

А. Н. ХОХЛОВ,
Й. ЗРОСТЛИКОВА

ХАРАКТЕРИСТИКА СЕРИЙНЫХ СИСТЕМ GC-TOFMS, GCXGC-TOFMS, ICP-TOFMS и LC-TOFMS ПРОИЗВОДСТВА LECO® (США) В КОНТЕКСТЕ СОВРЕМЕННЫХ ЭКОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ

Глобальна екологічна ситуація визначає потребу у принципово нових методах контролю, що поєднують швидкість і високе розв'язання, обробку великих обсягів інформації зі швидкістю реагування та ін. У відповідь на ці запити, фірма LECO (США) розробила серію швидкісних систем, що ґрунтуються на мас-спектрометричному детектуванні.

Система GC TOFMS Pegasus® III генерує та обробляє мас-спектри із швидкістю до 500 повних (діапазон від 5 до 1000 од.) спектрів за 1 с. Це особливо необхідно для обробки вузьких піків (менше 1 с) сучасних швидких GC, що особливо актуально у зв'язку з розвитком ортогональної двовимірної газової хроматографії. Разроблено опцію GCxGC TOFMS Pegasus 4D, здатну у межах 1 год розділити складні суміші (нафтопродукти, парфуми, ароматизатори, залишки пестицидів, продукти піролізу тощо) на сотні–десятки тисяч індивідуальних компонентів з їхньою ідентифікацією. Повнота спектрів, що генеруються TOFMS, дозволяє програмно розшифровувати складні хроматографічні піки, розширяє динамічний діапазон калібрувань.

Система Unique™ – це LC-TOF MS інструмент, що використовує або ESI, або APCI іонізаційний інтерфейс. Іони подаються в зону прольоту імпульсами з частотою 5 000 Гц, які сумуються потім у 100 спектрів/с повного діапазону мас (до 6 000 од.). Unique – інструмент з високим ступенем розв'язання мас ($> 2\,000$) та точністю їх визначення (5 ppt). У поєднанні з швидкою рідинною хроматографією це потужний інструмент для швидкого скринінгу цільових та невідомих аналітів у фармакологічних препаратах, екологічних пробах тощо.

Система ICP TOF-MS Renaissance® призначена для визначення елементного складу та ізотопних відношень твердих, рідких та газоподібних проб у широкому діапазоні концентрацій, від слідових (ppb–ppt). Новий, по-довжньо-осьовий тип TOFMS сягає швидкості до 30 000 повних мас-спектрів в 1 с, що означає здатність розв'язувати тонкі задачі і набли-

зитися до теоретично можливого ліміту визначення ізотопних співвідношень. Система працює з різноманітними вхідними пристроями.

Уніфікований для GC TOFMS та LC TOFMS систем програмний пакет **Chroma TOF™** легко маніпулює потужними потоками даних без втрати їх цілісності.

Arising global environmental problems determine need in principally new analytical methods combined speed with high resolution, processing of huge amounts of data with quick response etc. To meet such needs LECO firm (USA) has built set of technologically advanced rapid instruments based on mass-spectrometric detection.

LECO GC TOFMS Pegasus® III acquisition rate is up to 500 full mass (range 0 to 1000 u) spectra per second which is required for processing very narrow peaks (less than 1s) generated by up-to-date fast GC. It is especially required by modern orthogonal 2D GC. Option GCxGC TOFMS named Pegasus 4D is able totally to resolve complex natural mixtures (petroleum products, perfumery, flavors and fragrances, pesticides residuals, pyrolysis products etc.) of hundreds to tens of thousands components with their identification in less than one hour. Spectral continuity of TOF mass-spectra makes it possible to develop unique algorithm of effective deconvolution of highly complex coelutions of GC peaks.

Unique™ is LC-TOF MS instrument employing either ESI or APCI ionization interface. The ions are pulsed at a frequency of 5 000 Hz into the flight tube. Pulses then integrated up to 100 spectra/second across the entire mass range (up to m/z 6 000). Unique is a high resolution MS instrument (mass resolution > 2 000) with accurate mass measurement (5 ppm mass accuracy). Its coupling with fast liquid chromatography can be a useful tool for fast screening of target or unknown compounds in drug, doping, food environmental analysis etc.

ICP TOF-MS Renaissance® is designed for elemental composition and isotopic ratio measurement in wide range of materials and concentrations, beginning from traces and sub-traces (ppb–ppt). TOFMS of original axial design lets to achieve level of 30,000 ‘single’ spectra/second. Thus it combines precision with high speed and therefore is able to solve very fine tasks. The system can be interfaced with wide range of devices.

Unified for GC TOFMS and LC TOFMS systems **ChromaTOF™** software package effortlessly manipulate the wealth of information-rich data without sacrificing data integrity.

Со второй половины XX столетия в развитии глобальной экологической ситуации произошел перелом, вызванный резким усилением влияния деятельности человека на окружающую среду. Интенсивное развитие добывающей и перерабатывающей отраслей промышленности, расширение номенклатуры и масштабов химических средств защиты в аграрном секторе (зачастую бесконтрольно применяемых) привели к загрязнению атмосферы, вод суши и океанов, уничтожению естественного растительного покрова, вымиранию многих видов животных, разрушению почв и во многих регионах приблизили состояние среды обитания человека к роковой черте. В послед-

нее время на сцену вышли дополнительные угрозы, связанные с участившимися крупными техногенными катастрофами, „нависанием” над крупными городами огромных свалок и хранилищ отходов и, наконец, с резко поднявшимся терроризмом, не имеющим географических границ и этических ограничений. Увеличилась вероятность изощренных химических атак, не фиксируемых морально устаревшими системами раннего обнаружения.

