

УДК 543.07, 543.544.5.068.7

© А. А. Каюмов, И. В. Курнин, М. З. Мурадымов, Н. В. Краснов, А. В. Самокиш

СОПРЯЖЕНИЕ ЖИДКОСТНОГО ХРОМАТОГРАФА С ИОН-ДРЕЙФОВЫМ СПЕКТРОМЕТРОМ

В работе представлены результаты исследования системы сопряжения ЖХ—ИДС (жидкостного хроматографа с ион-дрейфовым спектрометром) с ортогональным электростатическим отклонением ионов, полученных методом электроспрей, при высоких скоростях распыления анализируемой жидкости (200–300 мкл / мин). Система обеспечивает стабильную работу аналитического комплекса ЖХ—ИДС без разделения потока жидкости из колонки жидкостного хроматографа.

Кл. сл.: электроспрей, ион-дрейфовый спектрометр, ввод пробы

ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия развитие химических и фармакологических аналитических задач в технологии и мониторинге загрязнений окружающей среды в значительной степени состояло в разработке и создании комплексных аналитических приборов, объединяющих устройства, базирующиеся на разных принципах разделения — газовой хроматографии (ГХ), жидкостной хроматографии (ЖХ), электрофореза (ЭФ) и детектирования компонентов пробы. Одновременно шло развитие способов ионизации проб, таких как электрораспыление (ЭР) и лазерная десорбция, обеспечивающих ионизацию и возгонку в газовую фазу молекул нелетучих лабильных веществ, ранее недоступных таким методам анализа, как масс-спектрометрия (МС) или ион-дрейфовая спектрометрия (ИДС). Прогресс исследовательских разработок привел к появлению серийных приборов, комбинирующих различные принципы разделения проб с усовершенствованными методами их ввода в масс-спектрометр. В настоящее время, например,

серийно выпускаются комплексы, объединяющие жидкостный хроматограф с масс-спектрометром через интерфейс, использующий электрораспыление при атмосферном давлении в качестве источника ионов.

Комплексные приборы с использованием ИДС уже нашли себе применение в варианте ГХ—ИДС; в частности такой прибор уже в течение нескольких лет эксплуатируется на МКС (международной космической станции) для анализа воздуха. В то же время приборы структуры ЖХ—ИДС до настоящего времени существуют только в качестве исследовательских лабораторных приборов. Из литературы [1–6] известно, что возможность использования электрораспыления (ЭР) для ввода проб в ИДС показана давно, еще в начале развития метода ЭР, однако расход растворителя на выходе обычных колонок ЖХ таков, что вызывает перегрузку спектрометра ИДС массой растворителя-элюента, конденсирующегося на элементах входного тракта спектрометра и дрейфовой зоны. Кроме этого, заряженные микрокапли, достигающие коллектора ион-дрейфового спектрометра, приводят к существенному зашумлению спектров.

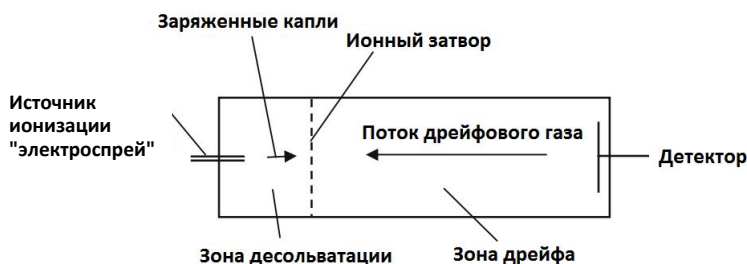


Рис. 1. Схема ИДС с источником ионизации "электроспрей"

Однако интерес к созданию комплексов ЖХ—ИДС сохраняется в силу необходимости расширения круга детекторов для ЖХ, ведется поиск технических решений, пригодных для создания таких комплексов. Актуальность создания комплексного прибора ЖХ—ИДС обусловлена тем, что, обладая преимуществами относительно низкой стоимости, простоты эксплуатации и малыми массогабаритными характеристиками, такой прибор мог бы заметно расширить возможности жидкостного хроматографа при решении конкретных аналитических задач.

Целью настоящей работы является разработка способа сопряжения ЖХ—ИДС для больших потоков распыляемой жидкости, позволяющего производить прямой ввод пробы из ЖХ-колонки в ИДС без разделения потока пробы и загрязнения элементов ИДС.

АНАЛИЗ СУЩЕСТВУЮЩИХ РЕШЕНИЙ

Основными компонентами системы ЭР—ИДС (рис. 1) являются источник ионов с электрораспылением (или "электроспрей"), труба дрейфа, состоящая из зоны десольватации, ионного затвора Бредбери—Нильсона, зоны дрейфа и ионного детектора — коллектора Фарадея [7].

