

**ОБЩЕРОССИЙСКАЯ ОБЩЕСТВЕННАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ  
ВСЕРОССИЙСКОЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО**  
**ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ЭЛЕКТРОХИМИИ им. А. Н. ФРУМКИНА РАН**  
**ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА им. А.В. ТОПЧИЕВА РАН**

**ДЕСЯТЫЙ СЪЕЗД ВМСО**  
**IX ВСЕРОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНЫМ  
УЧАСТИЕМ**  
**«МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ  
И ЕЕ ПРИКЛАДНЫЕ ПРОБЛЕМЫ»**

**18 – 22 октября 2021 года**  
**г. Москва**

## Сравнение пределов детектирования и границ инертности аналитических систем в хромато-масс-спектрометрии

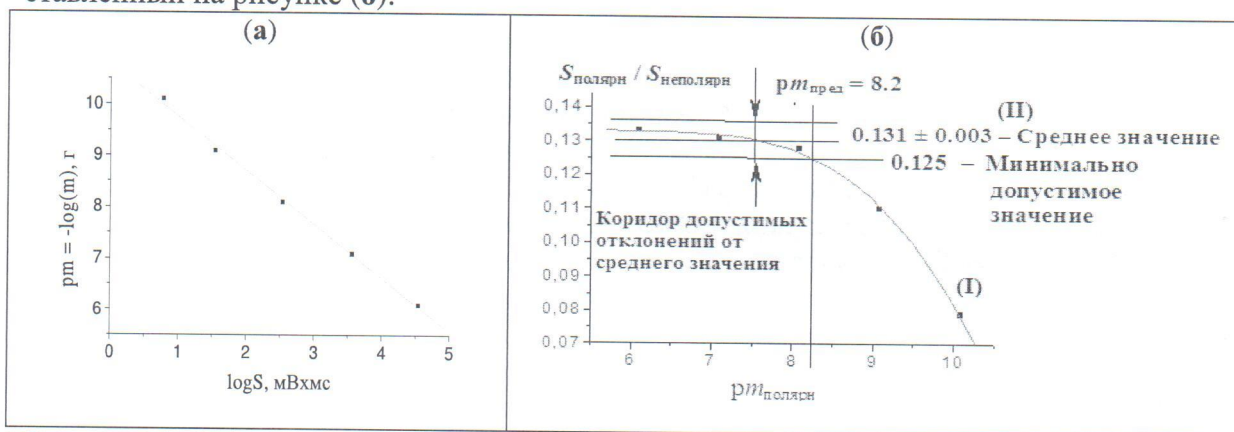
И.Г. Зенкевич<sup>1\*</sup>, И.А. Ревельский<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Санкт-Петербургский государственный университет, Институт химии Университетский просп., 26; Санкт-Петербург 198504, Россия  
izenkevich@yandex.ru

<sup>2</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, Воробьевы горы, 1, стр. 3, Москва 119991, Россия  
irevelsky@gmail.com

Пределы детектирования (LOD), а также родственные характеристики (LOQ, IDL, MDL, PQL) аналитов в масс-спектрометрии и хроматографии, обычно оценивают линейной экстраполяцией аналитических сигналов (площадей ( $S$ ) или высот ( $H$ ) хроматографических пиков) на двух-трехкратный уровень шумов приборов. Недостаток такого способа в том, что в области малых количеств аналитов ( $m$ ) зависимости  $S(m)$  и  $H(m)$  нелинейны, что обусловлено ограниченной инертностью аналитических систем. Кроме того, недостаточная инертность приводит к искажениям формы хроматографических пиков и непредсказуемым вариациям индексов удерживания аналитов.

На рисунке (а) приведен график зависимости логарифмов площадей хроматографических пиков ( $\lg S$ ) 2,4-ди-*трет*-бутилфенола от их количеств  $pm = -\lg(m)$  в области  $6 < pm < 10$  и  $4.5 < \lg S < 0.8$ , ее линейность соответствует  $R = 0.9988$ . Экстраполяция значений  $pm$  на величину  $S \approx 0.1$  мВ $\times$ мс ( $\lg S = -1$ ) дает  $pm \approx 11.8$  или  $m \approx 1.5 \times 10^{-12}$  г. (для WCOT-колонки с неполярной фазой ВРХ-1). Если же рассмотреть аналогичную зависимость относительных площадей хроматографических пиков полярного (2,4-ди-*трет*-бутилфенол) и неполярного (*n*-тетрадекан) компонентов от  $pm$ , то получаем график, представленный на рисунке (б):



**Рисунок.** Графическая иллюстрация способа оценки инертности хроматографической системы на примере серии тест-растворов: (I) – аппроксимация пяти значений  $S_{\text{отн}} = S_{\text{полярн}}/S_{\text{неполярн}}$  полиномом третьей степени, (II) – прямая, соответствующая среднему значению наиболее воспроизводимых значений  $S_{\text{отн}}$  для первых трех образцов. Минимально допустимое значение  $S_{\text{отн}}$  равно ( $0.131 - 2 \times 0.003 = 0.125$ ), что соответствует границе инертности  $pm_{\text{пред}} \approx 8.2$  и  $m_{\text{пред}} \approx 6$  нг. Оба графика построены по одним и тем же данным.

Таким образом, экспериментально определяемые границы инертности на 3-4 порядка превышают «традиционные» оценки пределов детектирования. Обсуждаются возможные причины несоответствия пределов детектирования в масс-спектрометрии (менее  $10^{-12}$  г/с) и границ инертности газохроматографических систем (1 – 10 нг).