

Высокочувствительное определение органических токсикантов с помощью тандемных хромато-масс-спектрометров SHIMADZU

Надежное определение следов высокотоксичных органических соединений в различных объектах становится обычной аналитической задачей. Уже не только в экологических лабораториях, но и в лабораториях аналитического контроля на предприятиях фармацевтической и пищевой промышленности для решения задачи надежного определения следовых количеств органических токсикантов различной природы успешно используются газовые и жидкостные хромато-масс-спектрометры с тройным квадруполем (тандемные хромато-масс-спектрометры) производства японской приборостроительной корпорации SHIMADZU

А. Б. Сухомлинов,

директор компании «ШимЮкрейн»

В настоящее время в лабораторной практике широко применяются газовые и жидкостные хромато-масс-спектрометры с моноквадрольным масс-анализатором. Однако при решении задачи определения ряда органических соединений, имеющих высокую токсичность (по этой причине часто называемых супертоксикантами), выполнить надежное количественное измерение с использованием такого типа приборов не представляется возможным вследствие крайне низких значений их предельно допустимых концентраций. К категории супертоксикантов относятся полихлорированные дибензо-п-диоксины и дибензофураны, прежде всего 2,3,7,8-тетрахлор-дибензо-п-диоксин и 9 других наиболее близких ему по токсичности (коэффициент эквивалентной токсичности – в пределах от 0,1 до 1) дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов, количественное определение которых вплоть до июня 2014 г. было предписано проводить с помощью сложных и очень дорогих приборов для высокоразрешающей масс-спектрометрии (HRMS). Существовавшее в то время требование основывалось на том, что уверенность в надежном выделении сигнала малой величины может быть достигнута только при

использовании прибора категории HRMS. Однако возможности новейших масс-спектрометров с тройным квадруполем (TQ), в том числе приборов производства корпорации SHIMADZU, представленных в то время на мировом рынке в двух моделях: GCMS-TQ8030 и особенно GCMS-TQ8040 (фото № 1), уже тогда позволяли получать результаты анализа, по надежности не уступающие тако-

вым, полученным методом HRMS. После проведения нескольких серий специальных сравнительных испытаний комиссия по проектам нормативов пришла к выводу о равноправности применения приборов TQ и HRMS. В июне 2014 г. новый норматив вступил в силу. Таким образом, в настоящее время нормативно закреплена правомерность использования хромато-масс-спектрометров с тройным



Фото № 1. Измерение на газовом хромато-масс-спектрометре модели GCMS-TQ8040 производства корпорации SHIMADZU

квадруполом для проведения подтверждающего анализа различных матриц на содержание диоксинов и других высокотоксичных органических соединений.

С этого момента сфера использования хромато-масс-спектрометра GCMS-TQ8040 заметно расширилась. Высокие аналитические возможности этого прибора явились следствием сочетания ряда прогрессивных разработок в методологии и конструкции прибора, большая часть которых защищена патентами. В этом хромато-масс-спектрометре, например, успешно реализована новая патентованная система управления скоростью сканирования ASSP (аббревиатура от ее английского названия – Advanced Scanning Speed Protocol), позволяющая проводить сканирование диапазона масс со скоростью до 20 000 а.е.м. / с. Эта система за счет автомати-

ческой оптимизации напряжения на стержнях квадрупола обеспечивает быстрое сканирование спектра без резкого снижения чувствительности, что в обычных приборах происходит уже при скорости 10 000 а.е.м. / с. Новая патентованная технология UFsweeper дополнительно ускоряет ионы в соударительной ячейке, что обеспечивает высокую эффективность соударительной диссоциации (CID) и быстрый транспорт ионов во второй анализатор масс без потерь, а также препятствует накоплению продуктов фрагментации в ячейке и тем самым минимизирует уровень перекрестных помех (cross-talk). Это позволяет с высокой точностью определять следовые количества целевых соединений. Комбинация технологий ASSP и UFsweeper дает возможность добиться высочайшего уровня производительности тандемного масс-спектроме-

трического анализа: максимальная скорость GCMS-TQ8040 в режиме регистрации MRM-переходов составляет более 800 MRM-переходов в 1 с. Чувствительность анализа в режиме регистрации MRM на приборе GCMS-TQ8040 была заметно выше, чем на аналогичных приборах других производителей (значение соотношения сигнал / шум составляет более 8000 : 1 при ионизации EI, 100 фг OFN). Однако настоящим прорывом в разработке высокочувствительных систем явилось создание новой модели GCMS-TQ8050, появившейся на мировом рынке в сентябре 2016 г. Чувствительность этого прибора достигла такого уровня (значение соотношения сигнал / шум составляет более 40 000 : 1 при ионизации EI, 100 фг OFN), который позволяет выполнять определение супертоксиантов в различных видах проб при концентрациях, значительно более низких, чем их предельно допустимые значения.

