

К 140-летию корпорации SHIMADZU: аналитическое оборудование для фармацевтической отрасли

Часть 5. Приборы для спектрометрии

В 2015 г. исполнилось 140 лет японской приборостроительной корпорации SHIMADZU – ведущему мировому производителю лабораторного аналитического оборудования. Это оборудование с успехом используется в различных отраслях, причем фармацевтическая отрасль является самым крупным пользователем продукции SHIMADZU. Аналитические приборы этой компании работают на 242 предприятиях Украины, в том числе на 44 фармацевтических предприятиях, а их общее количество превышает 700 комплектов. Поскольку ассортимент продукции, выпускаемой корпорацией SHIMADZU, очень широк, мы публикуем обзор аналитических приборов по частям. Четыре предыдущие статьи (выпуски №№ 2, 3, 5 и 6 за 2015 г.) были посвящены соответственно жидкостным хроматографам, газовым хроматографам, жидкостным хромато-масс-спектрометрам и масс-спектрометрам MALDI-TOF. В данном выпуске представлен обзор приборов для оптической и рентгеновской спектрометрии.



Фото № 1. Спектрофотометр SHIMADZU УФ-видимого диапазона модели UV-1800

А. Б. Сухомлинов,
директор компании
«ШимЮкрейн»

Среди спектральных приборов наиболее распространенными в аналитической практике являются молекулярно-абсорбционные спектрофотометры УФ-видимого диапазона. Корпорация SHIMADZU выпускает несколько моделей приборов этой категории, причем три из них успешно применяются в фармацевтической отрасли для решения аналитических задач. Наибольшей популярностью пользуется двухлучевой спектрофотометр с узкой фиксированной (1 нм) спектральной полосой пропускания (СПП) модели UV-1800 (фото № 1). Этот прибор разработан специально для лабораторий, выполняющих фармакопейный анализ. Обладая широким фотометрическим диапазоном (от -4 до 4 Abs.) и хорошей воспроизводимостью длины волны ($\pm 0,1$ нм), он позволяет не только проводить с высокой точностью рутинные фотометрические измерения, но и выполнять разработку и адаптацию методик в исследовательских лабораториях.

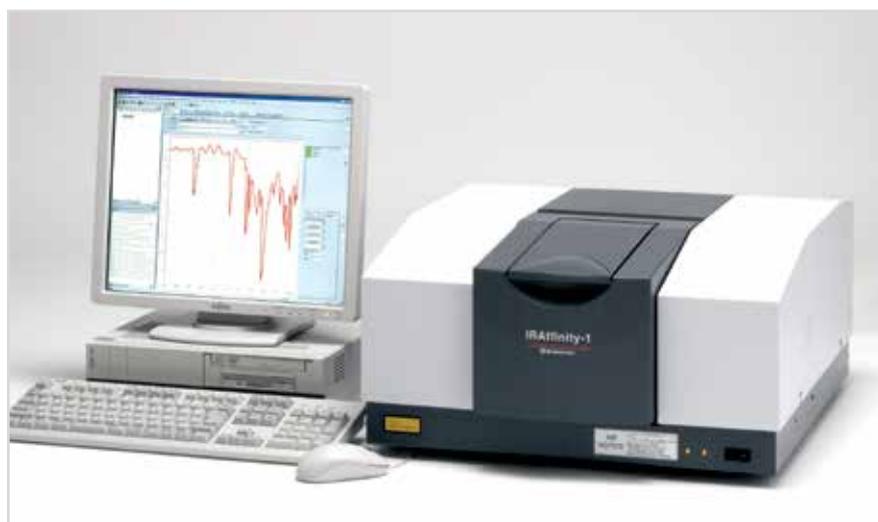


Фото № 2. ИК-Фурье спектрофотометр SHIMADZU модели IRAffinity-1

При определении компонентов, характеризующихся относительно широкими полосами поглощения, часто достаточно использовать однолучевую модель UV-1280 с широкой фиксированной (5 нм) спектральной полосой пропускания. При необходимости измерять спектры, состоящие из большого количества узких полос, применя-

ют высокоразрешающие приборы с переменным значением спектральной полосы пропускания. В настоящее время для этой цели выпускаются приборы моделей UV-2600, UV-2700 и UV-3600. В лабораториях предприятий фармацевтической отрасли из приборов этой группы чаще всего применяют спектрофотометр UV-2600, который имеет переменное значение спектральной полосы пропускания СПП, регулируемое в пределах от 0,1 до 5 нм.

