



АНАЛИЗ ПОЛИХЛОРБИФЕНИЛОВ (PCB) МЕТОДОМ МНОГОМЕРНОЙ ГХМС НА ХРОМАТОМАСС-СПЕКТРОМЕТРЕ GCMS-QP2010 PLUS В РЕЖИМАХ ЭЛЕКТРОННОГО УДАРА (EI) И НЕГАТИВНОЙ ХИМИЧЕСКОЙ ИОНИЗАЦИИ (NCI)

Метод многомерной газовой хроматографии-масс-спектрометрии (Comprehensive GCMS) обеспечивает высокое разрешение при анализе сложных объектов. Дополнительный блок – криомодулятор (ZOEX, США), размещается в термостате хроматографа и разделяет две аналитические колонки.

В нашем эксперименте первая колонка: RTX-1 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм, обеспечивает начальный этап разделения. Соответственно, вторая колонка ВРХ-50 1 м, 0,15 мм, 0,15 мкм служит для разделения во «втором измерении». Криомодуляция выполняется поочередным охлаждением и нагревом петли модулятора при помощи холодного и горячего потоков азота. Охлаждение петли каждые 4 с сменяется быстрым нагревом в течение 0,374 с. Такой режим приводит к накоплению и циклической десорбции аналитов между колонками. Обычно 3-4 порции пика, сформированного при прохождении первой колонки, инжектируются во вторую колонку в виде отдельных очень узких пиков шириной около 250 мс.

На рис. 1 показаны различные режимы работы модулятора (охлаждение, нагрев петли). В качестве петли используется участок второй колонки, она скручена таким образом, что в зоне охлаждения и нагрева оказываются два участка (двухуровневая модуляция).

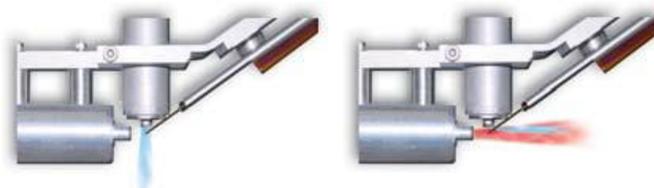


Рис. 1 Режимы работы модулятора: охлаждение (слева), нагрев петли (справа).

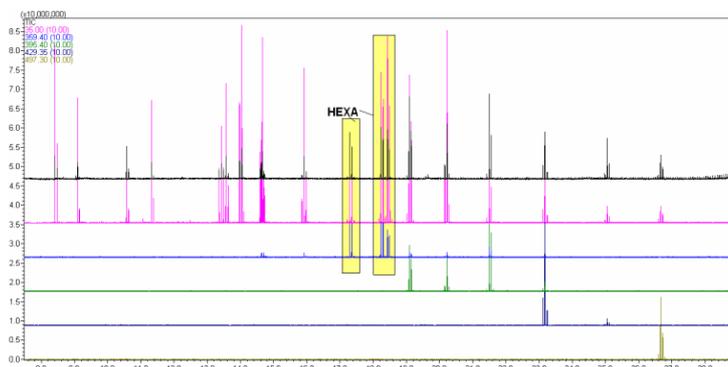


Рис. 2 Хроматограммы при анализе стандартной смеси ПХБ

Негативная химическая ионизация (НХИ) стала популярной в последние годы для анализа электрофильных соединений, включая полихлорированные бифенилы (ПХБ). Такой способ ионизации при анализе ПХБ демонстрирует высокую селективность по отношению к матрице и большую по сравнению с электронным ударом чувствительность. На рис. 2 приведены хроматограммы при анализе стандартной смеси ПХБ (каждый в количестве 25 пкг). Конгенеры ПХБ с количеством атомов хлора менее 6 демонстрируют образование преимущественно 35 фрагментов, в то время как конгенеры с большим числом атомов хлора демонстрируют захват электрона без фрагментации.

В нашем эксперименте на каждый пик приходилось примерно три фракции. GCMS-QP2010 Plus работал с высокой частотой обработки сигнала, на каждый модулированный пик приходилось по 10 точек измерений.

На рис. 3 показаны многомерные хроматограммы, полученные при анализе стандартной смеси (рис. 3а) и реального образца – экстракта говяжьего жира с содержанием ПХБ от 10 до 250 пкг на г образца (рис. 3б). Режим анализа: НХИ, сканирование в диапазоне 34-500 АЕМ. Конгенеры ПХБ на хроматограммах видны как отдельные пятна. Анализ, проведенный в режиме электронного удара, дает значительно больший уровень сигнала от матричных компонентов (рис. 4). Чтобы вычленил сигнал от ПХБ при ионизации электронным ударом, пришлось сузить диапазон сканирования, например, для пента-производных до 324-329 АЕМ (рис. 5).

Приведенные результаты эксперимента показывают, что для анализа электрофильных соединений в сложной матрице целесообразно применять многомерную хроматомасс-спектрометрию (comprehensive GCxGC(qMS) в режиме НХИ. Модель хроматомасс-спектрометра GCMS-QP2010Plus обеспечивает необходимую скорость обработки сигнала (в данном эксперименте: для анализа каждого пика ПХБ не менее чем по 10 точкам).

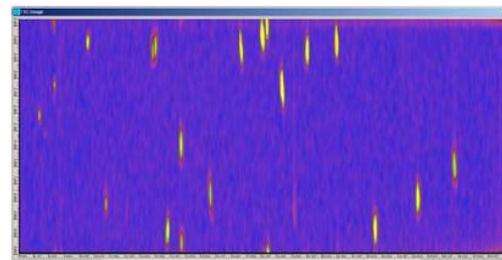


Рис. 3а Хроматограммы, полученные при анализе стандартной смеси

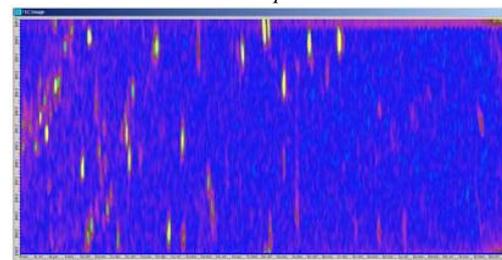


Рис. 3б Хроматограммы, полученные при анализе реального образца

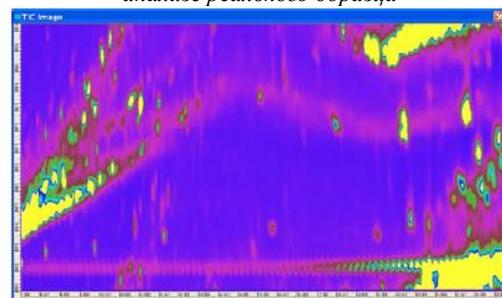


Рис. 4 Анализ реального образца в режиме электронного удара



Рис. 5 Хроматограмма пента-производных. Диапазон сканирования ограничен до 324-329 АЕМ

По техническим вопросам обращайтесь по адресам и телефонам:



Элемент

генеральный дистрибьютор



SHIMADZU

620075 г. Екатеринбург,

ул. Бажова, 68

т/ф (343) 278-34-64

e-mail: element@usp.ru

634028 г. Томск,

пр. Ленина, 1, оф. 404

т/ф (3822) 41-11-04

e-mail: tomsk@element.utk.ru

117105 г. Москва,

Варшавское ш., 1, стр.6 БЦ "W Plaza 2"

т/ф (495) 514-00-48

e-mail: msc@element.utk.ru

630007 г. Новосибирск,

ул. Октябрьская, 42, оф.225/3

т/ф (383) 20-20-726 e-

mail: shim_ns@element.utk.ru