Большую помощь пользователю прибора в практической работе оказывают созданные корпорацией SHIMADZU программные пакеты серии Quick Data Base, которые являются тематическими и направлены на решение конкретных прикладных задач. В настоящее время существуют пакеты «Pesticide Quick Data Base», «Environmental Quick Data Base», «Forensic Quick Data Base» и «Metabolite Mass Spectral Data Base». Каждый из указанных программных пакетов включает сохраненные условия анализа (методы), а в первых двух из перечисленных содержатся еще и калибровочные графики для всех соединений, включенных в пакет. Таким образом, благодаря высокой чувствительности и надежности результатов анализа с помощью хромато-масс-спектрометров с тройным квадруполом моделей GCMS-TQ8040 и GCMS-TQ8050 их преимущества проявляются как при идентификации, так и при количественном определении таких



Фото № 2. Измерение на жидкостном хромато-масс-спектрометре модели LCMS-8040 производства корпорации SHIMADZU

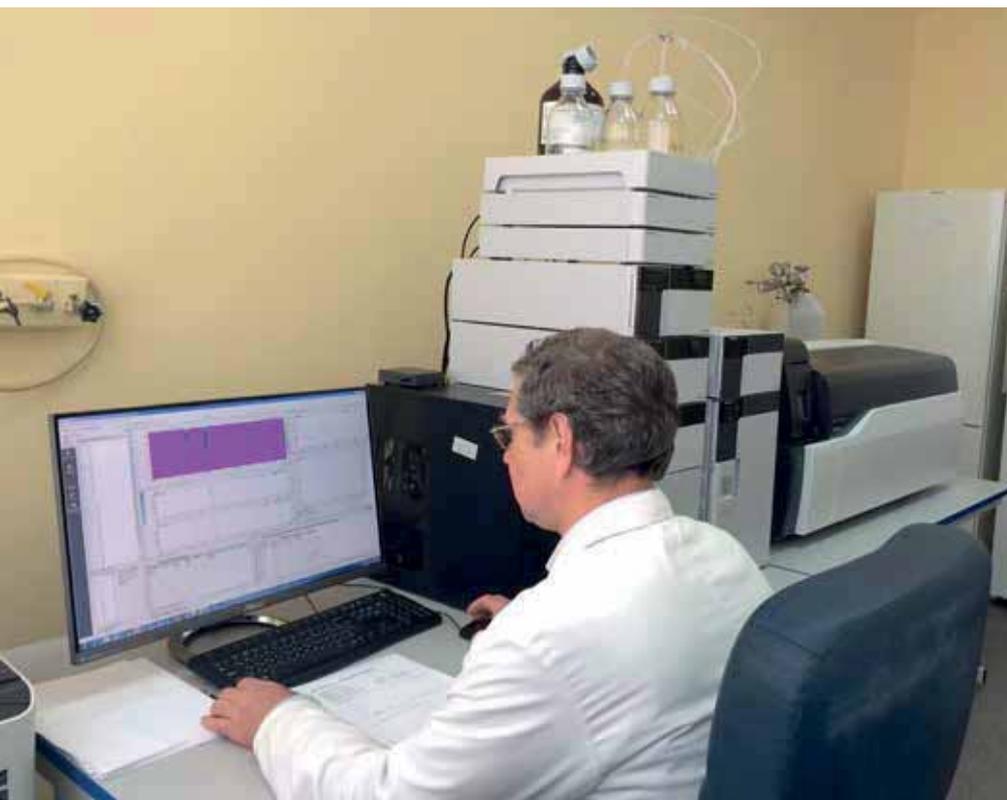


Фото № 3. Измерение на жидкостном хромато-масс-спектрометре модели LCMS-8050 производства корпорации SHIMADZU

органических соединений, наличие которых в пробе необходимо точно фиксировать даже при крайне низких их концентрациях. Это относится в первую очередь к высокотоксичным органическим соединениям. Характеристики указанных приборов позволяют также эффективно использовать их при проведении терапевтического лекарственного мониторинга.

Для определения следов антибиотиков и гормональных препаратов применяются, как правило, жидкостные хромато-масс-спектрометры с тройным квадруполом. Новые разработки корпорации SHIMADZU, в том числе дальнейшее усовершенствование соударительной ячейки, благодаря обновленной технологии UFSweeper™ II и UFSweeper III, позволило сделать еще более надежным анализ микропримесей. Эта технология впервые была реализована в тройном квадрупольном масс-спектрометре модели LCMS-8040 производства SHIMADZU (фото № 2),

который в настоящее время является самым распространенным прибором данного типа благодаря его эффективности, достаточно высокой чувствительности и ценовой доступности. Его основные характеристики таковы: максимальная скорость сканирования – 15 000 а.е.м. / с; скорость регистрации MRM-переходов – 555 MRM / с; время переключения режимов положительной и отрицательной ионизации – 15 мс. Для удобства пользователей с приборами могут быть поставлены готовые пакеты аналитических методик (Method Packages), которые избавляют пользователей от необходимости проведения ряда рутинных процедур по оптимизации условий хроматографического разделения и масс-спектрометрического измерения. Пакеты включают условия ВЭЖХ-разделения, значения времени удерживания, параметры идентификации хроматографических пиков, оптимизированные параметры режима

MRM для каждого определяемого соединения и шаблоны отчетов для вывода качественных и количественных результатов.

Для выполнения аналитических работ, требующих очень высокой чувствительности (например, при определении следов супертоксикантов в любых матрицах или обнаружении пептидов в биологических пробах на уровне 0,01 мг / л) необходимо использовать новые модели приборов SHIMADZU, конструкции которых еще более усовершенствованы и имеют целью достичь максимальной чувствительности. Модель LCMS-8050 (фото № 3) обладает более высокой чувствительностью (отношение сигнал / шум для 1 пг резерпина или 1 пг хлорамфеникола превышает 250 000 : 1), что наряду с такими характеристиками, как максимальная скорость сканирования 30 000 а.е.м. / с и время переключения режимов положительной и отрицательной ионизации 5 мс, позволяет решить практически все задачи, связанные с измерением следовых концентраций.

Самая новая модель LCMS-8060 производства корпорации SHIMADZU является непревзойденной по своей чувствительности (отношение сигнал / шум для 1 пг резерпина или 1 пг хлорамфеникола превышает 750 000 : 1) и является лучшим в мире прибором в категории тандемных жидкостных хромато-масс-спектрометров. ■

 **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

