

Аналитическое оборудование SHIMADZU для фармацевтической отрасли. Обзор

Часть 1. Абсорбционные и флуоресцентные молекулярные спектрометры УФ-Вид-БИК-диапазона



Сухомлинов А.Б., директор компании «ШимЮкрейн»

Аналитическое оборудование производства японской приборостроительной корпорации SHIMADZU хорошо известно на фармацевтических предприятиях Украины. Большое количество уже установленных там приборов (более 320 комплектов) и постоянные запросы нового оборудования SHIMADZU иллюстрируют возросший интерес к нему у специалистов отрасли.

Для предоставления информации о возможностях оборудования и по случаю недавно отмеченного 25-летия прямых поставок в Украину принято решение опубликовать обзор аналитического оборудования производства SHIMADZU для фармацевтической отрасли. В данном выпуске журнала публикуется первая часть этого обзора.

Спектральное оборудование является самым распространенным видом оборудования, применяемым в аналитической лаборатории, в том числе и в фармацевтической отрасли. При этом наибольшая доля спектрального оборудования приходится на приборы молекулярной спектроскопии в ультрафиолетовом, видимом и ближнем инфракрасном диапазонах. Это обусловлено широким кругом аналитических задач, решаемых с помощью приборов этого вида. Поскольку условия спектральных измерений при решении различных аналитических задач заметно отличаются, технические параметры используемых при этом приборов также весьма различны. Корпорация SHIMADZU выпускает несколько моделей спектрометров этого типа, что дает возможность аналитику выбрать подходящую модель, оптимально соответствующую его задачам.



Фото № 1. Спектрометр UV-1900

Из технических параметров, которые необходимо принимать во внимание при выборе модели молекулярного спектрометра УФ-Вид-БИК-диапазона, важнейшими являются следующие: рабочий диапазон длин волн; значение (фиксированное или переменное) спектральной полосы пропускания (СПП); фотометрический диапазон; воспроизводимость длины волны; фотометрическая точность и уровень рассеянного излучения. В ряде случаев необходимо принимать во внимание конструкционные особенности прибора в части возможности использования специальных приставок для измерения твердых и порошкообразных проб.

Среди молекулярных абсорбционных спектрометров наиболее распространен класс приборов с фиксированной СПП, имеющей значение 1 нм. Эти приборы относительно просты, удобны в работе и обеспечивают надежное решение многих аналитических задач. В настоящее время корпорация SHIMADZU в данном классе приборов выпускает модель UV-1900 (фото № 1). Это двухлучевой прибор, в котором использован монохроматор Черни-Тернера с дифракционной решеткой. Рабочий диапазон составляет 190 – 1100 нм. Высокое качество оптики обеспечивает хорошую воспроизводимость фотометрических измере-

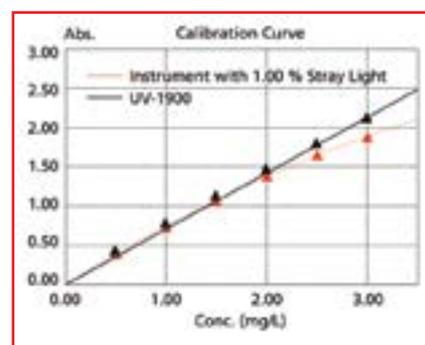


Фото № 2. Влияние рассеянного света на линейность градуировочной зависимости

ний, которая гарантированно не превышает 0,0002 Abs при 0,5 Abs и 1,0 Abs, но практически всегда составляет 0,0001 Abs при 0,5 Abs и 1,0 Abs. Такое значение воспроизводимости позволяет выполнять точные количественные измерения даже в случае очень разбавленных проб. Уровень шума гарантированно не превышает 0,00005 Abs при 700 нм, но практически всегда меньше 0,00003 Abs.