Такая ситуация определяет экстренную потребность в развитии современных методов аналитического контроля, объединяющих такие трудно сочетаемые параметры, как скорость и разрешающая способность, обработка больших объемов информации и быстрота реагирования и т. п. Отвечая на запросы современной аналитики, и во многом предвосхищая их, фирма LECO (США) создала скоростные системы, основывающиеся на массспектрометрическом детектировании.

Со временем построения первого времени-пролетного масс-спектрометра (Time of flight, TOFMS) он всегда отличался от других типов (магнитные сектора, ионные ловушки, квадрупольные установки) высоким скоростным потенциалом, который длительное время не использовался из-за невозможности быстрой обработки генерируемых этим спектрометром огромных потоков информации. Используя современную скоростную электронику, LECO удалось реализовать этот потенциал. Кратко обозначим ключевые преимущества новой техники.

1. Система GC-TOFMS Pegasus® III

1.1. Принцип действия и описание инструмента

Pegasus III – это время-пролетный масс-спектрометрический детектор для совместной работы с газовым хроматографом, принципиальная схема которого показана на рисунке 1. Выход хроматографической колонки подается на вход MS детектора и молекулы анализаторов фрагментируются в электрон-ударном (EI) ионизаторе. Отталкивающей пластиной ионы выбрасываются в пролетную трубу с частотой 5 000 импульсов в 1 с. Все ионы имеют на старте близкую кинетическую энергию. Согласно уравнению $E_{km} = \frac{1}{2} mv^2$, ионы различной массы движутся с разными скоростями и поэтому в разное время достигают детектора, установленного в конце трубы. Рефлектрон (ионное зеркало), помещенный в одном из торцов трубы, улучшает разрешение масс и одновременно уменьшает вдвое длину пролетной трубы. Благодаря заложенным принципам, Pegasus TOF MS представляет несколько важных преимуществ для рутинных приложений GC-MS.

1.2. Быстрая обработка данных

Pegasus III в состоянии генерировать и обрабатывать масс-спектры с уникальной скоростью до 500 полных (диапазон масс от 5 до 1000 ед.) спектров в 1 с. Эта скорость достаточна для описания очень узких пиков (менее 1 с), генерируемых быстрой газовой хроматографией. Рисунок 2 представляет качество описания пика шириной 1с в зависимости от типа масс-спектрометра.

