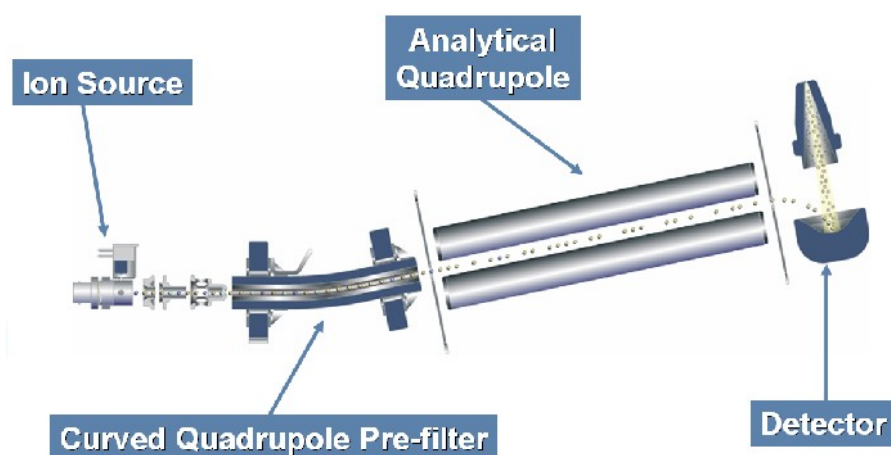


ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТР TRACE DSQ



Хромато-масс-спектрометр TRACE DSQ фирмы Thermo Fisher Scientific (США) представляет собой серийный газовый хроматограф Trace GC Ultra, соединенный с масс-спектрометром DSQ. Масс-спектрометр DSQ – это система с двухстадийным квадрупольным масс-фильтром содержащая, кроме основного квадруполя, искривленный квадрупольный префильтр, позволяющий отсеять нейтральные молекулы и нежелательные ионы:



Ионизация

В масс-спектрометре DSQ предусмотрены два способа ионизации молекул органических соединений: электронный удар EI (Electron Impact) и химическая ионизация CI (Chemical Ionization). В качестве газа-реагента при CI применяется изобутан.

Метод CI дает меньше информации о структуре молекулы, поскольку такая ионизация является "мягкой" и образующиеся ионы не разрушаются на более мелкие фрагменты (рисунок 1). Однако при CI характерные фрагментарные ионы намного устойчивей и почти всегда присутствует пик молекулярного иона, что позволяет определять молекулярную массу лабильных соединений. Кроме того, чувствительность определения галогенсодержащих соединений при регистрации отрицательных ионов может возрастать на 2÷3 порядка по сравнению с ионизацией методом EI.

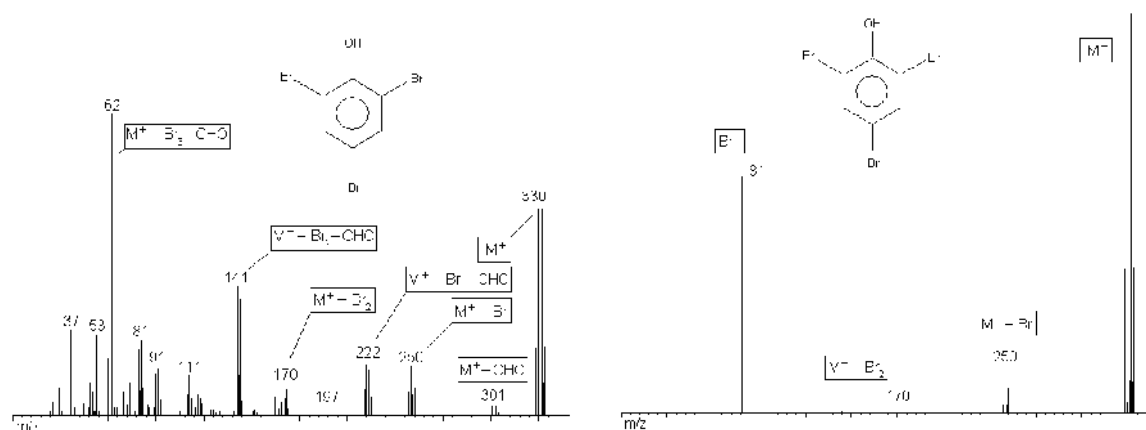


Рисунок 1 – Масс-спектр 2,4,6-трибромфенола, полученный в условиях ионизации электронным ударом (слева) и в условиях химической ионизации (справа) с регистрацией отрицательных ионов