Раствор с образцом при помощи шприцевого насоса подается в источник ионизации "электроспрей", где подвергается электрораспылению и инжектируется в зону десольватации. Такой способ ввода пробы позволяет проводить прямой анализ нелетучих органических и биологических веществ и избежать деструкции термолабильных образцов, обеспечивая их надежную идентификацию в виде молекулярных ионов. В зоне десольватации заряженные капли испаряются и распадаются во встречном потоке горячего (150 °С) дрейфового газа. Ионы, сформированные в процессе

электрораспыления, периодически пропускаются в зону дрейф-анализатора при помощи ионного затвора Бредбери—Нильсона. Оптимальные условия работы ион-дрейфового спектрометра с затвором Бредбери—Нильсона, обеспечивающие повышение разрешающей способности прибора, были исследованы в [8]. После разделения, основанного на ионной подвижности, ионы детектируются на коллекторе Фарадея, ионный ток усиливается и затем записывается в виде спектра ионной подвижности.

Главным недостатком данной системы является низкая скорость распыления раствора с образцом — 0.1–10 мкл / мин. Следствием увеличения скорости распыления более 10 мкл / мин в системе ЭР—ИДС является неполное испарение микрокапель и чрезмерная нагрузка ИДС парами растворителя, что является основным препятствием для создания серийных комплексов ЖХ—ИДС.

В известных из литературы технических решениях сопряжения ЭР—ИДС [9], ЖХ—ЭР—ИДС [10] для устранения влияния паров растворителя и микрокапель на спектры ионного дрейфа применены нагрев камеры ион-дрейфового спектрометра и противоток (по отношению к движению ионов) нагретого до высоких температур потока очищенного воздуха. Например, в работе [10] температура всего устройства поддерживается внешним термостатом на уровне 200 °С, а температура дрейфового газа в интервале 150–250 °С при расходе до 5 л / мин. При указанных условиях представленный комплекс не обеспечивает стабильности работы и периодически должен подвергаться процедуре очистки от загрязнений, возникающих вследствие оседания компонентов пробы на элементах устройства. Таким образом, по отношению к задаче создания ИДС-датчика для ЖХ, устройство [10] обладает недостатками, практически исключающими возможность его применения в этом качестве.

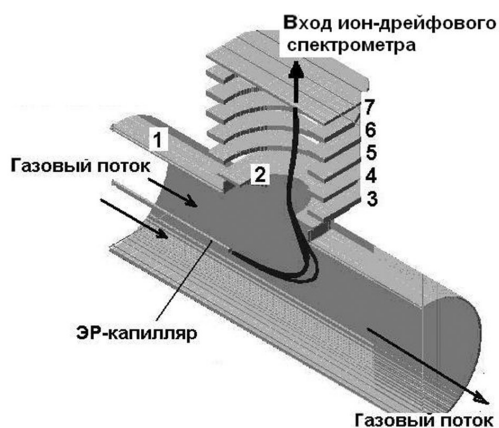


Рис. 2. Общий вид (в разрезе) устройства ортогонального ввода ионов в ион-дрейфовый спектрометр с характерными ионными траекториями.

1 — цилиндрический канал; 2 — входная диафрагма ион-дрейфового канала; 3–7 — электростатическая линзовая система

