

HIBRIDNI VEČSEKTORSKI MASNI SPEKTROMETER

Dušan Žigon, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

Hibryd Multisector Mass Spectrometer

ABSTRACT

Mass spectrometry techniques have proven to be useful for addressing a wide variety of analytical problems and structure determination. This article provides an introduction to instrumental aspects and ion optics of sector mass spectrometers. Configurations of tandem sector instruments are introduced and discussed in the context of the requirements of different experiments. The use of AutospecQ mass spectrometer, which is installed in J. Stefan Institute, for analytical applications is also introduced and parts of instrument are described.

POVZETEK

Masna spektrometrija je vsestransko uporabna pri reševanju analitskih problemov in določanju struktur molekul. V tem prispevku so opisane osnove masnospektrometrične določitve in sestavni deli tandemskega sektorskega instrumenta. Posebej je predstavljen sodobni masni spektrometer AutospecQ, ki ga uporabljamo v laboratoriju za masno spektrometrijo na Institutu "Jožef Stefan" za raziskovalno in analitsko delo.

1 UVOD

Namen tega prispevka je predstaviti različne možnosti uporabe masnega spektrometra in obrazložiti rezultate meritev, ki jih lahko izvedemo z njim. Med vsemi spektroskopskimi tehnikami dobimo z masnim spektrometrom na podlagi spektrov najbolj raznovrstne informacije o strukturi molekule organske spojine. Raznovrstne podatke dobimo zaradi številnih instrumentalnih možnosti in poti, da pridemo s pomočjo masnega spektrometra do zelenih informacij o vzorcu. Sodobni masni spektrometri omogočajo s svojo konstrukcijsko zasnovo različne načine merjenja vzorca, s katerimi dobimo številne informacije o strukturi ionov in molekul. Prilagojenost posameznih delov masnega spektrometra zahtevam analize je omogočena z izbiro: a) različnih uvajalnih sistemov za vzorce, b) različnih metod ionizacije, c) možnosti snemanja spektrov različnih vrst ionov (stabilnih, metaštabilnih, ionov z večimi naboji, itd.). Velika pestrost instrumentalnih tehnik omogoča izbiro optimalnega analitskega postopka z masnim spektrometrom.

Poenostavljeno povedano, v masnem spektrometru se izvršita dva osnovna procesa. To sta tvorba ionov v plinski fazi iz nevtrálnih molekul in ločevanje ionov glede na maso in njegov naboj, to je m/z . Masni spektrometer je torej instrument, ki v plinski fazi ionizira molekule, nastale ione loči po masah in nabojih ter izmeri njihovo vsebnost. Zapis takšne masnospektrometrične meritve imenujemo masni spekter in nam omogoča identifikacijo komponent v vzorcu.

Posamezni deli spektrometra, s katerimi opravljamo te funkcije, so na kratko opisani v nadaljevanju.

2 Izvir ionov

Izvir ionov je področje masnega spektrometra, v katerem iz molekul organskih spojin tvorimo ione. V izviru ionov lahko pri ionizaciji določene spojine nastanejo ioni z različno elementarno sestavo in z različnimi vrednostmi m/z . Ioni z enako elementarno sestavo (isti m/z) pa so lahko strukturno različni in se razlikujejo po vsebnosti notranje energije, ki so jo prejeli pri ionizaciji. Zaradi različne vsebnosti notranje energije delimo ione glede na čas preleta iona od izvira ionov do detektorja masnega spektrometra, na:

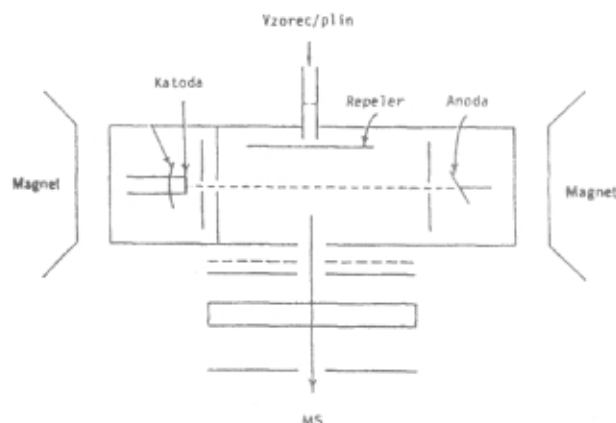
- stabilne ione (z življenjsko dobo $\tau > 10^{-5}$ s),
- metastabilne ione ($10^{-5} > \tau > 10^{-6}$ s) in
- nestabilne ione ($\tau < 10^{-6}$ s).