Pegasus III

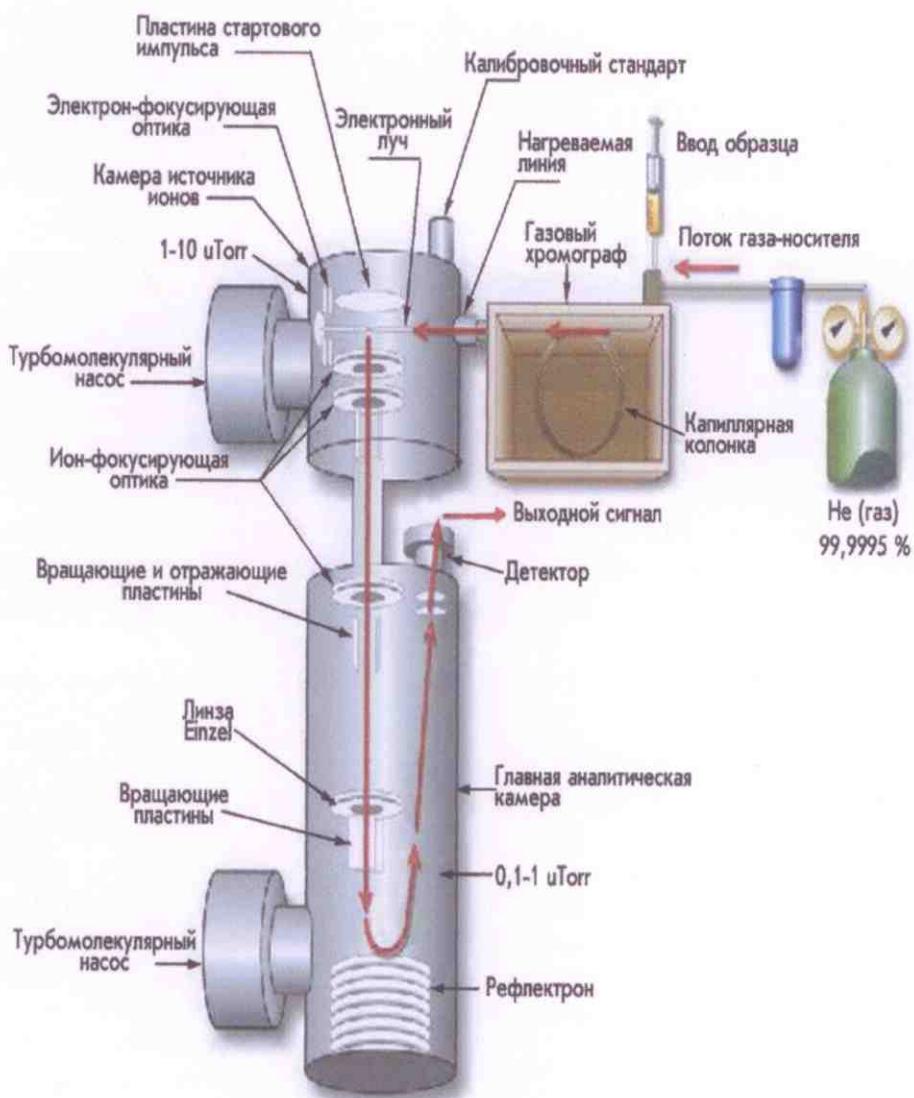


Рис. 1. Принципиальная схема системы Pegasus® III

Быстрая газовая хроматография, реализованная путем использования коротких и тонких колонок и/или быстрых температурных программ, приводит к существенному уменьшению времени анализа; разделения, которые в обычных системах проходят за 45–90 мин, могут ускоряться до менее чем 10 мин. Сочетание быстрой хроматографии с быстрой время-пролетной MS создает такие преимущества:

- возможность анализа большего количества образцов в единицу времени. Особый выигрыш (ускорение в 5–10 раз) достигается в задачах, на решение которых обычно уходит более нескольких десятков минут;
- своевременная реакция на экстремальные ситуации;
- возможность работы в повторениях, что в дальнейшем улучшает точность и достоверность получаемых данных;
- возможность работы с нестабильными и короткоживущими соединениями;
- возможность ускоренной разработки новых методов контроля.

Вышеперечисленные факторы позволяют существенно экономить средства, одновременно повышая точность анализов.

1.3. Полная спектральная информация на уровне ниже *ppb*

Обычные сканирующие инструменты используют режим отслеживания выбранных ионов (selected ion monitoring operation – SIM) для повышения чувствительности и достижения низкого порога определения, требуемого некоторыми приложениями.

В этом режиме для каждого целевого аналита выбираются лишь несколько ионов (обычно 3–4) во временном интервале, который задает сам пользователь, исходя из своего предварительного опыта либо базируясь на опубликованных данных.

В отличие от этого, на масс-спектрометрах TOF-MS одновременно анализируются *все* ионы, и для каждой точки хроматограммы имеется полный масс-спектр. При этом уровень чувствительности такой же, как у сканирующих спектрометров в режиме SIM, т. е. детектирование возможно с уровня *sub ppb*. Доступность полного спектра создает ряд преимуществ:

- получение более точной идентификации анализаторов;
- возможность идентификации следовых содержаний неизвестных анализаторов, необходимой при нецелевом поиске или для полной характеристики образца;
- получение полной информации по масс-спектру, позволяющей применять уникальные программные алгоритмы, описанные ниже.

1.4. Быстрая и более глубокая обработка данных

Быстрота – лишь одна из составляющих общей производительности анализа. Обработка данных занимает зачастую больше времени, чем сам анализ. Программное обеспечение Pegasus III, включающее несколько уникальных алгоритмов, решает и эту проблему.

1.4.1. Расшифровка информации масс-спектров

При работе со сложными смесями, даже в случае длительного времени разделения, часто наблюдается коэлюция (наложение хроматографических пиков). Использование быстрой GC еще более увеличивает эту вероятность. Выявление и «ручная» расшифровка коэлюций требуют дополнительного времени и высокой квалификации исполнителя.

Уникальность масс-спектров, получаемых на Pegasus III (прежде всего, так называемая непрерывность спектра, т. е. сохранение постоянного соотношения ионов по всему хроматографическому пику – см. рис. 3), позволила разработать эффективные алгоритмы автоматического определения коэлюций и автоматического восстановления чистых, свободных от интерференций, масс-спектров отдельных анализаторов в сложных пиках.

Таким образом, точно идентифицируются все анализаторы, что, в свою очередь, дает возможность резко сократить время хроматографии. Частичная коэлюция уже не является критичной, поскольку «разложение» пиков осуществляется программно, с активным привлечением информации, которую несут масс-спектры.

1.4.2. Автоматический поиск слабых и скрытых пиков

Следующая серьезная проблема обработки данных заключается в сложности локализации низких концентраций неизвестных анализаторов. У большинства систем GC-MS для этого требуется тщательное изучение базовой линии общей ионной хроматограммы (TIC). Это еще одна сложная операция, крайне затратная по времени. Многие из таких анализаторов, будучи перекрытыми фоновым сигналом, даже не определяются по базовой линии TIC.

Упомянутые выше уникальные качества спектров, генерируемых TOFMS, позволили LECO разработать эксклюзивные алгоритмы для решения и этой проблемы. Система обработки данных Pegasus III автоматически детектирует неизвестные анализаторы, скрытые не только в пиках анализаторов высоких концентраций, но даже и под линией фона (рис. 4).

