours, pour des contraintes de temps, mais peut faire l'objet d'une formation spécifique. Contacter le service formation de PerkinElmer.

4. Interprétation de spectres de masse EI sélectionnés

5. Bases de l'analyse quantitative

- Sources d'incertitudes en GC-MS.
- Matériels et protocoles de la préparation des échantillons. Effets de matrice.
- Erreurs de la chromatographie : injection ; transmission par la colonne.
- Erreurs de la spectrométrie de masse : formation des ions dans la source ; paramètres de transmission et de filtrage des ions ; linéarité du détecteur.

Acquisition des données pour l'analyse quantitative

- Mode opératoire, choix du mode de balayage : balayage complet ; extraction de profils d'ions sélectifs – choix des ions de qualification et de quantification; détection sélective d'ions pré choisis ; mode simultané (SIFI).
- Choix des temps de résidence.
- Intégration des pics et retraitement des profils.

Développement d'une méthode de mesure quantitative

- Présentation des méthodes classiques d'étalonnage: externe, interne, par ajouts dosés.

Traitement des résultats

- Courbe de dosage, choix d'un modèle d'ajustement
- Domaine de linéarité, limite de détection, limite de quantification.
- Facteurs de réponse absolus ou relatifs
- Validation d'une méthode.

Mise au point et dépouillement d'une analyse GC-MS quantitative type avec étalonnage externe.

- Description des échantillons et des standards d'une analyse type.
- Choix des ions suivis et des paramètres d'acquisition.
- Mise en forme du rapport des résultats
- Interprétation des résultats.

Mise au point et dépouillement d'une analyse GC-MS quantitative type avec étalonnage interne.

- Description des échantillons, des standards et de l'étalon interne d'une analyse type
- Choix des ions suivis et des paramètres d'acquisition.
- Mise en forme du rapport des résultats
- Interprétation des résultats.
- Comparaison avec les résultats de la précédente analyse.

5. Analyse quantitative : aspects avancés

- Choix d'une méthode de dosage, selon le problème posé et l'équipement disponible.
- Les trois catégories d'étalon interne pour l'étalonnage interne.
Type A : analogue de l'analyte dosé, marqué par un isotope stable
Pureté isotopique ; présence ou non d'un « effet entraîneur »
Type B : étalon différent de l'analyte dosé mais présentant un ion commun
Type C : étalon différent de l'analyte dosé et sans ion commun
- Mise en œuvre, avantages et inconvénients.

6-Discussion de problèmes spécifiques, préalablement posés par les stagiaires

- Les stagiaires ont la possibilité de poser, avant la tenue du stage, des questions relatives à leurs préoccupations quotidiennes au laboratoire. La table ronde a pour objet d'en débattre avec les animateurs du stage qui leur suggéreront différentes solutions possibles.

Remarque concernant l'ionisation chimique.

La description détaillée des principes de l'ionisation chimique (CI), de production et de dissociation des ions dérivés de la molécule intacte, n'est pas prévue dans ce cours de niveau 2, Contacter le service formation de PerkinElmer pour une formation spécifique.