Ioni se zadržujejo v izviru ionov približno 10^{-6} s in potrebujejo za prelet skozi spektrometer 10^{-5} s. Pri masni analizi stabilnih ionov izmerimo jakost signala ionov in njihove vrednosti m/z . Zapis masne meritve imenujemo masni spekter merjene spojine. Masni spekter nam daje podatke (m/z in intenziteto) o stabilnih ionih in o fragmentih nestabilnih ionov, ki se razgradijo v izviru ionov.

Za ionizacijo molekul v plinski fazi lahko uporabimo različne ionizacijske metode [1]. V tem delu bom opisal le glavne in obenem najbolj široko uporabne.

2.1 Ionizacija z elektroni

V ionizacijski komori obstreljujemo molekule v plinski fazi s curkom elektronov, emitiranih iz vroče katode. Molekule spojin v plinski fazi interagirajo z elektroni v področju med katodo in anodo (Slika 1). Nekatere molekule pri tem izgubijo elektron in postanejo nosilci pozitivnega naboja. Verjetnost ionizacije z elektroni je relativno majhna, saj se v povprečju



Slika 1. Shema izvira za ionizacijo z elektroni

ionizira vsaka stotisoča molekula. Reakcijo ionizacije molekule M predstavimo kot:



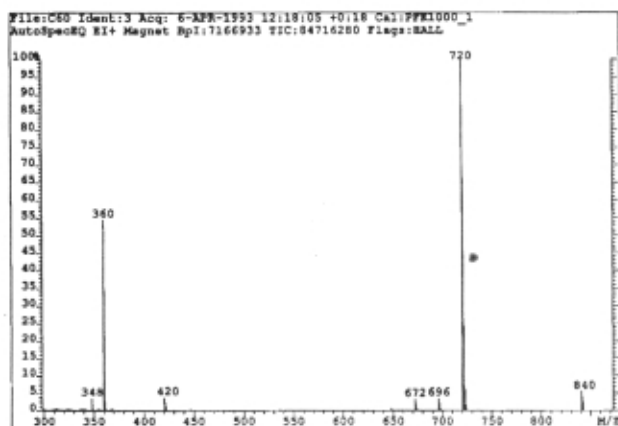
S simbolom $M^{\cdot+}$ označujemo molekulski ion-radikal, t.j. obenem pozitivni ion in radikal, ker so organske molekule sodo elektronske. Nastali ion ima enako maso kot nevtralna molekula in ga imenujemo molekulski ion. Proces, ki je nasproten tvorbi pozitivnih ionov, je zajetje elektrona v molekuli v plinski fazi, kar daje negativni ion radikal



Ta proces je manj pogost. Zato se bom v tem delu osredotočil le na ione s pozitivnim nabojem.

Ionizacijska energija ustreza energiji, potrebni za odstranitev elektrona z najvišje zasedene molekulske orbitale v molekuli M. Za ionizacijo večine organskih spojin zadošča že 7 do 13 eV, kar je ionizacijska energija teh spojin. Molekule v plinski fazi navadno obstreljujemo z elektroni energije 40 do 100 eV. Zato je energija, ki jo sprejme molekula od elektrona, večja od ionizacijske energije te molekule. Presežna energija v molekulskem ionu $M^{\cdot+}$ povzroči cepitev vezi in s tem disociacijo molekulskega iona v fragmentne ione. Molekulski ion disociira, tako da se odcepi radikal: $M^{\cdot+} \rightarrow A^{\cdot+} + B^{\cdot-}$ ali molekula: $M^{\cdot+} \rightarrow C^{\cdot+} + D^{\cdot-}$.

Delca B in D nista nosilca pozitivnega naboja in ju zato ne določamo v nadaljnjem procesu analize z masnim spektrometrom. Fragmentni ioni ($A^{\cdot+}$ ali $C^{\cdot+}$), katerih delež je pri ionizaciji z elektroni praviloma velik, dajejo potrebne informacije o strukturi preiskovane molekule spojine iz vzorca.



Slika 2. Masni spekter fulerena C_{60} , dobljen z ionizacijo z elektroni

S preprostim zgledom masne analize fulerena bomo ilustrirali uporabo ionizacije z elektroni in ionske zvrsti, ki pri tem nastanejo. Na sliki 2 je prikazan masni spekter vzorca fulerena, dobljen pri ionizaciji z elektroni. Pri ionizaciji fulerena z elektroni dobimo enostavni EI masni spekter, ki vsebuje poleg vrha

molekulskega iona C_{60} pri m/z 720 in vrha molekulskega iona C_{70} pri m/z 840 le še nekaj vrhov. Vrhova pri m/z 360 in m/z 420 predstavljata ione z dvema nabojema molekul C_{60} in C_{70} . Fragmentni ioni pri m/z 696 in 672 pa nastanejo z odcepljanjem dveh oz. štirih ogljikov iz molekulskega iona.