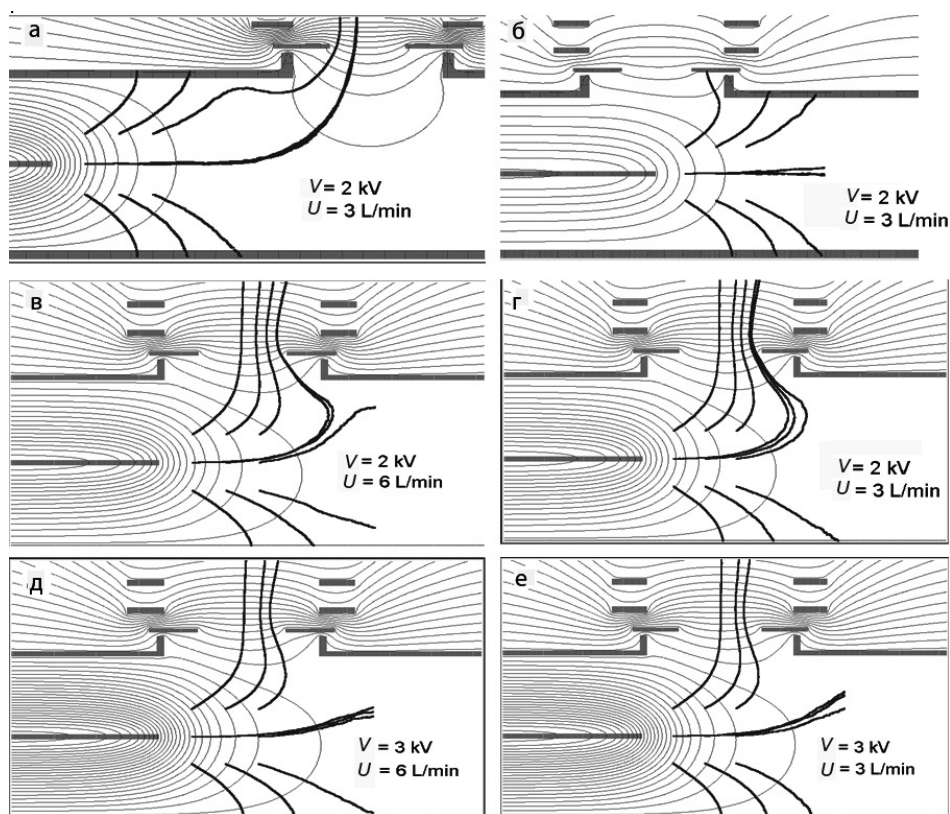


Рис. 3. Ионные траектории при удалении капилляра вглубь газодинамической трубки (а, б, г) и при изменении скорости U газового потока (прокачиваемого объема в л/мин) и разности потенциалов V между капилляром и вытягивающей диафрагмой входной системы спектрометра (в, г, д, е)

К ним относятся необходимость поддержания высокой температуры, что определяет значительные габариты и инерционность всего устройства, а самое главное, недостаточную эксплуатационную стабильность. Существенным недостатком для лабораторного прибора является и необходимость сброса больших объемов нагретого газа, содержащего все компоненты проб, и соответственно улавливание вредных примесей из состава растворителя и растворенных веществ.

В соответствии с этими аргументами предложено и реализовано новое конструктивное решение узла электрораспыления и ввода пробы в ион-дрейфовый спектрометр, а именно использование ортогонального электростатического отклонения ионов в камеру ион-дрейфового спектрометра.

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ УСТРОЙСТВА ОРТОГОНАЛЬНОГО ВВОДА ИОНОВ ИЗ ИСТОЧНИКА ИОНОВ ЭЛЕКТРОСПРЕЙ В ИОН-ДРЕЙФОВЫЙ СПЕКТРОМЕТР

Исходя из задачи по существенному снижению степени загрязнения входной системы ион-дрейфового спектрометра каплями растворителя при увеличении потока распыляемой жидкости, уменьшению шумов в регистрируемом спектре ионной подвижности и учитывая процессы образования заряженных частиц при электрораспылении [11],

предложено осуществить ортогональный ввод ионов с использованием Т-образного сочленения каналов, по которым организована транспортировка газа, микрокапель и ионов в ортогональном направлении относительно оси входа в ион-дрейфовый спектрометр и газа с ионами, поступающими соосно входу в спектрометр. Поскольку ионы можно эффективно отклонить электростатическим полем, а крупные заряженные капли более инерционны, то при наложении электрического поля ортогонально направлению газодинамического потока ионы будут сепарированы от значительной доли капель.

Размеры элементов устройства определяются диаметром дрейф-анализатора, который в нашем случае равен 30 мм. Общий вид (в разрезе) устройства ортогонального ввода ионов в ион-дрейфовый спектрометр с характерными ионными траекториями показан на рис. 2.

Моделирование динамики ионов, движущихся в газодинамическом потоке и электростатическом поле системы, проведено с помощью программы SIMION [12] и подпрограммы [8], которая позволяет моделировать динамику ионов в газе при атмосферном давлении с учетом их диффузии.

Ионы и крупные распыленные капли, образуемые в электроспрей-источнике, движутся в газовом потоке вдоль цилиндрического канала (трубки 1 на рис. 2). При атмосферном давлении со-

ставляющая скорости ионов, обусловленная газовым потоком, в нашей модели принимается равной скорости этого потока — U_{gas} . Перпендикулярно оси трубки располагается входной канал ион-дрейфового спектрометра. На входную диафрагму 2 (рис. 2) ион-дрейфового канала подается тянущий электростатический потенциал. За входной диафрагмой располагается линзовая система (3–7 на рис. 2). На ионы, увлекаемые газовым потоком, в области расположения входного отверстия ион-дрейфового канала действует и сила, обусловленная суперпозицией электростатических полей входной диафрагмы и ЭР-капилляра (E). Появляется составляющая скорости движения, определяемая коэффициентом подвижности иона k_0 : $U = k_0 E$. Таким образом, полная скорость движения иона будет складываться из движения в газовом потоке и движения в электростатическом поле входной системы — $U_{\text{ion}} = U_{\text{gas}} + k_0 E$. Коэффициент подвижности ионов полагается равным среднему значению коэффициента подвижности для большинства веществ — $2 \text{ см}^2 / (\text{В} \cdot \text{с})$ [13].