1.4.3. Сравнение образцов

Крайне важным, особенно в экстремальных ситуациях, может оказаться заложенный в систему алгоритм сравнения образцов. Обычно он применяется для решения технологических проблем в производстве. Например,

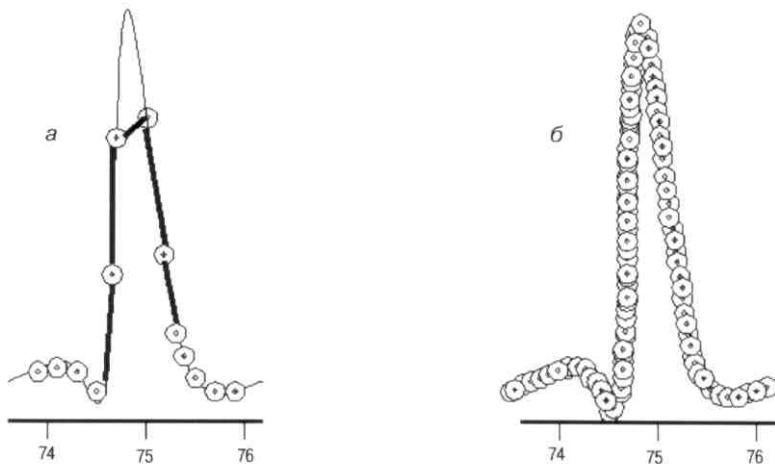


Рис. 2. Качество описания хроматографического пика шириной 1 с на скоростном сканирующем масс-спектрометре (а) и время-пролетном масс-спектрометре Pegasus III (б)

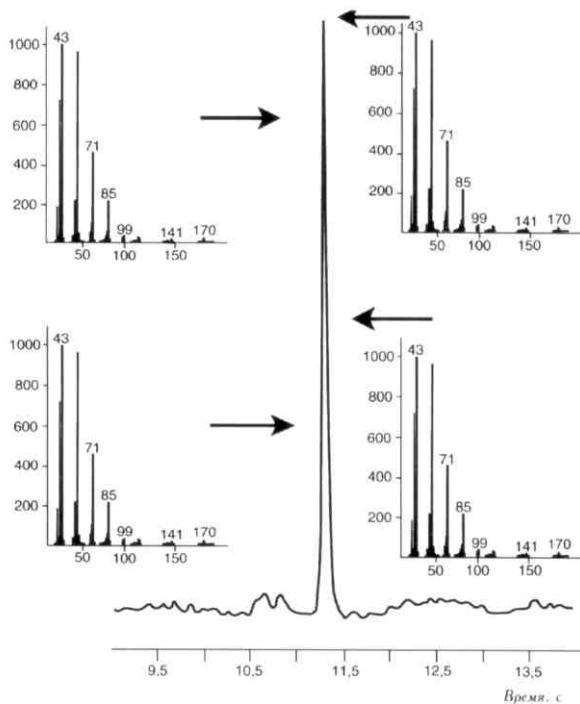


Рис 3. Непрерывность масс-спектров системы Pegasus III: спектры из разных зон хроматографического пика идентичны

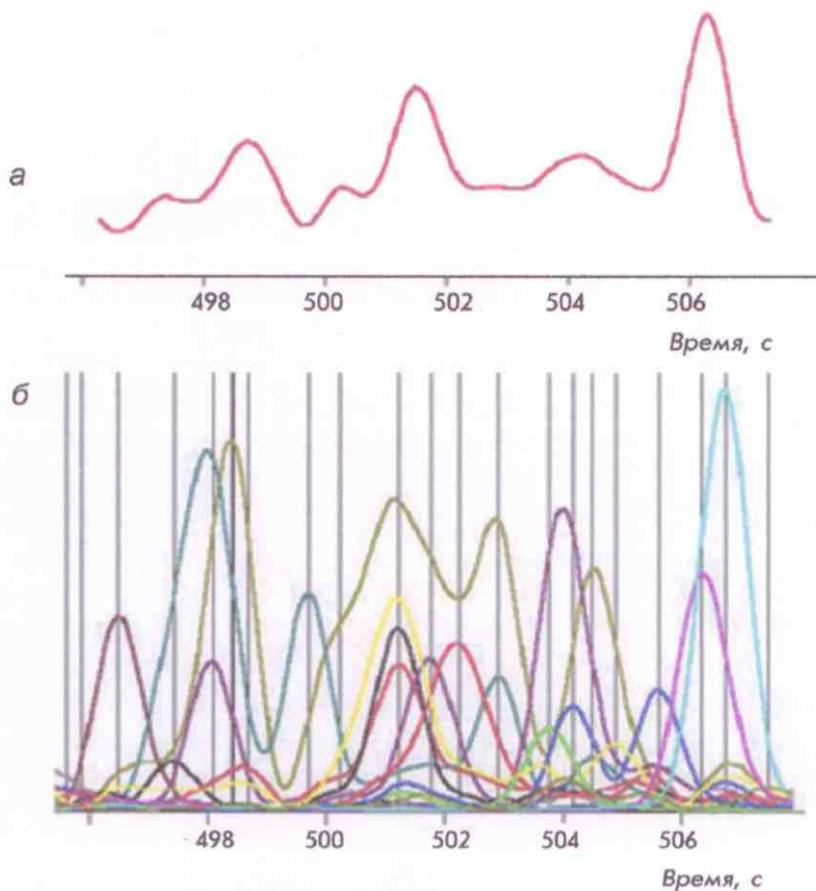


Рис. 4.

a – фрагмент общей ионной хроматограммы шириной 13 с
(просматриваются 7 пиков);

б – алгоритм восстановления сигнала системы Pegasus III
(автоматически нашел на этом же участке 21 индивидуальный пик)



в парфюмерной промышленности некачественные партии продукта необходимо испытать на присутствие (обычно в следовых количествах) ароматических компонентов, обуславливающих проблему. Затем, чтобы увидеть разницу, некачественный образец сравнивается с качественным. В экологических применениях алгоритм сравнения образцов программы ChromaTOF позволяет не только полно охарактеризовать загрязнение, но и своевременно (по горячим следам), идентифицировать его источник. Вместо того, чтобы «закапываться» в таблицы пиков, «вручную» сравнивая две хроматографии, просто запускают соответствующую процедуру, выполняющую автоматическое сравнение и выдающую перечень различий, на осмысление которых аналитику требуется гораздо меньше времени.