2.2 Kemijska ionizacija in ionizacija s hitrimi atomi ali ioni

Veliko organskih spojin je nehlapnih, polarnih, temperaturno neobstoje ali pa imajo visoko molekulsko maso (preko 1000 masnih enot). Takšne spojine ponavadi ioniziramo z "mehkima" ionizacijskima tehnikama, kot sta kemijska ionizacija in ionizacija s hitrimi atomi ali ioni (FAB). Pri teh sekundarnih ionizacijskih tehnikah nastanejo predvsem protonirani molekulski ioni MH^+ . Ker je prenos energije na ione pri "mehki" ionizaciji mnogo manjši, je zato tudi fragmentacija v večini primerov slabša. Zato na podlagi masnih spektrov, ki jih dobimo pri "mehkih" ionizacijskih postopkih, v večini primerov ne moremo identificirati spojine ali določiti njene strukture.

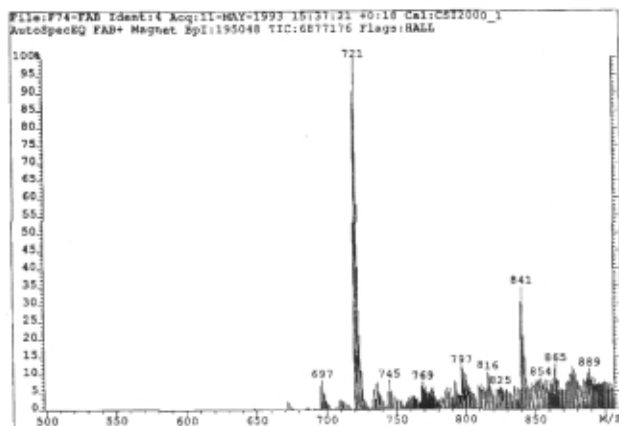
Kemijska ionizacija poteka pri reakciji med ioni reaktantnega plina in molekulami vzorca v izviru ionov. Plin se ionizira z elektroni (EI), t.j. pri emisiji elektronov iz vroče Re ali W katodne žice. Reaktantni plin uvajamo v izvir ionov masnega spektrometra pri tlaku 100 Pa in molekule te tega plina ioniziramo z elektroni. Pri takem tlaku je pogostost trkov ionov plina z nevtralnimi molekulami plina zelo velika. Ioni reaktantnega plina lahko skupaj s sekundarnimi ioni, ki nastanejo pri ionsko-molekulskih reakcijah v plinski fazi, ionizirajo molekule vzorca v izviru ionov. Izdatnost kemijske ionizacije oz. jakost ionskega toka je primerljiva z EI. Kot reaktantni plin največkrat uporabljamo metan, izobutan, amoniak in inertne pline.

Ionizacija molekul s hitrimi atomi ali ioni je zelo enostavna in praktična "mehka" ionizacijska metoda. V ta namen raztopimo vzorec v tekočem, težko hlapnem organskem topilu - matrici (glicerolu, 3-nitrobenzil alkoholu, dietil aminu ipd.), nanesemo na kovinsko tarčo s površino 10 mm² in obstreljujemo s hitrimi atomi oz. ioni. Difuzija molekul vzorca na površino kapljice raztopljenega vzorca je dovolj hitra, da omogoča stalno obnavljanje površine kapljice in s tem stabilen curek sekundarnih ionov organske spojine. Površino kapljice obstreljujemo s curkom hitrih Ar atomov ali Cs ionov s kinetično energijo 8 do 30 keV, in z masnim separatorjem analiziramo sekundarne ione, izbite iz zmesi topila in vzorca.

V masnih spektrih, dobljenih z mehkiimi ionizacijskimi metodami, je poleg vrhov protoniranih molekulskih ionov malo fragmentnih ionov, kar otežuje identifikacijo spojin v vzorcu na osnovi masnega spektra.

Tako dobimo pri ionizaciji s hitrimi delci (Cs^+) istega vzorca fulerena FAB masni spekter, ki je prikazan na sliki 3. V primerjavi z EI spektrom lahko ugotovimo, da je relativna intenziteta vrha C_{70}^+

15-krat večja. Razlog za to veliko spremembo razmerja vrhov C_{60}^+ / C_{70}^+ še ni raziskan /2/. Masni spekter FAB vsebuje veliko manj fragmentnih ionov, kar je značilno za "mehke" ionizacijske postopke.