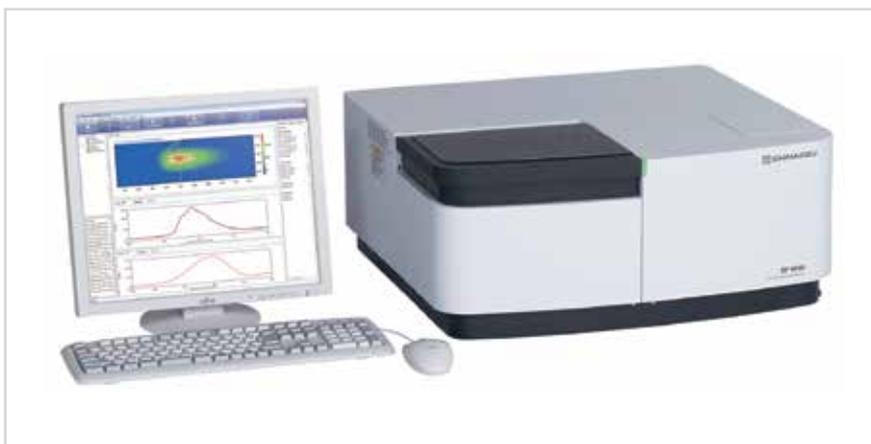


Фото № 3. Спектрофлуориметр SHIMADZU модели RF-6000

Для молекулярной абсорбционной спектрофотометрии в ИК-диапазоне корпорация SHIMADZU выпускает две модели приборов с преобразованием Фурье. Чаще всего применяют модель IRAffinity-1 (фото №2), которая имеет традиционный спектральный диапазон ($350 - 7800 \text{ см}^{-1}$), что вполне достаточно для абсолютного большинства фармакопейных измерений. В том случае, когда необходимы измерения в расширенном диапазоне, используют спектрофотометр модели IRTracer-100, способный работать в диапазоне от 240 до $12\,500 \text{ см}^{-1}$. Оба указанных прибора могут быть укомплектованы различными принадлежностями, применяемыми в зависимости от агрегатного состояния пробы. При проведении фармакопейного анализа, например, часто используют метод прессования пробы в таблетки из калия бромида. Для жидких проб, как правило, применяют разборные кюветы или кюветы постоянной толщины с окнами из калия бромида либо другого подходящего материала. Для реализации метода НПВО предлагаются различные конструкции специальных кювет, позволяющие анализировать как твердые, так и жидкие пробы. При работе на спектрофотометрах ИК-диапазона серьезную помощь аналитику могут оказать библиотеки ИК-спектров. Такие библиотеки обычно составляются для задач каждой конкретной отрасли, в том числе и для фармацевтической.



Фото № 4. Атомно-абсорбционный спектрометр SHIMADZU модели AA-7000

Для работы в режиме молекулярной флуоресцентной спектрофотометрии корпорация SHIMADZU предлагает спектрофлуориметр модели RF-6000 (фото № 3). Прибор имеет высокую чувствительность (отношение сигнал / шум для Рамановской линии воды – не менее $1000 : 1$) и широкий линейный диапазон, что позволяет проводить надежное измерение по градуировочной зависимости для концентраций, различающихся на несколько порядков.

К инструментальным методам элементного анализа в фармацевтической отрасли обычно относят атомно-абсорбционный анализ, атомно-эмиссионный анализ, а также относительно недавно введенный в практику фармакопейного анализа метод рентгенофлуоресцентной спектрометрии (см. раздел 2.2.37 Европейской Фармакопеи). Корпорация SHIMADZU выпускает приборы для всех трех указанных методов анализа.

Из двух моделей атомно-абсорбционных спектрофотометров (AA-6200 и AA-7000) для решения задач фармацевтической отрасли наиболее эффективным является прибор модели AA-7000 (фото № 4). Это двухлучевой прибор, объединяющий две системы атомизации – атомизацию в пламени и электротермическую атомизацию. Автоматическая смена атомизаторов и юстировка их позиций обеспечивают точный и высокочувствительный анализ проб на содержание большого числа элементов. Возможность использования двух типов пламени – стандартного «ацетилен-воздух» и высокотемпературного «ацетилен-закись азота» расширяет перечень определяемых элементов. Высокочувствительный электротермический атомизатор предназначен для определения следовых количеств элементов. Конструкция печи, прецизионный контроль температуры и компьютерный контроль газовых потоков обеспечивают повышенный срок службы графитовой кюветы – более 2000 циклов атомизации хрома в кислых растворах ($0,1\% \text{ HNO}_3$) при температуре $2800 \text{ }^\circ\text{C}$. Полностью автоматизированные измерения без участия оператора возможны благодаря наличию блока автоматического ввода пробы ASC / AСК-7000. Он позволяет также в автоматическом режиме проводить калибровку, рекалибровку, серийные разбавления проб до соответствия диапазону калибровки и инжектирование суспензий. В приборе AA-7000 применяются два типа коррекции фона – метод коррекции по дейтериевой лампе (D_2 -метод) и метод высокоскоростной коррекции по самообращенной линии (SR-метод или метод Смита-Хифти). Использование этих методов позволяет нивелировать влияние практически любой матрицы на результат анализа.

