

Abstrakt

Kvantifikace majoritních složek metodou plynové chromatografie s plamenově ionizačním detektorem (GC-FID) je zavedena v běžné laboratorní praxi. Detektor FID je považován za univerzální detektor pro plynovou chromatografii (GC), ale neposkytuje odezvu pro celou řadu látek a tento detektor poskytuje pouze kvantitativní data. Spojení plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií je silným analytickým nástrojem, který poskytuje nejen kvantitativní data, ale i kvalitativní data o identitě látek. Při kvantifikaci metodou GC-MS je někdy problémem saturace detektoru, jelikož se jedná o detektor vysoce citlivý (na úrovni ppb). Jedním ze způsobů, jak zamezit přetížení detektoru je výrazné naředění roztoků, což způsobuje snížení mezí detekce a stanovitelnosti metody. Dalším přístupem, jak obejít saturaci detektoru je např. přerušování detekce během eluce rozpouštědla. Pro kvantifikaci majoritních složek roztoků lze aplikovat pouze první ze způsobů, jak saturaci detektoru obejít, ale jedná se o proces náročný na laboratorní práci, který zvětšuje nejistotu měření. Přerušování detekce při eluci rozpouštědla není pro účely kvantifikace majoritních složek použitelný, proto byl navrhnout a následně ověřen nový přístup kvantifikace majoritních složek roztoků pomocí M+1 iontů. Tyto ionty jsou měřeny díky přítomnosti těžkých nuklidů běžných prvků, především uhlíku ^{13}C , jehož přírodní výskyt se pohybuje okolo 1,07 %. Kvantifikací těchto iontů dojde k výraznému snížení signálu majoritních složek a obejde se tak problém se saturací detektoru. Pro vyhodnocení kvantitativní GC-FID a GC-MS analýzy byla použita metoda externího standardu, kdy byl obsah majoritních složek v roztocích určován z rovnice regrese kalibrační křivky. Dále byla navržena metoda kvantifikace pomocí modifikované závislosti podílu ploch píků složek ku podílu hmotnostních zlomků jednotlivých složek. Pro přípravu kalibračních roztoků majoritních složek a porovnání metrologických vlastností GC-MS s GC-FID bylo zvoleno 8 párů běžně používaných rozpouštědel a pro demonstraci použitelnosti nově vyvíjené metody v praxi byl stanoven obsah ethanolu v 17 alkoholických nápojích.