Slika 3. Masni spekter fullerena C_{60} , dobljen z ionizacijo s hitrimi atomi (FAB)

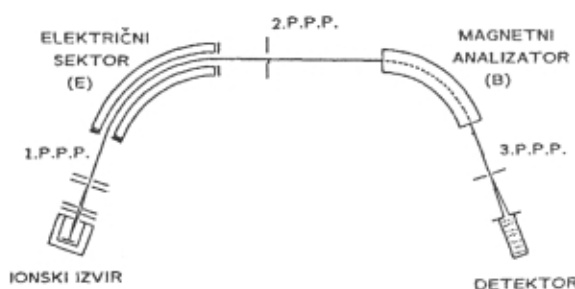
Druge ionizacijske metode se v organski masni spektrometriji bolj redko uporabljajo in so namenjene analizi specifičnih spojin, zato jih ne bomo naštevali v tem splošnem pregledu.

Ione, ki nastanejo v ionizacijski komori, potisnemo skozi izhodno režo izvira ionov z napetostjo na repeljerju in pospešimo v analizatorski prostor.

3 Masni analizator

Analizatorsko polje je področje masnega spektrometra, v katerem se ioni ločujejo po masah in naboju.

Masne spektrometre v glavnem razlikujemo glede na vrsto masnega analizatorja /3/. To je delitev masnih spektrometrov po energijskem režimu potovanja ionov skozi spektrometer in principu ločitve ionov v analizatorju po masah in naboju (m/z). Med masnimi analizatorji so najbolj razširjeni: sektorski magnetni analizator, kvadrupolni masni filter, analizator na prelet ionov in ionsko ciklotronski analizator. Tukaj bomo na kratko opisali le osnove ločitve ionov



Slika 4. Shema sektorskega masnega spektrometra z dvojno fokusacijo

v sektorskem instrumentu z magnetnim analizatorjem kot najbolj pogostim v masnih spektrometrih.

Princip delovanja masnega spektrometra z uklonom ionov v magnetnem polju je prikazan na sliki 4.

Ion m_1^+ , ki nastane pri ionizaciji v izvira ionov, v prvi stopnji masnospektrometrične analize pospešimo s pospeševalno napetostjo V ($V=2-8$ kV). Pospešeni ion ima kinetično energijo:

$$\frac{m v^2}{2} = z V, \quad (1)$$

kjer m predstavlja maso iona, v hitrost iona, z naboj iona in V padeč napetosti pri pospeševanju ionov. Naboj iona z vključuje produkt elektrostatskega naboja e ($1,6 \times 10^{-19}$ As) in število enot naboja z' . Energijsko nehomogenost ionov pred prehodom v magnetno polje popravimo z električnim sektorjem. Električni sektor prepusti vse ione, ki imajo enako kinetično energijo. Energijsko homogeni ioni, ki vstopajo v magnetni analizator, se v magnetnem polju ločijo po masah oz. točneje po razmerju mase in naboja iona (m/z). Posamezen ion doseže detektor z magnetnim poljem B , skozi katerega se giblje po krožnici s polmerom r , pri čemer velja zveza:

$$\frac{m}{z} = \frac{B^2 r^2}{2 V} \quad (2)$$

S spreminjanjem B ali V torej ločujemo ione z različnimi masami in nabojem. Z zveznim spreminjanjem gostote magnetnega polja ali pospeševalne napetosti dobimo na kolektorju delne curke ionov. Iz izraza (2) izhaja, da se pri danih eksperimentalnih pogojih (B , V , r) poti lažjih ionov bolj "ukrivijo" kot poti težjih. Snemanje masnih spektrov s spreminjanjem pospeševalne napetosti je na prvi pogled enostavnejše, ker hitreje in lažje kontroliramo parametre snemanja. Vendar veliko spreminjanje pospeševalne napetosti privede do večjih sprememb pogojev v izvira ionov in s tem prevelikih izgub ionov, zato običajno snemamo masne spektre s spreminjanjem jakosti magnetnega polja.

Po masni separaciji ioni prehajajo skozi izstopno režo analizatorskega polja in z relativno visoko energijo priletijo v detektor. Detektor je prav tako zelo pomemben del masnega spektrometra, s katerim je optimizirana občutljivost in dinamično območje spektrometra. V masnih spektrometrih se uporablja kot detektor elektronska oz. fotoelektronska pomnoževalka ali njena polprevodniška izvedba chaneltron. Detekcijski sistemi merijo tokove ionskih curkov do jakosti 10^{-17} A. S pomnoževalko ojačimo signal do 10^9 -krat.