Расчетное значение потенциала входной диафрагмы 2 (рис. 2) относительно потенциала канала (1 на рис. 2), равного +4 кВ, составляет 120 В. Первый кольцевой электрод 3 (рис. 2) имеет потенциал 500 В относительно потенциала канала, на каждом последующем электроде происходит пошаговое падение потенциала на 100 В (потенци-

ал затвора Бредбери—Нильсена относительно потенциала канала составляет 1000 В). Напряжение на капилляре варьировалось от +2 до +3 кВ относительно потенциала канала. Таким образом, крупные распыленные капли сносятся газовым потоком дальше по каналу и тем самым не попадают во входную систему ИДС, а ионы затягиваются туда электрическим полем.

Пространственная структура струи при моделировании не учитывалась, однако вариация начальных координат ионов в окрестности ЭР-капилляра позволяет оценить эффективность трансмиссии ионов во входную систему ион-дрейфового спектрометра. Эффективность захвата ионов входной системой ИДС от положения торца ЭР-капилляра иллюстрируется на рис. 3, а, б, г. Результаты расчетов показывают, что оптимальное положение капилляра соответствует продольной координате кромки отверстия входной диафрагмы. При этом доля ионов, попадающая в ион-дрейфовый спектрометр, составляет 20–30 %. С удалением капилляра от входного отверстия потери ионов на стенках канала резко повышаются. На рис. 3, в, г, д, е, показаны траектории ионов в зависимости от скорости газового потока и разности потенциалов между капилляром и вытягивающей диафрагмой входной системы ИДС. Видно, что с увеличением потенциала на капилляре эффективность захвата ионов уменьшается, т. к.

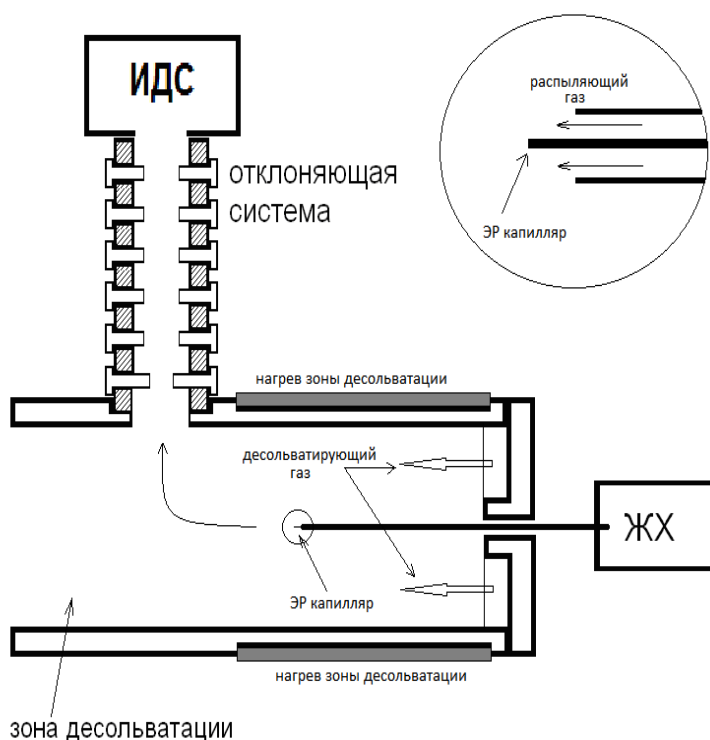


Рис. 4 Схема сопряжения жидкостного хроматографа с ИДС

воздействие тянущего поля по сравнению с электрическим полем распылительного капилляра на ионы ослабевает. Увеличение скорости газового потока (при увеличении объемного расхода газа с 3 до 6 л / мин) приводит к усилению сноса ионов потоком и, как следствие, к уменьшению ионного тока на входе в ИДС.

Результаты моделирования показали достаточную эффективность работы предложенного устройства. Проведенные расчеты дали возможность определить область оптимальных параметров системы, таких как положение ЭР-капилляра, напряжения на входной диафрагме, скорость газового потока (объемный расход газа).

Движение заряженных капель различных размеров в расчетах не рассматривалось, об эффективности сепарации ионов от капель судили по результатам эксперимента, представленным ниже.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

На рис. 4 показана схема сопряжения жидкостного хроматографа с ИДС. Для предотвращения загрязнения элементов ИДС конденсатом паров распыляемого растворителя, а также неиспарившимися микрокаплями ЭР-капилляр был вынесен за пределы ИДС и расположен перпендикулярно к оси отклоняющей системы. Интенсивность распыления исследуемых растворов и эффективность их испарения регулировались следующими параметрами: скоростью распыления исследуемого раствора (0–300 мкл / мин), расходом десольвати-

рующего газа (0–10 л / мин), температурой десольватирующего газа (23–250 °С), расходом распыляющего газа (0–3 л / мин), температурой зоны десольватации (23–90 °С), расстоянием между плоскостью среза капилляра и краем поворотной (ортогональной) системы.