1.4.4. Другие возможности программного обеспечения

Кроме вышеупомянутых возможностей, программа ChromaTOF включает полный пакет для выполнения автоматической калибровки и количественной оценки. Пакет дает возможность легкого поиска группы целевых соединений в неизвестных образцах, с одновременной количественной оценкой. Возможен автоматический расчет индексов удержания для неизвестных анализаторов. Программа обеспечивает полный контроль над всеми функциями газового хроматографа Agilent 6890 и LECO TOFMS детектора, включая процедуры автоматической настройки и калибровки масс.

1.4. Сфера применения системы Pegasus III

Благодаря своим характеристикам, система Pegasus III способна решать неординарные аналитические задачи по идентификации и количественной оценке большого числа индивидуальных компонентов в сложных и очень сложных смесях: нефтепродуктах, природных ароматизаторах, «сырых» наркотиках, продуктах пиролиза и т. п.

Другой важной областью применений является анализ загрязняющих веществ, таких как пестициды, хлорированные производные, полициклические ароматические углеводороды в продуктах питания и окружающей среде.

Качество решения этого типа задач значительно выигрывает благодаря уже обсуждавшимся выше возможностям системы:

- применения скоростной хроматографии;
- получения полного масс-спектра в области ppb-концентраций;
- функции автоматического поиска и разложения пиков, позволяющей находить и идентифицировать целевые аналиты, несмотря на сложные перекрытия их пиков пиками других компонентов смеси и матрицей.

2. Pegasus 4D GCxGC-TOF MS

В новом тысячелетии фирма дополнела систему Pegasus III опцией ортогональной 2-мерной газовой хроматографии (GCxGC-TOFMS). Эта конфигурация получила самостоятельное имя Pegasus[®] 4D, т. е. «4-Dimensional», подразумевающее, что первые три измерения задаются газовым хроматографом и масс-спектрометром, а четвертое – мощным программным комплексом ChromaTOFT[™].

Принципиальная схема двумерного газового хроматографа показана на рис. 5.

Он состоит из двух колонок с контрастными типами стационарных фаз (например, неполярная–полярная).

Колонки соединены последовательно через модулятор термального типа (замораживание–плавление). Разделение на первой колонке происходит так же, как у системы обычной «одномерной» конфигурации. С ее выхода модулятор «нарезает» узкие порции анализов и передает их на вторую колонку, которая тоньше и короче первой; время полного разделения на ней синхронизировано модулятором с циклом формирования порции.

Выход из второй колонки подается на масс-спектрометр, выполняющий функцию активного, анализирующего детектора. Поскольку вторая колонка работает в ультраскоростном режиме, ширина ее пиков измеряется десятыми долями секунды (см. рис. 6). TOFMS оказался единственным типом масс-спектрометров, изначально готовым работать на таких скоростях. Здесь в полной мере были реализованы все его преимущества, описанные выше.

Программное обеспечение ChromaTOFT[™], управляющее работой всей системы, формирует из последовательных сканирований изображение по шаблону, выбираемому пользователем (контурная, объемная, «сеточная» и др. диаграммы), а также, благодаря заложенным уникальным алгоритмам, выполняет все сложные манипуляции с данными, как уже описано выше.

По разрешающей способности и пределам детектирования Pegasus 4D примерно на порядок превосходит обычную конфигурацию Pegasus III. Там, где прежде количество компонентов исчислялось сотнями, Pegasus 4D обнаруживает и идентифицирует тысячи (рис. 7).

Системы Pegasus 4D уже работают в престижных учебных заведениях и крупных исследовательских центрах США, Канады, государств Европейского Союза, Китая, России. Свидетельством мирового признания системы Pegasus 4D является присуждение ей бронзовой награды по разделу «Новые продукты» на регулярной международной выставке аналитического оборудования PITTCON–2003.

Два года назад, в декабре 2002 года, в мире были установлены уже 83 системы LECO Pegasus разных конфигураций, в том числе 16 – для контроля окружающей среды (из них 9 – в США), 3 – для определения пестицидов

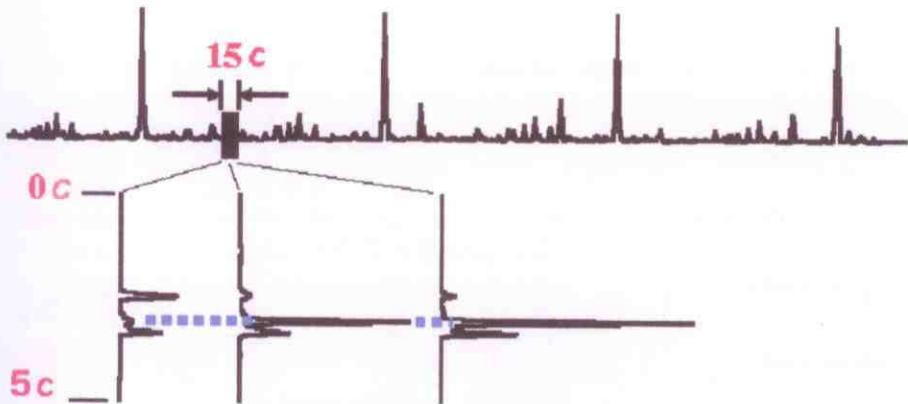


Рис. 6. Принципиальная схема GCxGC (см. пояснения в тексте)