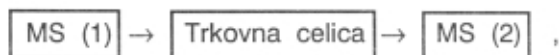
Izhodne napetostne signale, ki ustrezajo ionskemu toku posameznih m/z , digitaliziramo in shranimo v pomnilniško enoto računalnika. Iz tako shranjene

informacije o masni analizi dobimo z nadaljnjo obdelavo podatkov masni spekter, kromatogram na osnovi ionskega toka; masni spekter lahko primerjamo z masnimi spektri iz zbirke ali ga kvantitativno analiziramo. Z računalnikom krmilimo in nastavljamo parametre posameznih enot spektrometra. Poseben pomen ima računalnik v tandemski masni spektrometriji, ker omogoča sinhronizirano snemanje večsektorskega masnega spektrometra.

S sklopitvijo različnih masnih analizatorjev ob hkratni kompjuterizaciji masnih spektrometrov se je razvila nova tehnika: sklopitvena masna spektrometrija ali na kratko MS/MS, ki je danes nepogrešljiva v analitski kemiji in pri študiju ionov v plinski fazi. Na ta način dobimo s sklopitveno masno spektrometrijo MS/MS še bolj izčrpne podatke o strukturi molekule /4/.

4 Tandemska masna spektrometrija (MS-MS)

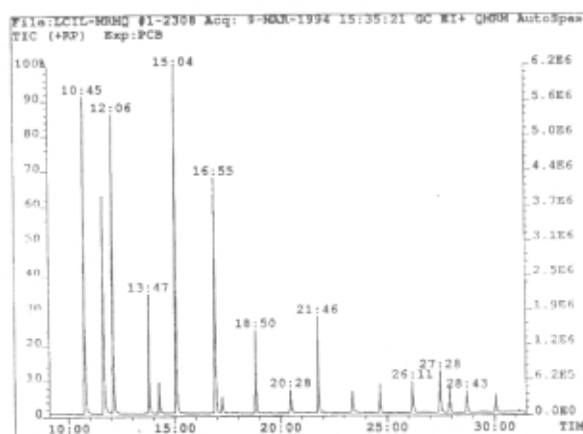
Razgradnja stabilnih ionov lahko poteka tudi izven izvira ionov pri trkih ionov z nevtralnimi molekulami plina. Pri MS/MS navadno izberemo z magnetnim sektorjem določen stabilen reaktantni ion M^+ in ga aktiviramo s trki z molekulami trkovnega plina, da razpade v produktne ione, ki jih nato izmerimo s pomočjo elektrostatskega ali kvadrupolnega analizatorja. Poenostavljeno ponazorimo eksperiment z modelom:



v katerem je trkovna celica nameščena med dvema masnima analizatorjema, označenima z MS (1) in MS (2). V trkovni celici se reaktantni ion, ki ga izberemo z MS(1), pri interakciji z molekulami plina razgradi v produktne ione, ki jih analiziramo z MS(2).

Tandemska masna spektrometrijo uporabljamo pri študiju struktur ionov v plinski fazi, analizah zmesi in določanju spojin v sledovih. Največjo uporabnost ima postopek MS-MS v analitiki zmesi v kombinaciji s plinsko kromatografijo (GC). Z navadno povezavo plinskega kromatografa in masnega spektrometra (GC-MS) v mnogih primerih ne dosežemo zadovoljive selektivnosti komponent v zmesi. Z GC-MS-MS je mogoče določiti komponente, ki se iz kromatografske kolone istočasno eluirajo, ker postopek omogoča veliko selektivnost in občutljivost analitske metode.

Zgled uporabe GC-MS-MS tehnike ponazarja kromatogram na sliki 5, ki predstavlja določanje polikloriranih bifenilov (PCB) v reki Krupici. Določitev teh človeku škodljivih strupenih organskih spojin /5/, ki so prisotne v vzorcu v koncentracijskem območju 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (1 ppb), dosežemo z opazovanjem izbranih reakcij v plinski fazi (Multiple Reaction Monitoring, MRM), kjer detektiramo le produktne ione, ki nastanejo z razgradnjo ionov, značilnih za PCB /6/: $m^+ \rightarrow (m - ^{35}\text{Cl})^+ + ^{35}\text{Cl}$.



Slika 5. Kromatogram, dobljen na osnovi ionskega toka, izmerjenega pri opazovanju izbranih reakcij v plinski fazi (MRM), ki nastopijo pri razgradnjah ionov polikloriranih bifenilov: $m^+ \rightarrow (m - ^{35}\text{Cl})^+ + ^{35}\text{Cl}$

5 Masni spektrometer AutospecQ (VG Analytical)

Vsi prikazani rezultati so bili izmerjeni z masnim spektrometrom AutospecQ (Fisons, VG Analytical, Manchester) v laboratoriju za masno spektrometrijo na Institutu "Jožef Stefan". V nadaljevanju bomo na kratko opisali masni spektrometer AutospecQ, ki je nova pridobitev vrhunske analitske opreme v Sloveniji.