ИДС, входящий в состав макета комплексного прибора ЖХ—ИДС, описан в [14]. Анализируемый раствор подавался либо при помощи поршневого шприцевого микронасоса фирмы Harvard Apparatus модель MA1 70-2208 с коммуникационной для соединения с капилляром ЭР или жидкостного хроматографа Милихром А-02 фирмы "Эконова" (г. Новосибирск). Зона десольватации представляет собой полость металлического цилиндрического канала, одновременно служащего противэлектродом для ЭР-капилляра. Внутренний диаметр канала составляет 30, длина 150 мм. На стенки канала подавалось напряжение +4 кВ. Напряжение на капилляре варьировалось от +6 до +7 кВ. Отклоняющая система представляет собой набор электродов в виде тонких металлических колец, изолированных друг от друга фторопластовыми кольцами. Внутренний диаметр первого электрода равен 15 мм, остальных электродов — 25 мм, толщина — 1 мм, расстояние между электродами — 4 мм. Данная система состоит из 6 электродов и имеет длину 30 мм. При помощи делителя в отклоняющей системе организовано постоянное электрическое поле, направляющее ионы от зоны ЭР к ИДС. Все потенциалы на электродах отклоняющей системы были выставлены согласно расчетным значениям.

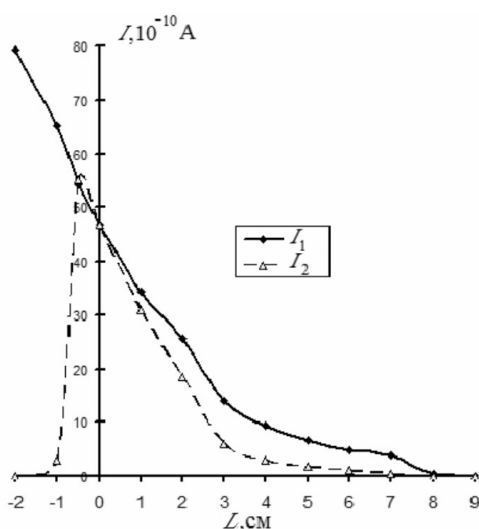


Рис. 5. Зависимость тока на выходе из зоны десольватации (I_1) и на входе в ИДС (I_2) в функции от положения ЭР-капилляра

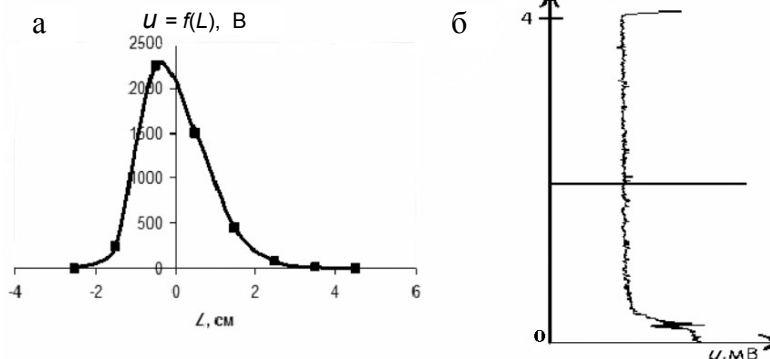


Рис. 6. Зависимость амплитуды целевого пика хроматограммы (ЦПХ) в спектре ионной подвижности от расстояния между ЭР-капилляром и кромкой отверстия входной диафрагмы отклоняющей системы (а); б — стабильность временной развертки амплитуды ЦПХ (t — длительность ввода пробы, u — амплитуда вершины целевого пика)

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ И АНАЛИЗА СПЕКТРОВ ИОННОЙ ПОДВИЖНОСТИ

Регистрация, обработка и представление данных проводились с помощью специально разработанного программного обеспечения. При регистрации сигнал с выхода усилителя датчика через 14-разрядный АЦП записывался в оперативную память управляющего компьютера с периодом регистрации точек спектра 10 мкс, а затем — в файл данных с кратностью усреднения спектра (1–100).

Обработка данных производилась на основе контроля альтернирующих значений величины производной от сигнала по времени. В первую очередь проводилась элиминация из общего массива данных спектров, загрязненных выбросами от отдельных капель. Остальной массив также на основе контроля величины производной анализировался на присутствие в спектре характерных пиков.

Полный массив регистрируемых данных ИДС-хроматограммы представлялся на дисплее компьютера в виде двумерного поля развертки по временам хроматографирования и дрейфа ионов. При этом амплитуда сигнала отображалась различными цветами. По заданию точек хроматографического поля представлялись соответственно спектр ионного дрейфа в указанное время хроматографирования и хроматограмма на заданной точке времени развертки дрейф-спектра.

