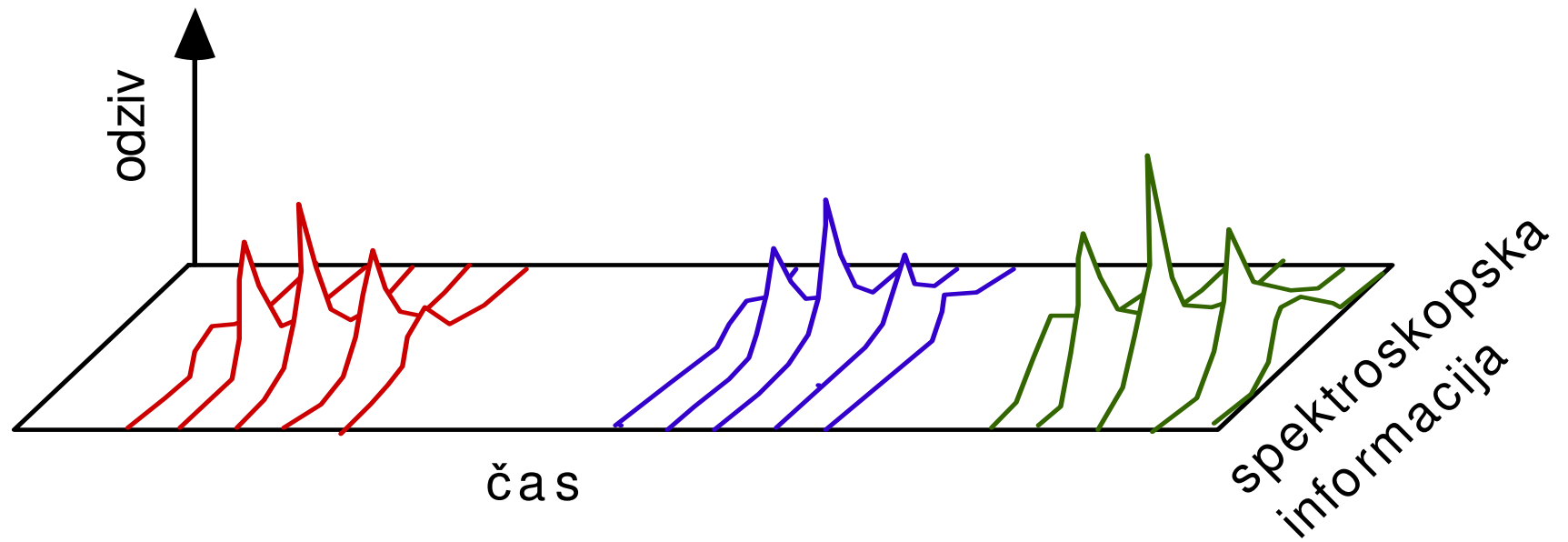


# Sklopljene tehnike

- Navadno gre za kombinacijo kromatografskih in spektroskopskih metod, pri čemer izkoriščamo prednosti posameznih tehnik
- Kromatografija: učinkovita ločitev zvrsti
- Spektroskopija: kvalitativna in kvantitativna informacija

Rezultat sklopitve:

Večdimenzionalna slika, ki omogoča tako kvantitativno kot kvalitativno informacijo



Metode, ki jih najpogosteje uporabljamo:

Plinska kromatografija:

- Masna spektrometrija GC-MS
- Infrardeča spektrometrija. GC-FTIR
- Atomska emisija: GC-AES

# Sklopitve

- Kromatografija
- Masna spektrometrija

# GC-MS sklopitve

- Nekoliko preprostejše v primerjav z LC
- Vzorec je že v plinski fazi
- Odstraniti moramo nosilni plin, ki predstavlja glavni delež v efluentu

# GC-MS sklopitve

- Vmesniki:
- Molekularni separator
- »Split« vmesnik
- Kapilarni vmesnik

# Sklopitve kromatografskih tehnik z masno spektrometrijo

Problem sklopitev GC-MS in LC-MS je vmesnik

Obe kromatografski tehniki imata relativno velik pretok

- GC: 1-50 ml /min
- LC: 0,1-5 ml/min (50 –5000 ml plina)

Masna spektrometrija terja visok vakuum ( $10^{-5}$  do  $10^{-6}$  tor)!

# Vmesnik

- VLOGA VMESNIKA:
- Kvantitativni prenos analita
- Zmanjšanje tlaka /pretok plinov iz kromatografa !/ do vakuuma v masnem spektrometru
- Idealnega vmesnika za sklapljanje kromatografskih tehnik z masno spektrometrijo še ni!