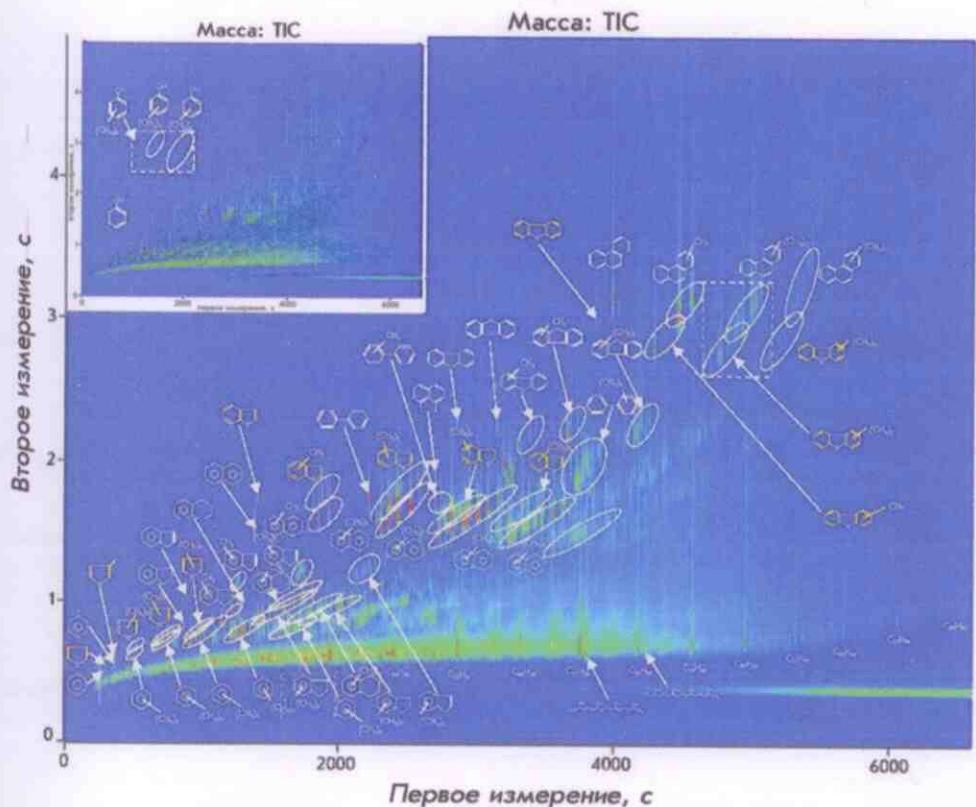
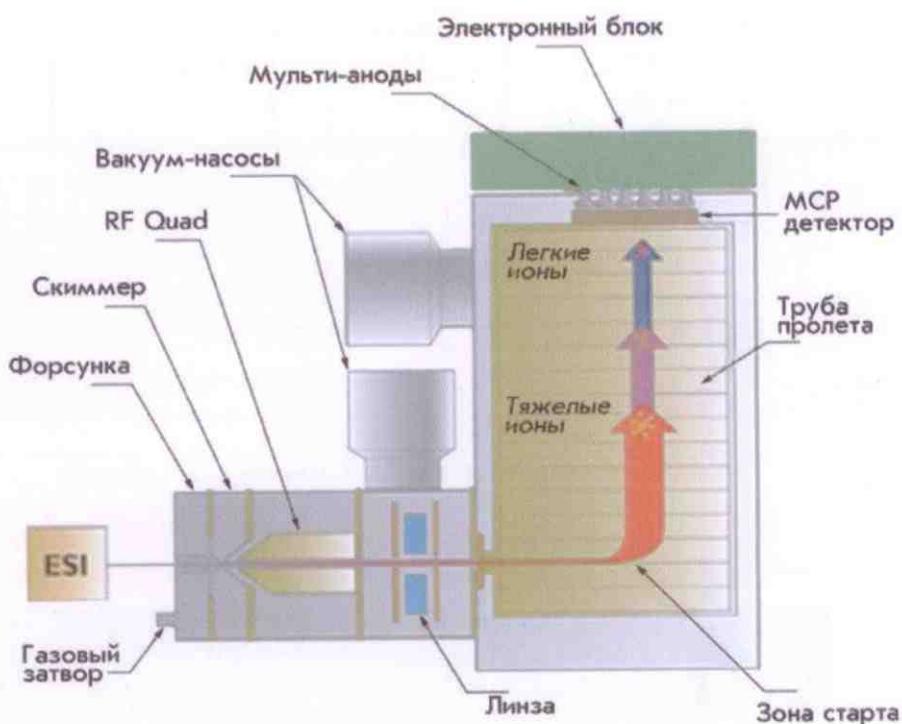


Рис. 7. Контурная 2-мерная газовая хроматограмма образца дизельного топлива
Оконтуриены кластеры родственных соединений. Желтым цветом выделены
ароматические соединения, содержащие серу. Вверху слева точками показаны
более чем 6 000 идентифицированных соединений



в пищевых продуктах, 7 – для токсикологического анализа, 10 – в химической индустрии, 8 – для тонких генетических исследований и оценки возможных рисков генетических модификаций, 3 – для контроля боевых отравляющих веществ и т. д.

