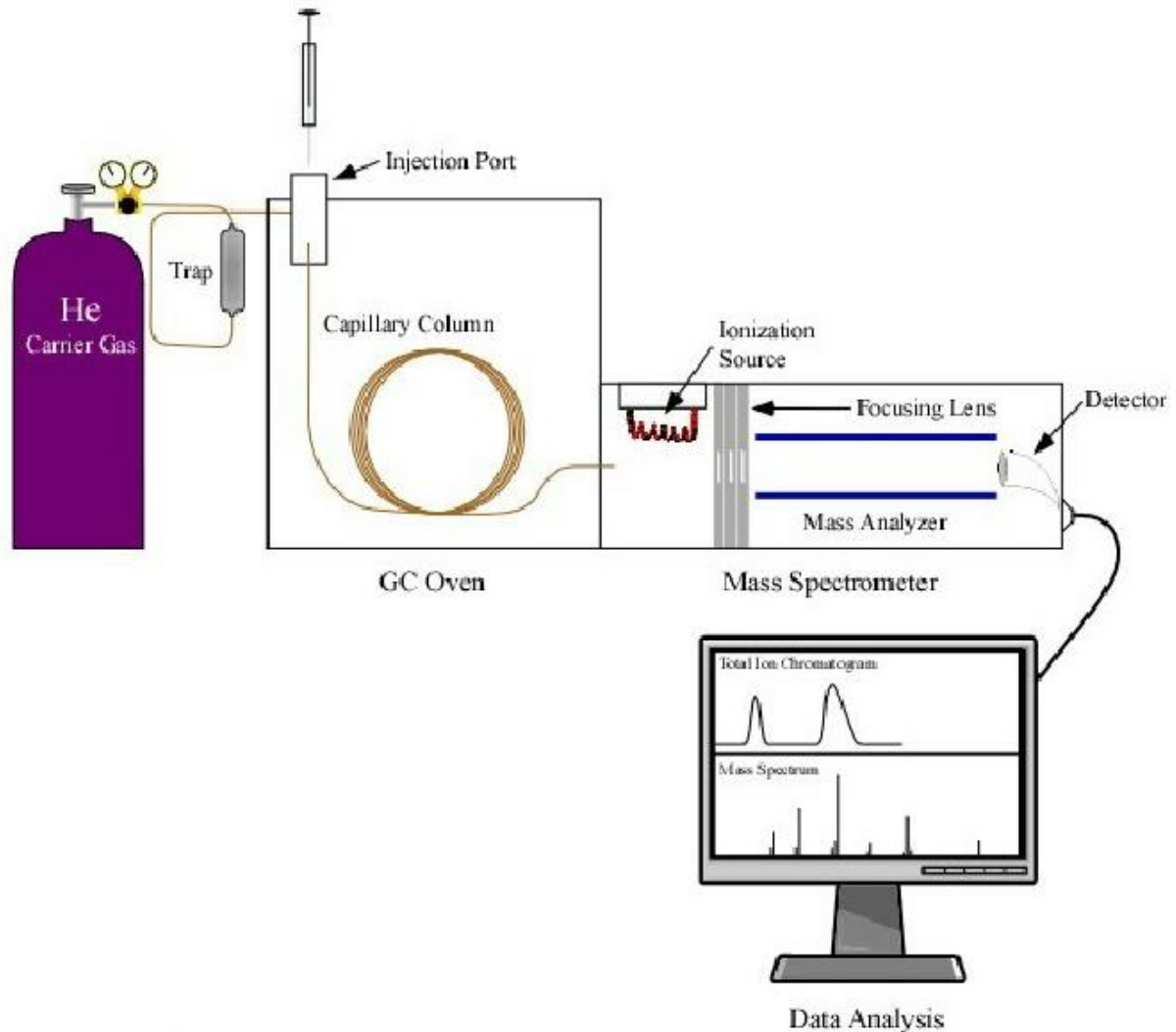


SẮC KÝ KHÍ KHỐI PHỔ



Hình 1. Sơ đồ máy sắc ký khí – khối phổ bao gồm máy sắc ký khí, máy khối phổ và máy tính.