РЕЖИМ СКАНИРОВАНИЯ SIM

При анализе сложных, многокомпонентных матриц очень эффективно применение режима селективной регистрации ионов (SIM). Данный режим позволяет выделять из полученной хроматограммы (полный ионный ток) соединения с заданным набором ионов. Поскольку фрагментация органических соединений одного гомологического ряда идет по сходному механизму, то в их масс-спектрах будет присутствовать одинаковый набор ионов. Применяя режим SIM по характерным для того или иного класса ионам, можно получить хроматограмму на которой будут присутствовать только соединения данного гомологического ряда. На рисунке 2А приведена хроматограмма образца почвы нефтезагрязненного участка. Сканирование в режиме SIM по ионам с массами 57, 71 и 85, характерными для предельных углеводородов, позволяет выделить из полного ионного тока хроматограмму алкановой фракции нефти (рисунок 2Б).

ПРЯМОЙ ВВОД ПРОБЫ В КОЛОНКУ

В газовом хроматографе Trace GC реализован довольно редкий вариант ввода пробы – прямой ввод непосредственно в капиллярную колонку (on-column injection).

Метод непосредственного ввода пробы в колонку без предварительного испарения позволяет проводить анализ термолabileльных соединений и сохранять без изменения качественный и количественный состав компонентов пробы. Кроме того, удастся и повысить степень разделения анализируемых веществ, вследствие исключения стадии размывания пробы в испарителе.

На рисунке 3 приведены хроматограммы этиловых эфиров жирных кислот почвы, полученных при вводе пробы в испаритель (А) и непосредственно в капиллярную колонку (Б). На верхней хроматограмме пики наиболее тяжелых компонентов малоинтенсивны или отсутствуют, что связано с меньшей скоростью испарения или их разрушением.