В результате работ над Pegasus 4D в последнее время выпущена в качестве самостоятельного прибора система GCxGC FID, предназначенная, в основном, для работ с нефтепродуктами.

3. Система LC TOFMS Unique™

Принципиальная схема системы показана на рис. 8. Unique принадлежит к новому поколению масс-спектрометров, сконструированных специально для работы в паре с такими приборами, как LC (жидкостным хроматографом), HPLC (высокоэффективным жидкостным хроматографом), SFC (сверхкритическим жидкостным хроматографом) или устройствами прямого впрыска. Это – настольный спектрометр с относительно небольшими размерами. Инструмент использует ионизационный интерфейс: либо ESI (ионизацию электроспреем), либо APCI (ионизацию при атмосферном давлении). Формирующиеся здесь ионы подаются в пролетную область импульсами с частотой 5 000 Гц. Система скоростного детектирования преобразует затем эти сигналы в 100 спектров/с полного диапазона масс (до 6 000 ед.). Это позволяет уверенно реконструировать хроматографические пики шириной всего в 100 мс.

Unique обеспечивает измерение масс с высоким разрешением (> 2000) и точностью $< 5 \text{ ppm}$ или в абсолютном выражении $2\text{--}10 \text{ m}m$ (10^{-3} единиц массы) по всему диапазону масс, что исключительно важно с точки зрения надежности обнаружения и идентификации соединений. Уникальный предел обнаружения (около 500 атоммолей резерпина) сводит трудоемкие и длительные операции переконцентрирования к минимуму.

Благодаря высокой скорости работы масс-спектрометра, система Unique успешно сочетается со скоростными жидкостными хроматографами. При этом Unique увеличивает их пропускную способность приблизительно на порядок, что открывает принципиально новые возможности при анализе быстрых процессов, в реагировании на экстренные ситуации и т. п.

Новые алгоритмы управления данными, заложенные в унифицированном для GC-TOFMS и LC-TOFMS систем программном пакете Chroma TOF™, легко манипулируют генерируемым Unique значительным массивом информативных данных – без ущерба их целостности.

4. Система ICP TOFMS Renaissance®

Система, комбинирующая ICP (возбуждение индуктивно-связанной плазмой 2000–7500 К) и TOF-MS (время-пролетный масс-спектрометр), предна-

значена для определения элементного состава (от лития до урана) и изотопных характеристик в твердых, жидких и газообразных пробах в широком диапазоне концентраций, начиная со следовых и ультраследовых (ppb – ppt). Это означает наличие способности решать очень тонкие аналитические задачи.

4.1. Принцип работы и конструктивные особенности системы Renaissance

Вкратце теория работы системы ICP-TOFMS такова. Ионы генерируются плазмой и передаются в тракт масс-спектрометра так же, как и в других системах. Затем линзами ионы по прямой направляются в ускоряющую область, где синхронно получают импульс большой энергии, который равномерно ускоряет все ионы и направляет их в поле трубы свободного пролета. Механизм разделения ионов такой же, как и в инструменте Pegasus (см. раздел 1.1). Баланс параметров (ускоряющее напряжение, отдельные фазы времени пролета) подобраны так, что наибольший масс-ион (наиболее медленный – UOH) достигает детектора раньше, чем легчайший масс-ион (наиболее быстрый – H) из следующего импульса попадает на детектор. В пределах одного импульса смежные пики наиболее тяжелых масс (UO и UOH) разделяются полностью (до базовой линии), а пики легких масс разделяются широкими промежутками. Важно при этом, что лучшее разрешение достигается без потери чувствительности.

В отличие от так называемой ортогональной системы подачи образца в масс-спектрометре Pegasus (рис. 1), для Renaissance разработана революционная продольно-осевая компоновка (рис. 9).

Продольно-осевое ускорение сегментов плазмы дает возможность ионам оставаться в плотном пучке во время полета. Результатом является большая полнота и однородность переноса ионов плазмы на детектор. При этом (за счет поддержания осевых моментов ионов) разброс масс минимален. В свою очередь, это упрощает оптимизацию инструмента и делает его более универсальным в широком диапазоне типов образцов. Для получения точных результатов требуется меньшее количество стандартов, что упрощает процедуру подготовки образцов и уменьшает вероятность паразитных загрязнений.

4.2. Технические характеристики системы Renaissance

Благодаря новаторской компоновке масс-спектрометра достигнута также беспрецедентная частота ускоряющих импульсов – до 30 кГц или 30 000 в 1 с. Каждый импульс является полным одномоментным спектром масс – как бы «моментальным снимком» плазменного луча. Функциональная польза от этого – большая точность и воспроизводимость масс-спектро-метри-

ческого анализа при одновременном увеличении производительности (примерно на порядок).