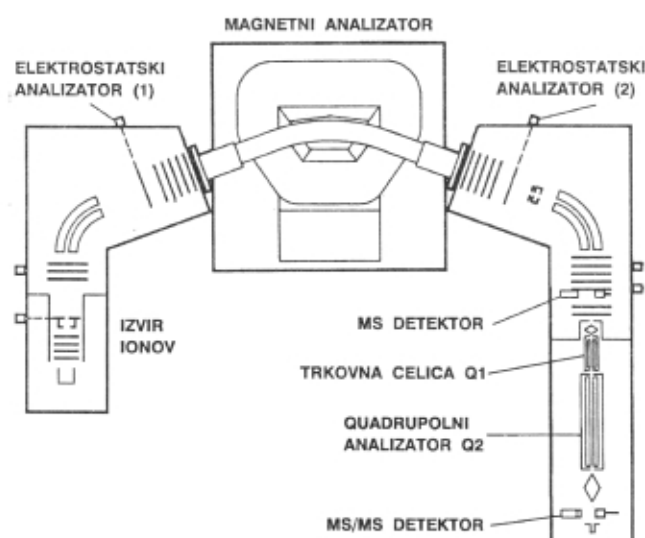
AutospecQ je hibridni večsektorski masni spektrometer, sestavljen iz treh sektorjev, ki si sledijo v zaporedju: elektrostatski analizator (ESA-1), magnetni analizator (B) in drugi elektrostatski analizator (ESA-2), ter dveh kvadrupolnih analizatorjev (Q1 in Q2, Slika 6). Sektorski analizatorji so razvrščeni tako, da se ionski curek ukloni v vsakem analizatorju v isti smeri, celotni odklon žarka je 180° . Sektorski kot obeh ESA je $72,5^\circ$, magnetnega analizatorja pa 35° . Masno območje pri največji pospeševalni napetosti 8000 V je 4500 masnih enot. Veliko hitrost snemanja spektra, ki je lahko 0,5 sekunde/masno dekada, omogoča magnetni analizator z lameliranimi jedri, ki preprečuje nasičenje magneta in zmanjša njegovo histerezo na minimum.

Elektronske leče za vertikalno in horizontalno usmerjanje curka ionov so nameščene ob celotni poti ionskega žarka med analizatorji. Z njimi optimiziramo prepustnost in obliko curka ionov in masno ločljivost instrumenta. Masna ločljivost je definirana kot najmanjša razlika mas, ki jih še lahko ločimo, tako da se vrhova, ki pripadata tema sosednjima masama, prekrivata v podnožju največ za 10 odstotkov. Masna ločljivost $m/\Delta m$ masnega

spektrometra AutospecQ je 5000:1 v prvem gorišču ionskega žarka za magnetom in 60000:1 v drugem gorišču za ESA-2.

Kvadrupolna analizatorja končujeta konfiguracijo instrumenta, pri čemer prvi kvadrupol deluje le v radiofrekvenčni modulaciji kot fokusirajoča trkovna celica. Drugi kvadrupolni analizator pa ima funkcijo masnega analizatorja.

Ione, ki dosežejo kolektor, detektiramo s fotopomnoževalko. Nameščena je zunaj optične osi ionov in jih detektira posredno z dvema konverznima dinodama in fosfornim zaslonom. To ji zagotavlja dolgo življensko dobo in linearno odzivnost na ione s pozitivnim in negativnim nabojem v širokem masnem območju.



Slika 6. Shema hibridnega trisekorskega masnega spektrometra AutospecQ (VG-Analytical)

5.1 Vakuumski sistem masnega spektrometra AutospecQ

Tlak v analizatorskem delu instrumenta je 10^{-5} Pa. Takšen vakuum je potreben zato, da omogočimo prelet ionov od izvira do detektorja brez trkov z drugimi molekulami ali ioni v vakuumski cevi. V AutospecQ vzdržujemo potrebni vakuum s tremi rotacijskimi in štirimi difuzijskimi črpalkami.

Pri uvajanju vzorca se poveča tlak v izvira ionov. Zato potrebujemo v tem delu spektrometra posebej učinkovit črpalni sistem, da zmanjšamo tlak molekul vzorca v področju okoli ionizacijske komore. S tem preprečimo ponovno uhajanje molekul vzorca v ionizacijsko celico, zaščitimo katodo in zmanjšamo verjetnost nezaželenih trkov ionov z molekulami residualnega plina.