СИСТЕМА ПОДАЧИ ПРОБЫ И ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ РЕАГЕНТЫ

В ходе экспериментов в качестве раствора использовалась смесь воды, ацетонитрила и муравьиной кислоты в различных пропорциях (ацетонитрил / вода / муравьиная кислота): (5 / 90 / 5), (47.5 / 47.5 / 5), (95 / 5 / 5). При работе с жидкостным хроматографом градиент концентрации ацетонитрила в растворе задавался программно (от 5 до 100 %). Полученные пределы обнаружения изученных веществ: цетилпиридин хлорид — $5 \cdot 10^{-7}$ М (0.17 мкг / мл); резерпин — $1 \cdot 10^{-5}$ М (6 мкг / мл); триптофан — $5 \cdot 10^{-6}$ М (1 мкг / мл); бутирилтиохолин — $5 \cdot 10^{-6}$ М (1.6 мкг / мл). При этом динамический диапазон составлял 40–150.

РЕЗУЛЬТАТЫ КОЛЛЕКТОРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ ТОКОВ

Для оценки эффективности отклоняющей системы были проведены коллекторные измерения

(рис. 5) токов ионов и неиспарившихся заряженных микрокапель, прошедших через зону десольватации (I_1) и отобранных в отклоняющую систему (I_2); измерения проводились соответственно на коллекторах 1 и 2 в режиме постоянной подачи элюента жидкостным насосом. Эффективность отбора ионов оценивалась долей отклоненного тока от общего тока. Экспериментальные зависимости токов (I_1) и (I_2) от положения электрораспыляющего капилляра представлены на рис. 5. Наблюдается зависимость величины отклоняемого тока от положения торца капилляра относительно кромки входа отклоняющей системы. Максимальное значение тока соответствует положению капилляра, выступающего за кромку примерно на четверть входного диаметра, что совпадает с теоретической оценкой. При этом доля отобранного в отклоняющую систему тока составляет до 50 %. Теоретическая эффективность отбора ионов в ИДС составляет 20–30 %. Расхождение между теоретической оценкой и экспериментальными измерениями можно объяснить тем, что в эксперименте не производились измерения тока, попадающего на стенки канала в зоне десольватации.

СПЕКТРЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ В КОМПЛЕКСЕ ЖХ—ИДС

При подсоединении вышеописанной системы ортогонального ввода к ИДС оптимальное положение капилляра, обеспечивающее максимальную амплитуду полезного сигнала в регистрируемом спектре ионной подвижности цетилпиридин хлорида, остается прежним (рис. 6, а), что подтверждает факт преимущественного отбора ионов, а не заряженных микрокапель. Стабильность полезного сигнала представлена временной разверткой амплитуды целевого пика (рис. 6, б).

Зависимость амплитуды полезного сигнала от расхода подаваемого элюента при разных значениях температуры стенки канала в диапазоне 30 – 90 °С слабо выражена и изменяется в пределах 2–3 раза.

Зависимость амплитуды сигнала от концентрации имеет область "насыщения" при высоких концентрациях использовавшихся для анализа веществ. При этом увеличение скорости подачи распыляемого раствора не оказывает заметного действия на величину сигнала. Определенные при испытаниях аналитические характеристики ион-дрейфового датчика близки к известным из литературы данным для лабораторных установок [15]. На рис. 7 представлен спектр подвижности С-пептида (1.2 мкг / мл). При работе с жидкостным хроматографом использовались смеси фенилаланин / тирозин и лейцин / изолейцин.

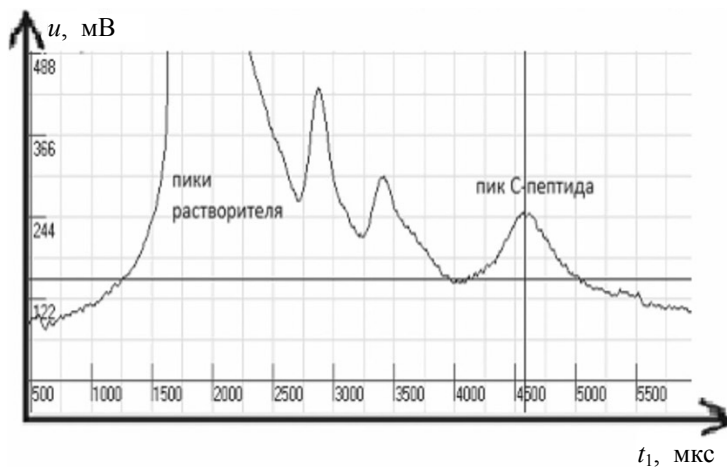


Рис. 7. Спектр подвижности для С-пептида (u — амплитуда пика, t_1 — время дрейфа иона)