Время пропускания образца в TOF-системах одинаково для всех изотопов. Если для улучшения порога определения увеличить время интегрирования до 10 с, это время будет одинаковым для всех других определяемых элементов. Квадрупольные же масс-спектрометры (являющиеся последовательными «фильтрами») будут использовать по 10 с + пауза для каждого из изотопов. Обычно TOF использует серию из трех измерений по 3 с, с последующей чисткой системы. В среднем обеспечивается 8–10-кратный рост производительности – по сравнению с квадрупольными системами.

Одновременная работа со всеми элементами каждого сегмента плазмы устраняет временную вариабельность, характерную для спектрометров последовательного действия. Шумы типа «мерцания» плазмы или колебания в устройстве подачи образца не влияют на точность измерений. В результате измерения изотопных отношений определение уравнений изобарической коррекции и коррекции по внутренним стандартам производится с ошибкой, приближающейся к теоретически предсказанным минимумам.

У систем ICP-TOFMS наблюдаются такие же интерференции между отдельными массами, как и у систем ICP-MS, но точность может быть повышена путем применения всех возможных типов уравнений коррекции. Параллельное ведение образцов у систем TOF означает, что дополнительные изотопы не приводят к потере чувствительности, уменьшению производительности, ухудшению точности и порога определения. Разработано несколько способов компенсации межэлементных влияний: использование неинтерферированных изотопных линий, десольватация, “холодная” плазма и другие.

4.3. Области применения системы

Области практического применения системы Renaissance определяются тремя главными преимуществами: феноменальной скоростью пропускания образцов, одномоментным отбором и анализом сегментов плазмы и уменьшенным разбросом масс. Эти преимущества воплощаются в превосходной производительности, повышенной точности, низком реальном пороге определения и др. Возможность системы Renaissance проводить многоэлементный синхронный анализ позволяет анализировать процессы либо реконструировать ход событий с полным охватом следовых элементов и практически неограниченным числом пар изотопов.

Такое сочетание свойств особо востребовано: в производстве сверхчистых материалов и полупроводников; в геологии; исследованиях быстрых процессов; особо точном определении изотопных отношений и т. п. Быстрый многоэлементный композиционный анализ, в том числе в области сле-

довых количеств (*ppb* и *sub-ppb*), выводит на новый уровень и экологические исследования.

Система может работать с разнообразными входными устройствами. Наиболее типичные из них – автосамплеры и микросамплеры для десятков и сотен образцов.

В комбинации с лазерным испарителем LSX-200 возможно анализировать твердые образцы напрямую, без “мокрой” пробоподготовки. Можно сканировать поверхность, при этом испаряется трек шириной приблизительно 20 мкм и глубиной около 1 мкм. Микроочистки (например, сконденсированные частицы дыма) анализируют либо прицельно, либо интегрально. Размер частичек может быть значительно меньшим величины диаметра лазерного луча: до 1–10 мкм.

Возможен также анализ профилей по глубине образца. Таким образом можно характеризовать многослойные покрытия. Кроме лазерных, возможно применение также испарителей других типов, например – электротермальных (ETV), искровых и других.

4.4. Программное обеспечение

Программное обеспечение системы Renaissance гарантированно работает на всех операционных платформах Windows. Новые методы можно конструировать «клонированием» существующих защищенных методов, позволяя аналитику делать необходимые модификации, не изменяя основной метод. Методы можно также легко конструировать с самого начала простым указанием на файл матрицы образца или же вызовом выбранных элементов, изотопов, корректирующих внутренних стандартов и т. д., с последующим постраничным следованием логике программы.

Предусмотрена возможность всесторонней дистанционной диагностики системы через модем. Это значительно повышает оперативность и качество технического обслуживания системы и сводит ее простоту к минимуму.

5. Система AMA-254

В связи с требованиями оперативного и точного экологического мониторинга следует назвать еще один прибор от LECO – анализатор ртути AMA-254. Во многих развитых странах ртуть классифицируют как загрязнитель № 1, и для комплексного решения этой экологической проблемы развернуты масштабные национальные программы. AMA-254 принадлежит к не рассматриваемому здесь в деталях семейству элементных анализаторов LECO. Заложенный в них принцип «сухого» сжигания в кислородном пламени обеспечивает сочетание скорости и точности. Анализ на AMA-254 длится в среднем всего 5 мин, рабочий диапазон без переконцентрирования – 0,05–600 нг Hg. Практическое отсутствие процедуры пробоподготовки не только

резко ускоряет анализ, но и предотвращает ошибки, связанные с потерями либо, наоборот, – с привнесением ртути на этом этапе.

Межлабораторными испытаниями показано, что сжигание в кислороде, по сравнению с другими методами, наиболее полно разлагает прочные соединения ртути, например, сульфиды, обеспечивая этим большую корректность обследований.

Связанные с ртутью производства обязаны иметь систему оперативного мониторинга ее содержания в сточных водах. Для таких задач разработаны простые заборные устройства, подающие пробы на AMA-254 с периодичностью от 5 мин. С помощью адаптера возможен и анализ газовой среды. Для параллельного определения изотопного состава ртути предусмотрено подключение AMA-254 к системе ICP-TOFMS Renaissance.

Селекционно-генетический институт;

Национальный центр сортоподбора, Одесса;

LECO Instrumente Plzeň;

LECO Application and Demonstration Center, Pragu

Получено 14.06.04.