Важно отметить, что атомно-абсорбционный метод имеет недостаток, связанный с тем, что все измерения выполняются последовательно. Поэтому анализ одной пробы с большим числом определяемых компонентов в одной пробе занимает много времени. Преодолеть этот недостаток удается с

помощью приборов для выполнения атомного анализа, принцип работы которых основан не на атомной абсорбции, а на атомной эмиссии. В настоящее время в лабораториях фармпредприятий многокомпонентные пробы, представляющие собой растворы (причем растворителем может служить как вода, так и органический растворитель), все чаще анализируют с использованием атомно-эмиссионных спектрометров с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-спектрометров), на которых измерения концентраций всех определяемых компонентов выполняются одновременно.

Для этой цели корпорация SHIMADZU выпускает ИСП-спектрометры серии ICPE-9800. Серия включает модель ICPE-9810 (фото № 5) с вертикальным расположением горелки с аксиальным наблюдением плазмы и модель ICPE-9820 с вертикальным расположением горелки с двойным (аксиальным и радиальным) наблюдением плазмы. Для приборов серии ICPE-9800 характерны пониженное потребление аргона (а также возможность использования не особо чистого аргона, а аргона стандартной чистоты 99,95 %) и быстрый переход к режиму измерения после включения прибора. Приборы данной серии отличаются высокой чувствительностью (определение большинства элементов на уровне 1 – 10 ppb и ниже) и широкий диапазон линейности (5 – 6 порядков), что позволяет надежно измерять как наиболее низкие, так и высокие концентрации. Высокая точность измерений обеспечивается благодаря применению специальной базы данных, учитывающей взаимное влияние спектральных линий всех компонентов пробы (как измеряемых, так и фоновых).

У обоих отмеченных выше методов атомного оптического анализа есть одно общее свойство, которое в ряде случаев делает их неудобными. Речь идет о необходимости перевода в раствор исходной пробы. В том случае, когда возможность проведения анализа пробы именно в исходном виде, независимо от его агрегатного состояния, является очень важной, применяют метод



Фото № 5. Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой SHIMADZU модели ICPE-9810



Фото № 6. Рентгенофлуоресцентный спектрометр SHIMADZU модели EDX-8000

рентгенофлуоресцентной спектрометрии. Для реализации этого метода корпорация SHIMADZU выпускает приборы двух типов – волнодисперсионные и энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры. Известно, что спектрометры первого типа имеют преимущество в сравнении с приборами второго типа, которое заключается в возможности определения более легких элементов, а также в чувствительности анализа. Так, например, с помощью волнодисперсионного спектрометра модели XRF-1800 можно определять элементы начиная с бериллия, а нижний предел измерения концентрации тяжелых металлов достигает сотых долей ppb. В то же время недавно разработанные фирмой SHIMADZU простые и удобные приборы энергодисперсионного типа (например, мо-

дель EDX-8000 – фото № 6) во многих случаях позволяют успешно решать стоящие перед пользователем аналитические задачи. Такой вывод можно сделать, исходя из следующих технических данных спектрометра EDX-8000. Диапазон определяемых элементов – от углерода до урана. Нижний предел измеряемых концентраций тяжелых металлов достигает 0,1 ppb. Тип анализируемых проб – твердые, порошкообразные, пастообразные, жидкие. При этом можно анализировать пробы достаточно больших размеров. Максимально допустимые размеры пробы: ширина – 300 мм, глубина – 275 мм, высота – 100 мм. Для работы детектора не требуется охлаждение его жидким азотом. ■

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

Контактная информация:

ООО «ШимЮкрайн»

Украина, 01042, г. Киев,
ул. Чигорина, 18, офис 428/429.

Телефоны/факсы:
+380 (44) 284-24-85,
284-54-97,
390-00-23.

shimukraine@gmail.com,
www.shimadzu.ru,
www.shimadzu.com