Izvir ionov in analizatorski del črpamo diferencialno, tako da lahko izvajamo meritve celo pri uvajanju 10ml/min plinastega vzorca. To dosežemo z veliko difuzijsko črpalko v izvira ionov s črpalno hitrostjo 700 l/s. Delovni tlak v izvira ionov je običajno 10^{-3} Pa.

Analizatorski del evakuiramo s tremi difuzijskimi črpalkami, ki imajo hitrost črpanja 280 l/s.

Izvir ionov je zasnovan tako, da omogoča uporabo različnih ionizacijskih tehnik, kot so ionizacija z elektroni (Electron Ionization-El), kemijska ionizacija (Chemical Ionization-CI) in neposredna kemijska ionizacija (Desorptive Chemical Ionization DCI), FAB in ionizacija s hitrimi atomi s konstantnim pretokom (Continuous Flow FAB, CF-FAB).

Z izbiro ustrezne ionizacijske tehnike lahko analiziramo tudi polarne in termično nestabilne organske spojine. Konstrukcija izvira ionov v AutospecQ dovoljuje hitro menjavo izvirov ter njihovo čiščenje ali zamenjavo katode.

5.2 Elektronski in regulacijski sistem masnega spektrometra AutospecQ

Masni spektrometer AutospecQ upravljamo z elektronskimi enotami, ki so vodene računalniško preko treh mikroprocesorjev vmesnika. Mikroprocesor izvira ionov usklajuje delovanje izvira in vakuumskega sistema. Z drugim mikroprocesorjem kontroliramo delovanje magnetne enote, reguliramo spreminjanje polarnosti magnetnega polja za ione s pozitivnim in negativnim nabojem ter merimo gostoto magnetnega polja. Napajanje električnih sektorjev in elektronskih leč je vodeno z mikroprocesorjem, ki uravnava enoto za pot ionskega curka. V tej enoti je tudi napajalnik z nizko enosmerno napetostjo za nastavev položaja rež, delovanja relejev in napajanja grelnikov. Vmesna enota med računalnikom in masnim spektrometrom SIOS (Spectrometer Input Output System) ima precizijski digitalno-analogni pretvornik. Operacijski sistem z oznako OPUS, ki je naložen na delovni postaji Waxstation 3100 (Digital Equipment Corporation), je hitra in interaktivna programska oprema za masni spektrometer AutospecQ. OPUS opravlja dvojno nalogo: upravljanje in krmiljenje masnega spektrometra in interaktivno zajemanje ter obdelavo podatkov. Računalnik omogoča hitro procesiranje ionskih kromatogramov in masnih spektrov.

Računalnik posreduje rezultate v grafični obliki ali v tabelarnem zapisu. Masne spektre lahko interpretiramo z uporabo zbirke masnih spektrov NIST (National Institute of Standards and Technology, Washington, D.C.), ki vsebuje 50000 masnih spektrov organskih spojin. Iskalni sistem opravi primerjavo izmerjenega spektra s spektri referenčnih spojin v zbirki.

Obdelava masnih spektrov je velik problem, ki je rešljiv le z dovolj hitrimi in zmogljivimi računalniki. Že obsežna zbirka masnih spektrov NIST zavzema veliko pomnilniškega prostora v računalniku. Zahteva pa tudi iskalni program, ki omogoča hitro primerjavo spektra vzorca z referenčnim spektrom v zbirki.

5.3 Analitske sposobnosti masnega spektrometra

Pomembna značilnost masnega spektrometra Auto-specQ je njegova velika občutljivost, saj za meritev zadostuje že μg ali celo nekaj ng vzorca. Nasploh je masna spektrometrija analitska metoda, ki nam daje največ informacij o vzorcu ob najmanjši možni količini slednjega. To s pridom izkoriščamo v analitiki sledov nečistoč, strupov in aditivov npr. v zdravilih, pitni vodi in živilih. Hitro in ekonomično analiziramo le majhno količino vzorca. Ob uporabi drugih, manj občutljivih analitskih metod, bi morali predelati ustrezno večje količine preiskovane snovi.

Masna spektrometrija je nepogrešljiva v organski kemiji, biokemiji, kemiji okolja, geologiji in hidrologiji, farmacevtski in klinični kemiji, kemiji živil in pijač, kontroli poživil, kriminalistiki, sodni medicini, procesni

tehnologiji in na številnih področjih naravoslovnih raziskav.