Sắc ký khí khối phổ (GC / MS) là một công cụ bao gồm máy sắc ký khí (GC) ghép với máy khối phổ (MS), có khả năng tách các hỗn hợp phức tạp, định lượng các chất phân tích và xác định các chất khác nhau trong mẫu thử. Đây là phương pháp phân tích được lựa chọn cho các phân tử nhỏ và dễ bay hơi như benzen, rượu và chất thơm, và các phân tử đơn giản như steroid, axit béo và hormones. GC-MS có thể ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như y học, giám sát môi trường, pháp y hình sự, kỹ thuật hóa học, thực phẩm, đồ uống và phân tích nước hoa. Đây là một phương pháp phân tích hữu ích để phân tích các hợp chất có trọng lượng phân tử tương đối thấp được tìm thấy trong các vật liệu môi trường.

Các mẫu thường được phân tích như là các dung dịch hữu cơ do đó các chất cần quan tâm (ví dụ: chất lỏng, đất, trầm tích, mô v.v) cần được chiết xuất dung môi và chiết xuất theo các kỹ thuật 'hóa ướt' khác nhau trước khi phân tích GC / MS.

GC-MS bao gồm hai phần chính: máy sắc ký khí (GC) và máy đo khối phổ (MS). GC-MS bắt đầu với sắc ký khí. Dung dịch mẫu được tiêm vào buồng GC và bay hơi và trượt lên cột sắc ký bằng khí mang (trong trường hợp này là Helium). Khi các thành phần được tách ra, chúng tách ra khỏi cột tại các thời điểm khác nhau, thường được gọi là thời gian lưu. Phần sau của cột đi qua một đường truyền nóng và kết thúc tại lối vào nguồn ion nơi các hợp chất tách ra khỏi cột được chuyển thành các ion.

- Bộ lọc khí siêu sạch: khí mang cần phải có độ tinh khiết để đảm bảo độ tinh khiết khí cao.
- Bộ tiêm mẫu: Tiêm chia dòng/ không chia dòng. Tại đây mẫu được bay hơi và khí thu được theo khí mang vào cột GC.
- Cột: GC sử dụng pha động khí để vận chuyển các thành phần mẫu qua cột mao quản rỗng, nhiệt có thể lên tới 350°C.
- Lò: lò GC có thể lập trình được nhiệt độ, nhiệt độ của lò sắc ký khí có thể lên đến 450°C.



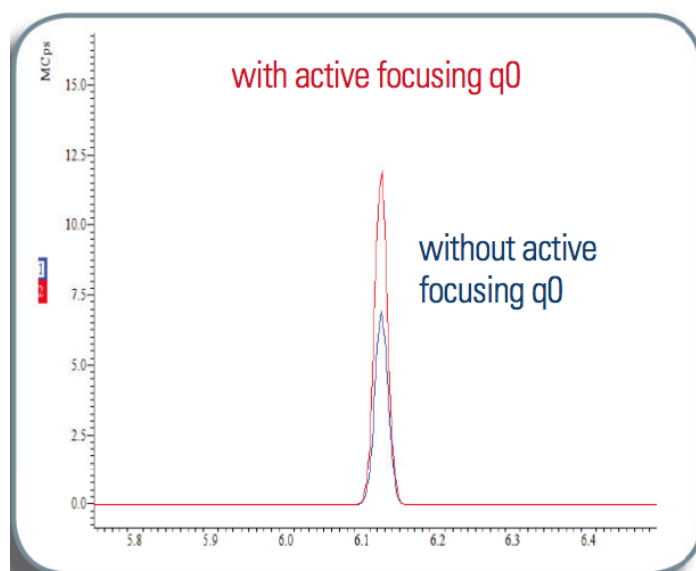
Hình 2. Cột silica hợp nhất của GC, Rxi-5ms, 30 m x 0.25 mm x 0.25 μ m.