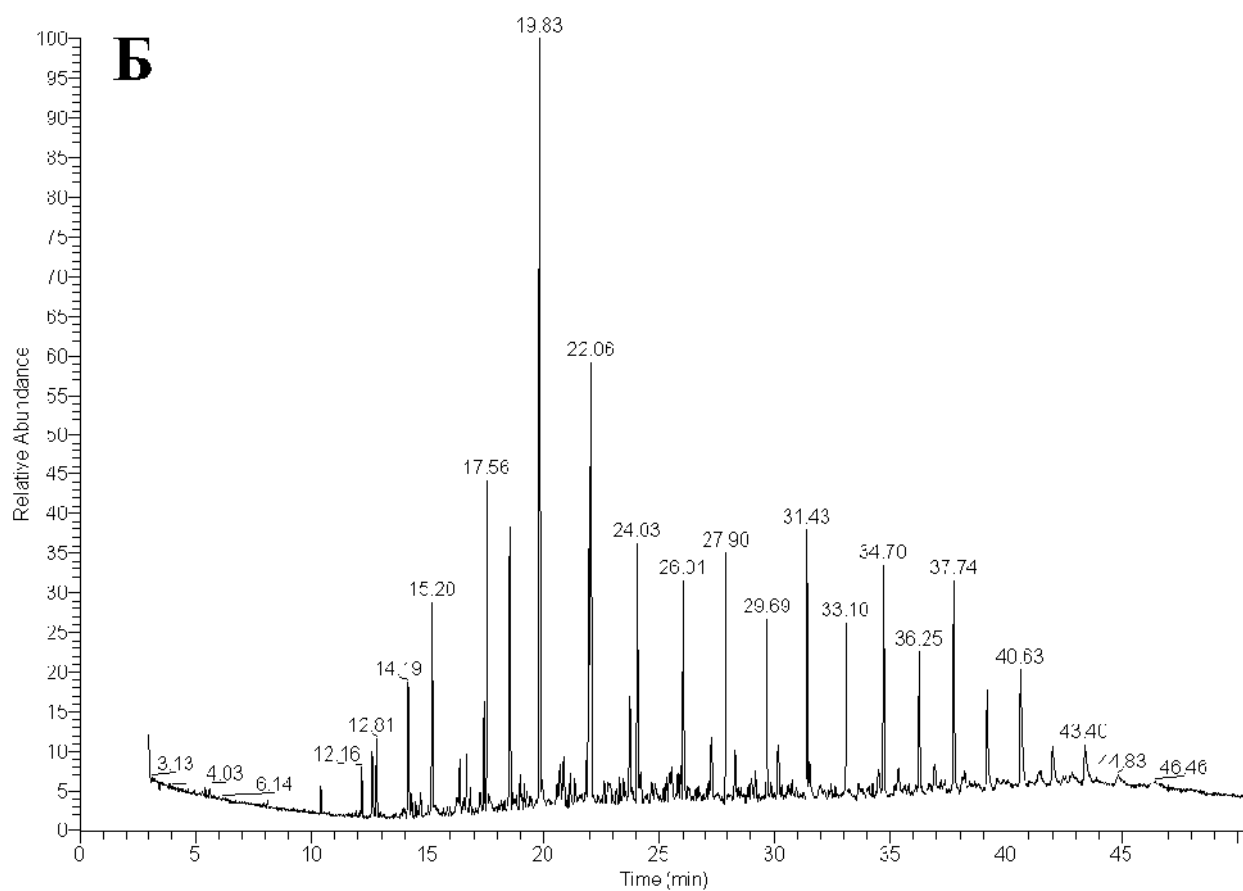
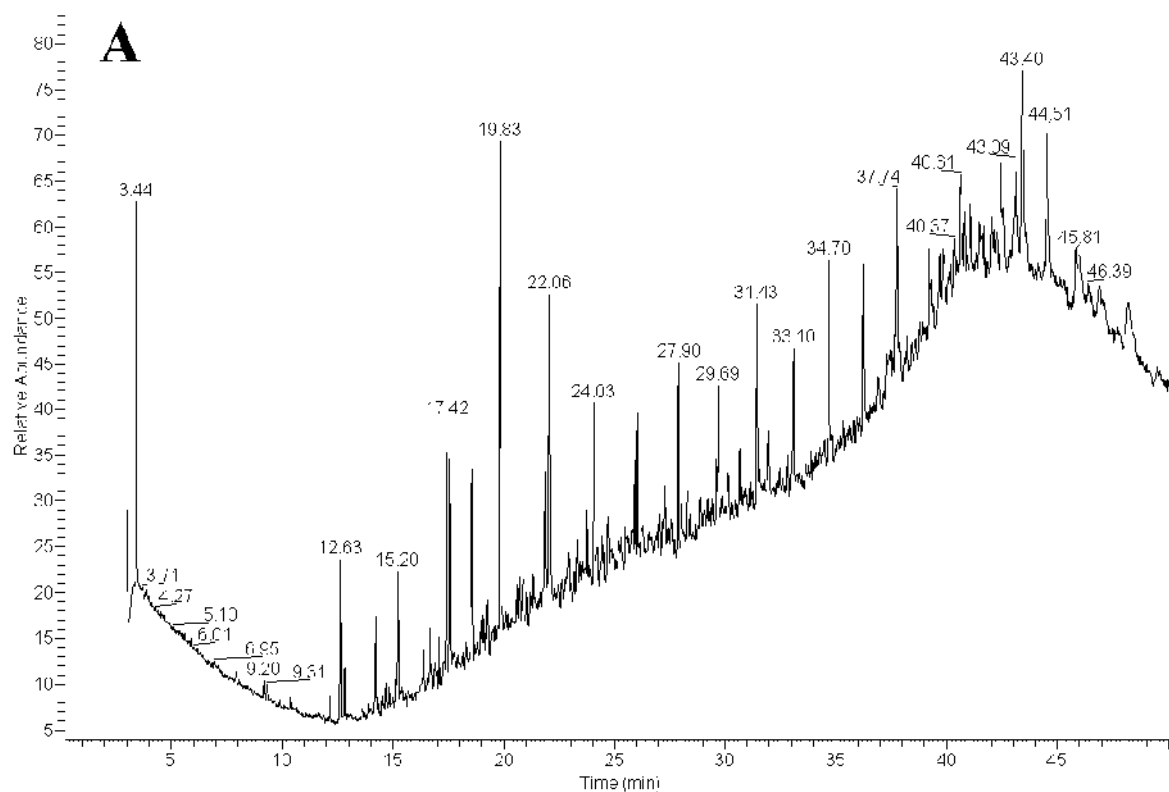


Рисунок 2 – Хроматограммы образца почвы нефтезагрязненного участка, полученные в режиме полного ионного тока (А) и в режиме SIM по ионам с массами 57, 71 и 85 (Б)