# Vmesnik

- Najenostavnejši pristop:
- Razdelitev pretoka iz kromatografa (splitting!)
- V tem primeru vstopa v masni spektrometer 1/1000 vzorca, kar ni dobro za določevanje sledov.

# GC-MS sklopitev

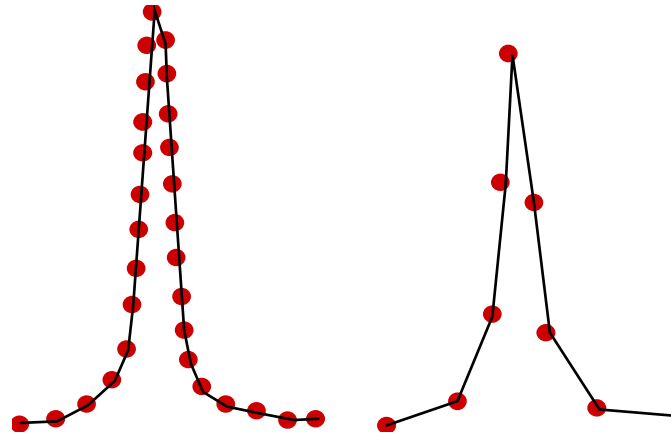
- Dva načina merjenja:
- Opazovanje celotnega masnega spektra (SCAN) maksimalna kvalitativna informacija!
- Selektivno opazovanje ionov (Selective Ion Monitoring (SIM) - Opazujemo ione s predhodno izbrano maso Maksimalna kvantitativna informacija!

# SCAN vs SIM

”SCAN” način: daljši čas zajemanja podatkov

Pri hitrejšem skeniranju izgubljammo kvaliteto informacij!

- Manjše število merilnih točk! Posledica: Zmanjšana natančnost!



# SCAN vs SIM

Način	Število ciklov/sec	RSD
Scan	0,5	6,5
16- ion SIM	2,0	2,5
4-ion SIM	4,0	1,2

# SCAN vs SIM

- Minimalno število točk za karakterizacijo vrha: 11
- Optimalno število: 20
- Maksimalno občutljivost in natančnost meritev dosežemo pri pogojih, ko opazujemo minimalno število mas

# GC-MS sklopitve- možni pristopi

- Večkratne meritve
- Prvo meritev izvedemo v »SCAN« načinu (kvalitativna informacija)
- Nato ponavljamo meritve v SIM načinu in opazujemo posamezne mase (kvantitativna informacija)
- Ta način je možen, če imamo na razpolago dovolj časa in dovolj vzorca!

# Ciljana analiza

- Izberemo si substanco, ki jo želimo opazovati
- Za vsako substanco si izmerimo npr. 3 karakteristične mase
- Maksimalno “črto” uporabimo za kvantitativno opredeljevanje
- Dodatni črti za kvalitativno informacijo (potrditev substance). Črti morat biti dobro ločeni!

# Ciljana analiza

- SIM: izberemo 6 črt (če uporabimo interni standard, mora ena od izbranih črt predstavljati standard!)
- Osnove za kvalitativno identifikacijo:
- Retencijski čas
- Ustrezni ioni
- Ustrezna razmerja ionov
- Ujemanje internega standarda



# LC-MS sklopitev

- Mnogo težja in zahtevnejša sklopitev
  1. večji volumni
  2. Vzorec je tekočina
  3. komponente v vzorcu imajo navadno večjo molekulsko maso

POSLEDICA: neznačilni masni spektri

# LC-MS vmesniki-”Thermospray”

Princip:

- vzorec segrevamo in plinsko fazo ekspandiramo v vakuum
- Topilo odpari, trdni delci dobijo statični naboj
- Nabite delce vnašamo v MS s pomočjo »skimmerja«

# LC-MS vmesniki-” Elektrospray”

- Naboj se prenaša na kapljice
- Le-te nato razpršujemo v vakumski prostor, kjer se odstrani hlapno topilo
- Ioni nato »izletijo« iz kapljice in vstopajo v masni spektrometer

# LC-MS -problemi

- Vmesniki so še v razvoju
- Ker gre za prenos nabojev na komponente vzorca, so pogosti večkrat nabiti delci
- Majhna fragmentacija

Interpretacija dobljenih spektrov je zahtevna.

# Ostale sklopljene tehnike

- GC-FTIR
- GC-AES
- Oba pristopa omogočata  
»direktno«povezavo