Các thành phần sau khi rời khỏi GC được ion hóa bởi khối phổ sử dụng nguồn ion hóa electron (EI). Đối với EI, một chùm electron làm ion hóa các phân tử mẫu dẫn đến việc mất một electron. Khi đỉnh cực đại từ ion này được nhìn thấy trong phổ khối lượng, nó cho biết trọng lượng phân tử của hợp chất. Do lượng lớn năng lượng truyền đến ion phân tử nên thường tạo ra các mảnh ion nhỏ hơn với sự tương đối đặc trưng một 'dấu vân tay' cho cấu trúc phân tử đó. Thông tin này sau đó có thể được sử dụng để xác định các hợp chất quan tâm và giúp xác định cấu trúc của các thành phần không rõ của hỗn hợp. Các phân tử ion hóa sau đó được gia tốc qua máy phân tích khối lượng của thiết bị, ở đây là một tứ cực. Khối phổ thường được sử dụng theo một trong hai cách: quét toàn bộ hoặc chọn lọc ion (SIM).

- Nguồn ion: đường dẫn ion không thấu kính. Trong nguồn ion, các sản phẩm được ion hóa trước khi phân tích trong phổ kế khối. Khi các ion đi qua máy khối phổ, một phần ion đáng kể sẽ bị mất mỗi lần gặp thấu kính. Máy Scion SQ không có thấu kính làm tăng độ nhạy của thiết bị bằng cách giảm ion bị mất.

- Máy phân tích khối lượng: tứ cực đơn. Chúng tách các chất trên cơ sở khối lượng điện tích. Active-focusing Q0 sử dụng các phân tử He để tập trung các ion cho độ nhạy lớn hơn.

- Đầu dò: chùm ion xuất hiện từ máy phân tích khối lượng, phải được phát hiện và chuyển thành tín hiệu có thể sử dụng được. Sau đó gửi thông tin đến một máy tính ghi lại tất cả các dữ liệu được tạo ra, chuyển đổi các xung điện thành kết quả kỹ thuật số. Đầu dò mở rộng phạm vi động (EDR) cho phép nhận dạng trên cơ sở định kỳ, ngay cả trong các ma trận phức tạp, do đó tăng độ nhạy.



Hình 3. Ảnh hưởng của active-focusing Q_0 trên SIM of Hexachlorocyclopentadiene

Quét toàn bộ: khi thu thập dữ liệu ở chế độ quét toàn bộ, phạm vi mục tiêu của các mảnh khối lượng được xác định và đưa vào phương pháp của thiết bị. Dải khối phổ đến m/z 1200.

SIM: các mảnh ion nhất định được đưa vào phương pháp của thiết bị và chỉ những khối lượng khối được phát hiện bởi phổ kế khối lượng. Ưu điểm của SIM là giới hạn phát hiện thấp hơn vì thiết bị chỉ xem xét một số lượng nhỏ các mảnh (ví dụ: ba đoạn) trong mỗi lần quét. Nhiều lần quét hơn có thể diễn ra mỗi giây. Vì chỉ có một vài khối lượng quan tâm được theo dõi, nhiễu nền thường thấp hơn. Để xác nhận thêm khả năng của một kết quả dương tính, điều quan trọng là phải chắc chắn rằng các tỷ số ion của các khối lượng khác nhau có thể so sánh với một chuẩn tham chiếu đã biết.



Hình 4. Thiết bị sắc ký khối phổ (Scion 436-GC và SQ) với bộ lấy mẫu tự động 8400. Thiết bị này gồm có đường dẫn ion không thấu kính, ion quang nhiệt và đầu dò EDR cho độ nhạy cao hơn.



Hình 5. Hệ thống sắc ký khí khối phổ bao gồm máy sắc ký khí, khối phổ, máy tính và máy in của BIWASE