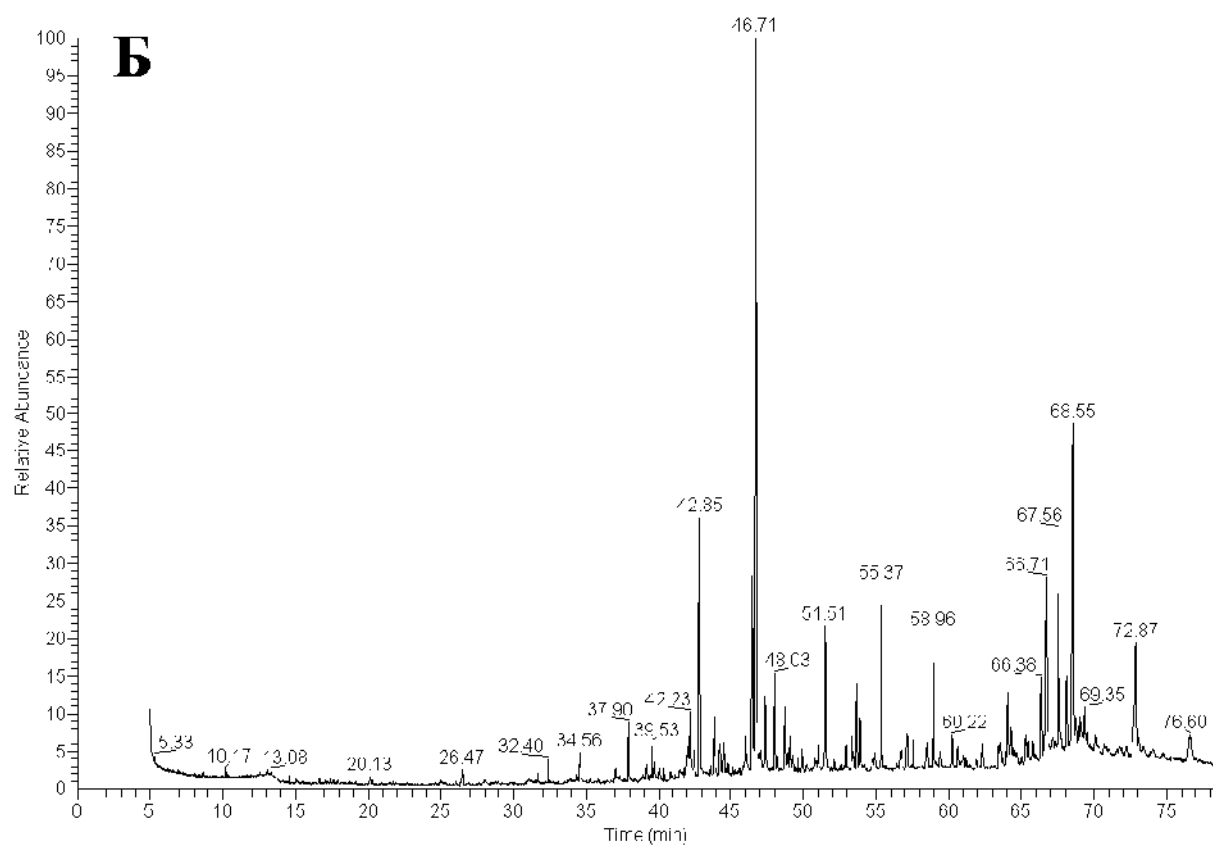
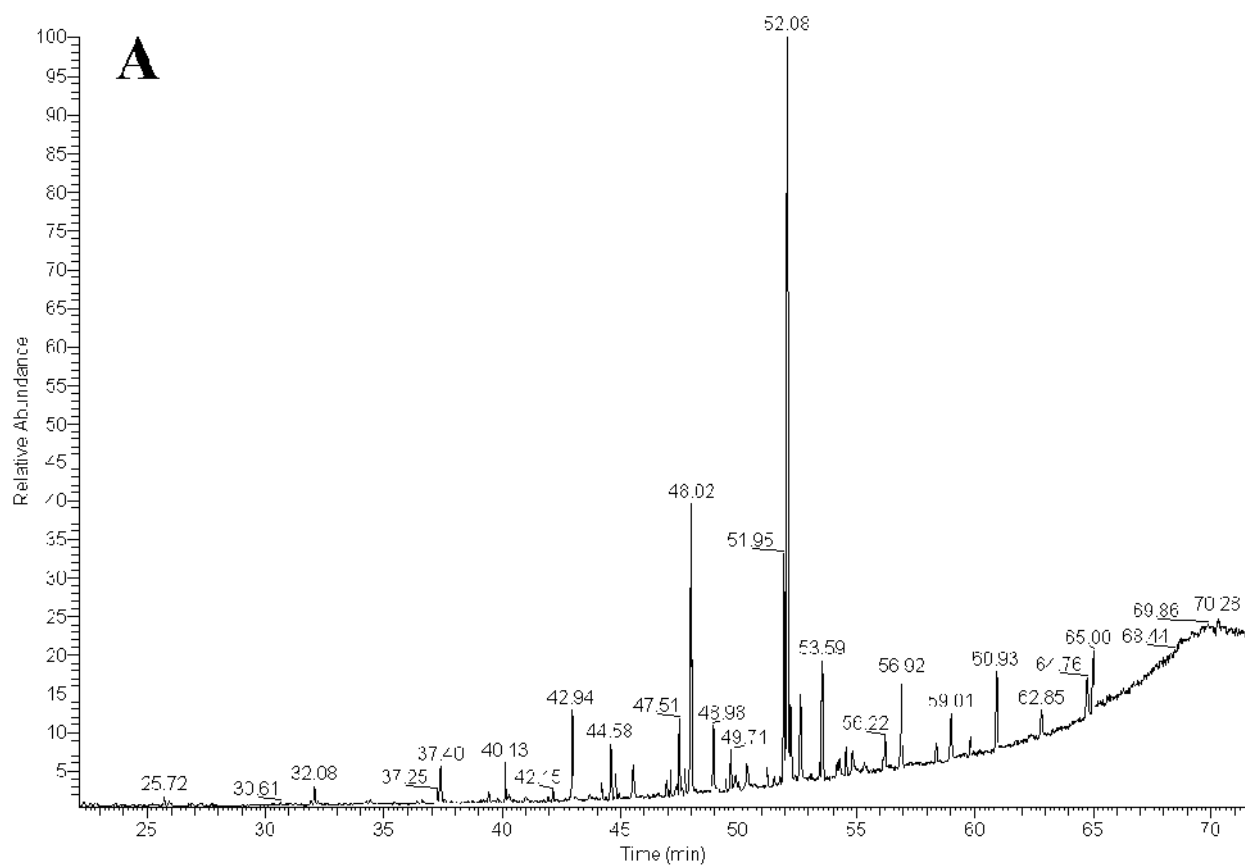
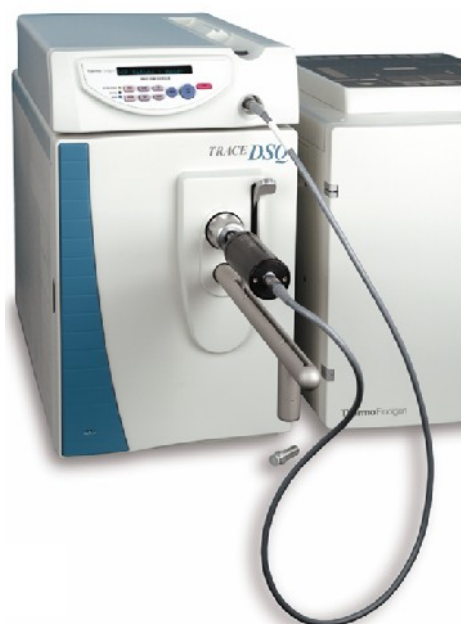


Рисунок 3 – Хроматограммы этиловых эфиров жирных кислот почвы, полученные при вводе пробы в испаритель (А) и непосредственно в капиллярную колонку (Б)

ПРЯМОЙ ВВОД ПРОБЫ В МАСС-СПЕКТРОМЕТР



Для анализа сильно полярных, термолабильных и труднолетучих чистых веществ в масс-спектрометре DSQ предусмотрен прямой ввод пробы непосредственно в источник ионизации при быстром нагреве на проволоке (DEP) или более медленном испарении из микротигля (DIP).



Нагрев источника ионизации до $200\div 250$ °С и поддержание высокого вакуума в системе позволяет получать масс-спектры органических соединений с относительной молекулярной массой от 400 до 1000 (рисунок 4).