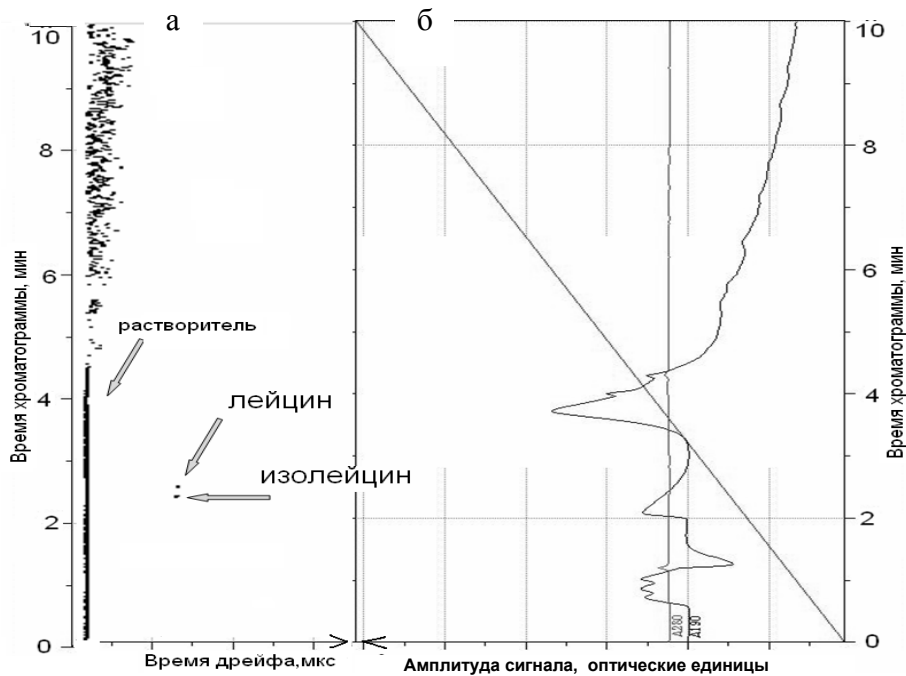


Рис. 8. Пример разделения изомеров (лейцин—изолейцин) в комплексе ЖХ—ИДС (а); двумерное представление сигнала ИДС — сигнал детектора хроматографа (б)

Поскольку в общем случае дрейфовые пики многих смесей веществ не могут быть разрешены в ИДС, то только в сочетании с предварительным хроматографическим анализом в комплексе ЖХ—ИДС возможно их разделение и идентификация. Для демонстрации эффективности работы комплекса ЖХ—ИДС было проведено сравнительное разделение смесей фенилаланин—тирозин и лейцин—изолейцин (рис. 8).

Смесь фенилаланин—тирозин разделялась

хроматографически и соответственно детектировалась ИДС, при этом время дрейфа ионов фенилаланина составило 2332 мкс, а тирозина — 2421 мкс. Особый интерес представляет разделение и идентификация изомеров лейцин—изолейцин. Синхронная временная развертка сигналов с детектора ИДС и с оптического детектора хроматографа для этой пары веществ соответственно представлена на рис. 8, а и б. Видно, что данная пара не разделяется хроматографически и только в

комплексе ЖХ—ИДС разделение возможно. Время дрейфа ионов изолейцина составило 2165 мкс, а лейцина — 2169 мкс, что отражено на рис. 8, а.

ВЫВОДЫ

В результате работ по созданию системы сопряжения жидкостного хроматографа с ион-дрейфовым спектрометром предложено ортогональное электростатическое отклоняющее ионы устройство, проведено компьютерное моделирование работы этого устройства, результаты которого подтверждены экспериментально. Они обеспечили:

– существенное упрощение за счет применения "ортогонального" ввода пробы конструкции всего аналитического узла (по сравнению с описанными в литературе лабораторными устройствами), а именно исключение необходимости термостабилизации аналитического узла при высокой температуре и подачи больших объемов горячего десольватирующего газа;

– возможность регистрации спектров ионного дрейфа жидких проб, подаваемых из жидкостного хроматографа "Милихром-А02", при непрерывной подаче пробы со скоростью до 200 мкл / мин, соответствующей штатному режиму работы хроматографа при применении метода электрораспыления как способа генерации ионов;

– возможность получения двумерных хроматограмм, отражающих разделение целевых веществ в пробах по 2 разным характеристикам (времени удержания на колонке и времени ионного дрейфа целевого вещества);

– относительно высокую кросс-селективность метода, обеспечивающую разделение близких по свойствам и химической структуре веществ, таких например, как лейцин и изолейцин, не разделяемых другими методами;

– исключение влияния проникающих в аналитический узел капель растворителя на регистрацию характерных пиков целевых веществ;

– устойчивость работы ион-дрейфового спектрометра в процессе хроматографирования, исключение необходимости восстановления ион-дрейфового датчика после длительной работы с устройством электрораспыления при больших расходах раствора.