Одним из важнейших критериев оценки качества спектрофотометра, предназначенного для фармакопейного анализа, является уровень рассеянного излучения при 198 нм (тест с использованием раствора калия хлорида). Численным выражением этого критерия является значение уровня рассеянного излучения, равное 1%. В новом спектрофотометре



Фото № 3. Спектрометр UV-2700



Фото № 4. Спектрометр UV-3600Plus

модели UV-1900 производства SHIMADZU данный показатель имеет значение 0,5%. Это значение является наилучшим среди современных спектрофотометров УФ-видимого диапазона класса 1 нм-СПП, поскольку все приборы данного класса других производителей имеют значение 1%.

Практическая важность указанного преимущества прибора UV-1900 в значении уровня рассеянного света может быть проиллюстрирована следующим примером. Известно, что критерий 1% для рассеянного света установлен в целях подтверждения возможности проводить точные измерения в области коротких длин волн, где линейность градуировочных зависимостей часто нарушается уже при значении оптической плотности менее 1 Abs из-за рассеянного света. Прибор UV-1900 обеспечивает надежное измерение даже при 2 Abs. На фото № 2 изображены градуировочные зависимости для растворов уксусной кислоты в диапазоне концентраций от 0 до 3 мг/л, что соответствует диапазону оптической плотности от 0 до 2 Abs. Фотометрические измерения проводили при длине волны 200 нм. Красным цветом показана градуировочная зависимость для прибора с уровнем рассеянного света 1%. Эта зависимость становится нелинейной уже при значении оптической плотности около 1,5 Abs. Черным цветом показана градуировочная зависимость для прибора UV-1900 (уровень рассеянного света 0,5%), которая оста-

ется линейной даже при значении оптической плотности 2 Abs. Это позволяет проводить надежные количественные измерения в ультрафиолетовой области спектра даже при повышенных концентрациях измеряемого компонента пробы.

Надежность измерений на спектрофотометре UV-1900 обеспечивается также комплексом других технических характеристик. Воспроизводимость значения длины волны составляет 0,1 нм, максимальная величина фотометрического диапазона – 4 Abs, а стабильность базовой линии не превышает 0,0003 Abs/ч при 700 нм.

Особое внимание хотелось бы обратить на значение максимальной скорости сканирования спектра на приборе UV-1900. Это значение составляет 29 000 нм/мин, что является наивысшим показателем среди всех аналогичных спектрофотометров. Благодаря этому преимуществу прибора UV-1900 можно не только сократить время записи спектров до секунды и даже долей секунды, но также проследить ход очень быстрых химических реакций, фиксируя изменения спектра в широком диапазоне.

Корпорация SHIMADZU выпускает также несколько моделей молекулярных абсорбционных спектрометров исследовательского класса, особенностью которых является регулируемая величина СПП, причем минимальное ее значение составляет 0,1 нм. Речь идет о моделях UV-2600, UV-2700, UV-3600Plus и UV-3700. Наиболее простым прибо-

ром такого типа является UV-2600, значения СПП для которого находятся в диапазоне от 0,1 до 5 нм, доля рассеянного света составляет < 0,005%, а величина фотометрического диапазона – от -5 до 5 Abs. Что касается величины спектрального диапазона, то в стандартном варианте он составляет 185 – 900 нм, но может быть расширен до 1400 нм. Для анализа проб с низким пропусканием света рекомендовано использовать прибор UV-2700 (фото № 3). Он оборудован двумя монохроматорами, вследствие чего фотометрический диапазон увеличен до 8,5 Abs (пропускание 0,000001%), а доля рассеянного света составляет 0,00002%.

Уникальный по своим возможностям прибор модели UV-3600Plus (фото № 4) редко используют для рутинных аналитических измерений, но он незаменим при исследовании спектральных характеристик молекул различной природы, а также при определении свойств оптических материалов. Прибор имеет в своем составе двойной монохроматор и три детектора (PMT, InGaAs и PbS), что дает возможность регистрировать сигналы в диапазоне от 185 до 3300 нм. Регулируемая ширина СПП позволяет устанавливать значения от 0,1 до 32 нм. Величина фотометрического диапазона изменяется от -6 до 6 Abs. Доля рассеянного света составляет 0,00005%.