6 Literatura

- /1/ J. R. Chapman, Practical Organic Mass Spectrometry, John Wiley & Sons, Chichester, 1985
- /2/ J. M. Miller, L. Z. Chen, Rapid Comm. Mass Spectrom., 6, (1992), 184
- /3/ A. M. Lawson, Mass Spectrometry, Walter de Gruyter, Berlin, 1989
- /4/ K. L. Bush, G. L. Gilsh, S. A. McLuckey, Mass Spectrometry/Mass Spectrometry, VCH Publishers, New York, 1988
- /5/ J. T. Borlakoglu, R. R. Dils, Chem. Br., 27, (1991), 815
- /6/ L. Zupančič-Kralj, J. Marsel, B. Kralj, D. Žigon, Analyst, 119, (1994), 1129

500 difuzijskih črpalk za tujega kupca v manj kot dveh letih

V obdobju reorganizacije se je na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) formiral nov oddelek z imenom, ki opredeljuje njegovo področje delovanja - **Vakuumski sistemi in komponente**. V manj kot dveh letih obstoja je bilo vloženih veliko naporov in osebne iniciative za pridobitev naročil in dela. Po razpadu Jugoslavije so za skupino, kakršna je, domače potrebe po storitvah s področja vakuumske tehnike postale premajhne. Zato so se njeni sodelavci odločili za dolgoročni cilj, ki ga še vedno gojijo, to je pridobiti si posel (razvoj, proizvodnja, servis ...) in ime tudi v tujini. Navezanih je že več stikov z uporabniki vakuumske opreme v Italiji in Nemčiji, ponudbe pa gredo tudi v Avstrijo, na Hrvaško in druge evropske države. Osnovni tehnološki sposobnosti oddelka sta odlična delavnica in izdelava hermetičnih spojev, predvsem s postopki varjenja (TIG in mikroplazma), niso pa jim neznane niti druge tehnologije iz bogate zakladnice znanja IEVT. Prvi njihovi izdelki so bili nekateri VV-ventili, male difuzijske črpalke in spojni elementi - vse iz nerjavnega jekla, zvarjeno po postopku TIG. Med večjimi in uspešnimi deli, ki so jih člani opravili v času svojega obstoja, naj omenimo predvsem naslednje:

- izdelava vodno hlajenega recipienta zvonaste oblike ($\phi 800 \times 1000$ mm) iz nerjavnega jekla za naparevalno napravo Balzers v Iskri Vega,
- popravilo tunelskega mikroskopa na IJS z reparaturnim varjenjem,
- izdelava difuzijskih črpalk $\phi 63$ iz nerjavnega jekla za italijansko firmo Galileo, delno po njihovih, delno že po svojih načrtih (322 kosov),
- razvoj difuzijske črpalke $\phi 100$ mm skupno z MZT (3 kosi),

- izdelava difuzijske črpalke $\phi 100$ mm za Galileo (130 kosov),
- izdelava difuzijske črpalke $\phi 63$ mm, izboljšana verzija, za Galileo (5 kosov),
- izdelava difuzijske črpalke $\phi 63$ mm, poenostavljena oblika, za Galileo (16 kosov),
- varjenje podsklopov različnih specialnih ventilov z mehovi in leak detekcija le-teh za IMP Trata d.o.o. (cca 4000 kosov),
- izdelava avtomatiziranega črpalnega sistema za istočasno merjenje treh difuzijskih črpalk (merilna metoda z zaslonko),
- zagon in meritve karakteristik difuzijske črpalke $\phi 650$ mm,
- izdelava različnih črpalnih sistemov po naročilu (več kot 10).

Mlada skupina, ki ji v zagnanosti daje zgled neumorni Marjan Drab, opravlja seveda še druga dela, kot npr. servis in zagone naprav, nudi pa tudi strokovno svetovanje. Še pred letom dni so se lotevali realizacije naročil po načelu "vse naredimo sami", sedaj pa že prehajajo na kooperantski način dela. Kljub recesiji na področju vakuumske tehnike jim je uspelo najti tržno nišo v prostoru Slovenije in sosednjih držav. Obvladujejo tako pilotno proizvodnjo kot tudi razvojno delo. Pri raziskavah in razvoju pričakujejo podporo MZT; v planu imajo razvoj ionskogeterske črpalke in sodelovanje pri gradnji slovenske linije tržaškega sinhrotrona. Skupina je aktivna tudi pri ustanavljanju Centra za vakuumsko tehniko in tehnologije - CVTT, kjer sta prednostni nalogi postavitve merilnega laboratorija in formiranje slovenskih standardov za področje vakuumske tehnike.

Andrej Pregelj