В целом экспериментальные результаты продемонстрировали возможность создания нового детектора для жидкостной хроматографии. Его отличия: возможность анализа изомеров и веществ, не детектируемых другими типами детекторов; стабильность работы; простота конструкции; высокая воспроизводимость результатов;

отсутствие температурной зависимости и широкий рабочий диапазон скоростей потока элюента; возможность работы в комплексе с другими проточными детекторами.

Работа выполнялась в рамках государственного контракта по Федеральной целевой программе "Национальная система химической и биологической безопасности Российской Федерации (2009–2014 годы)".

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Александров М.Л., Галль Л.Н., Краснов Н.В. и др. Экстракция ионов из растворов при атмосферном давлении — новый метод масс-спектрометрического анализа // ЖАХ. 1984. Т. 39, № 9. С. 1596–1602.
2. Hill H.H. Jr., Siems W.F., Eatherton R.L. et al. Gas, supercritical fluid, and liquid chromatographic detection of trace organics by ion mobility spectrometry // Instrumentation for Trace Organic Monitoring / R.E. Clement, K.W.M. Siu, and H.H. Hill, Jr., Eds. Lewis Publishers. 1992. Ch. 4. P. 49–64.
3. Gieniec J., Cox H.L. Jr., Dole M. Enhanced electrospray ionization for mass spectrometry and ion mobility spectrometry // Conference on MS and Allied Topics. Dallas, TX, 1972. P. 216.
4. Smith R.D., Loo J.A., Loo R.R.O. et al. Hydrogen / Deuterium exchange electrospray ionization mass spectrometry: a method for probing protein conformational changes in solution // Mass Spectrom. Rev. 1991. V. 10. P. 359–451.
5. Smith R.D.; Loo J.A.; Loo R.R.O. et al. Combined ion mobility / time-of-flight mass spectrometry study of electrospray-generated ions // Mass Spectrom. Rev. 1992. V. 11. P. 434–443.
6. Shumate C.B., Hill H.H. jr. Coronaspray nebulization and ionization of liquid samples for ion mobility spectrometry // Anal. Chem. 1989. V. 61. P. 601–606.
7. Clinton A., Christopher K., Osgood M. et al. High resolution electrospray ionization ion mobility spectrometry // Int. J. Ion Mobil. Spec. 2009. V. 12. P. 33–37.
8. Курнин И.В., Самошкин В.А., Краснов Н.В. Моделирование работы ион-дрейфового спектрометра с затвором Бредбери—Нильсена // Научное приборостроение. 2010. Т. 20, № 3. С. 14–21.
9. Doug W., Yong H.C., Wan K. et al. Electrospray ionization ion mobility spectrometry // Anal. Chem. 1994. V. 66. P. 2348–2355.
10. Tadjimukhamedov F.K., Stone J.A., Papanastasiou D. et al. Liquid chromatography / electrospray ionization / ion mobility spectrometry of chlorophenols with full flow from large bore LC columns // International Journal for Ion Mobility Spectrometry. 2008. V. 11. P. 51–60.
11. Electrospray ionization mass spectrometry / R.B. Cole, ed. N.Y.: Wiley, 1997. 577 p/
12. Dahl D.A. SIMION 7 User's Manual. Idaho National

- Engineering Lab., 2000. 657 p.
13. Мак-Даниэль И., Мэсон Э. Подвижность и диффузия ионов в газах. М.: Мир, 1976. 422 с.
 14. Краснов Н.В., Паульс Я.И., Самокиш А.В. и др. Разрешающая способность ион-дрейфового спектрометра двойного последовательного разделения ионов с ионизацией коронным разрядом // Научное приборостроение. 2007. Т. 17, № 1. С. 40–48.
 15. Eiceman G.A., Karpas Z. Ion mobility spectrometry, second edition. CRC Press, London, N.Y., Singapore, 2005. 355 p.

*Институт аналитического приборостроения РАН,
Санкт-Петербург*

Контакты: Курнин Игорь Васильевич,
igor.kurnin@gmail.com

Материал поступил в редакцию: 14.05.2012

THE COUPLING OF LIQUID CHROMATOGRAPH WITH ION-DRIFT SPECTROMETER

A. A. Kayumov, I. V. Kurnin, M. Z. Muradymov, N. V. Krasnov, A. V. Samokish

Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg

The results of research of the coupling system of LC and IMS (liquid chromatograph with ion-drift spectrometer) with an orthogonal electrostatic deviation of ions, received by electrospray method, at high sputtering rates of analyzed liquid (200–300 $\mu\text{L} / \text{min}$) in this work are presented. The system provides the steady operation of analytical complex of LC-IMS without dividing of liquid flow from the column of the liquid chromatography.

Keywords: electrospray, ion-drift spectrometer, sample inlet