Близким по основным характеристикам к прибору UV-3600Plus явля-



Фото № 5. Спектрофлуориметр RF-6000



Фото № 6. Приставка термостатирования кювет TCC-100

ется спектрометр UV-3700. Для него набор возможных значений СПП, как и для модели UV-3600, составляет от 0,1 до 32 нм, доля рассеянного света – также 0,00005%. В то же время за счет устройства продувки азотом в приборе UV-3700 спектральный диапазон значительно расширен в сторону коротких длин волн, захватывая область так называемого «глубокого» ультрафиолета (DUV). В итоге общий спектральный диапазон составляет 165 – 3300 нм. Второй особенностью данного прибора является повышенная вместимость отсека для анализируемых проб, позволяющего разместить образец длиной до 700 мм, шириной до 560 мм и высотой до 40 мм. Измеряемой поверхностью является квадрат размером 310 x 310 мм. Образец может перемещаться по двум координатам и вращаться. Вертикальное расположение луча в отсеке для проб обеспечивает возможность подробного локального исследования крупногабаритных проб.

Другой разновидностью молекулярных спектрометров УФ-Вид-БИК-диапазона являются приборы, с помощью которых анализ проводится по спектрам флуоресценции (эти приборы чаще всего называют спектрофлуориметрами). Выпускаемый в настоящее время корпорацией SHIMADZU спектрофлуориметр модели RF-6000 (фото № 5) характеризуется расширенным спектральным диапазоном 200 – 900 нм, переменной величиной СПП, составляющей

набор из шести значений от 1 до 20 нм. Высокая скорость сканирования (до 60 000 нм/мин) позволяет эффективно выполнять кинетические исследования, а высокая чувствительность (отношение сигнал / шум по Рамановской линии воды > 1000 : 1) – строить калибровочные зависимости для крайне низких концентраций, например, для флуоресцина при концентрации около 10^{-13} моль/л. Программное обеспечение предусматривает расчет квантового выхода и квантовой эффективности флуоресценции.

При использовании молекулярных спектрометров часто возникает необходимость термостатирования кювет. Существует несколько типов устройств для обеспечения термостатирования, однако в последнее время чаще всего с этой целью используют держатели кювет, термостатируемые с помощью элементов Пельтье. Наиболее распространенным устройством такого типа является приставка термостатирования кювет модели TCC-100 (фото № 6). Температурный контроль с помощью этого держателя осуществляется как для кюветы с пробой, так и для кюветы с раствором сравнения. Диапазон температурного контроля – от 7 до 60 °С, точность температурного контроля – 0,1 °С.

Следует добавить, что для лабораторий фармацевтических предприятий очень важным моментом является соответствие нормативным требованиям по валидации. Функции валидации обеспечивают выполнение проверки спектрометра в

соответствии с требованиями Европейской, Американской и Японской Фармакопей. В сочетании с программным обеспечением LabSolutions DB/CS соблюдаются все рекомендации FDA 21 CFR Часть 11 и PIC/S GMP.

Для применения в законодательно регулируемой сфере согласно ст. 3 Закона Украины «О метрологии и метрологической деятельности» молекулярные спектрометры производства SHIMADZU прошли процедуру соответствия требованиям технических регламентов. Для подтверждения права применения в законодательно регулируемой сфере при поставке каждого прибора пользователю выдается копия Декларации соответствия Техническому регламенту законодательно регулируемых средств измерительной техники, утвержденному ПКМУ от 13.01.2016 № 94. ■

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

Контактная информация:

**Генеральный дистрибьютор
аналитического оборудования
SHIMADZU в Украине и Республике
Молдова**

ООО «ШимЮкрайн»
Украина, 01042, г. Киев,
ул. Чигорина, 18, офис 428/429.
Телефоны/факсы:
+380 (44) 284-54-97; 284-24-85;
390-00-23
shimukraine@gmail.com
www.shimadzu.com.ua

