

Приборы SHIMADZU для абсорбционной и флуоресцентной молекулярной спектроскопии

Сухомлинов А.Б., директор компании «ШимЮкрейн»

Большое количество аналитических задач, решаемых в лабораториях фармацевтической отрасли методами молекулярной спектроскопии, объясняет широкое распространение соответствующих приборов. При этом разнообразие решаемых задач требует использования спектрометрического оборудования, работающего в разных режимах измерения, в разных спектральных диапазонах и с различной разрешающей способностью. Продукция японской приборостроительной корпорации SHIMADZU отличается широким ассортиментом спектральных приборов для молекулярной спектроскопии, позволяющих сотрудникам лабораторий предприятий фармацевтической отрасли успешно решать все стоящие перед ними аналитические задачи.

В аналитических лабораториях фармацевтических предприятий чаще всего выполняют измерение спектров определяемых соединений по их собственному поглощению. Для этого удобно использовать спектрофотометр модели UV-1800 (фото № 1) с диапазоном 190 – 1100 нм и фиксированной величиной спектральной полосы пропускания (СПП), равной 1 нм, с большим запасом удовлетворяющим требования Фармакопеи в отношении разрешающей способности. По этой причине указанную модель уже на протяжении нескольких лет успешно используют в фармацевтической отрасли. Среди других характеристик данной модели следует отметить величину фотометриче-

ского диапазона (от -4 до 4 Abs). Если измерения проводятся по спектральным полосам поглощения, обусловленным цветными реакциями, достаточно использовать более широкую СПП, например, 5 нм, что характеризует более простой прибор модели UV-1280.

Начиная с 2018 г. в лаборатории фармацевтической отрасли поставляются приборы модели UV-1900 с фиксированной СПП, равной 1 нм (фото № 2), которая представляет собой улучшенный вариант спектрофотометра UV-1800. Спектрофотометр UV-1900 является двухлучевым прибором, в котором использован монохроматор Черни – Тернера с дифракционной решеткой. Превосходное качество оптики обеспечива-

ет высокую воспроизводимость фотометрических измерений, которая гарантированно не превышает 0,0002 Abs при 0,5 и 1,0 Abs, но практически всегда составляет 0,0001 Abs при 0,5 и 1,0 Abs. Такое значение воспроизводимости позволяет выполнять точные количественные измерения даже очень разбавленных проб. Уровень шума гарантированно не превышает 0,00005 Abs при 700 нм, но практически всегда ниже 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 данного критерия является значение уровня рассеянного излучения, равное 1 %. В новом спектрофотометре модели UV-1900 производства SHIMADZU этот показатель составляет 0,5 %, что 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



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



Фото № 2. Спектрофотометр УФ-видимого диапазона модели UV-1900

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 при значении оптической плотности менее 1 Abs из-за рассеянного света. Прибор UV-1900 обеспечивает надежное измерение даже при 2 Abs. Особое внимание хотелось бы обратить на значение максимальной скорости сканирования спектра на приборе UV-1900, составляющее 29 000 нм в 1 мин, что является наивысшим показателем среди всех аналогичных спектрофотометров. Указанное преимущество прибора UV-1900 позволяет не только сократить время записи спектров до 1 с и даже до долей секунды, но также проследивать ход очень быстрых химических реакций, фиксируя изменения спектра в широком диапазоне.

Корпорация SHIMADZU выпускает также несколько моделей молекулярных абсорбционных спектрофотометров исследовательского класса UV-2600, UV-2700, UV-3600 Plus и UV-3700, особенностью которых является регулируемая величина СПП, причем минимальное ее значение составляет 0,1 нм. Наиболее простой прибор такого типа – 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), который 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-3600 Plus редко используют для рутинных аналитических измерений, но он незаменим при исследовании спектральных характеристик молекул различной природы, а также при измерении свойств оптических материалов. Прибор имеет в своем составе двойной монохроматор и три детектора (PMT, InGaAs и PbS), что позволяет 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-3600 Plus является спектрофотометр UV-3700. Для него набор возможных значений СПП, как и для модели UV-3600, составляет от 0,1 до 32 нм, доля рассе-

янного света также равна 0,00005 %. В то же время за счет устройства продувки азотом в приборе UV-3700 спектральный диапазон значительно расширен в сторону коротких длин волн с захватом области 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. Измеряемая поверхность – 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 спектрального оборудования, в котором использован УФ-видимый диапазон спектра, являются приборы, с помощью которых анализ проводят по спектрам флуоресценции (эти приборы чаще всего называют спектрофлуориметрами). Выпускаемый в настоящее время корпорацией SHIMADZU спектрофлуориметр модели RF-6000 (фото № 4) характеризуется расширенным спектральным диапазоном 200 – 900 нм и переменной величиной СПП, составляющей набор из шести значений от 1 до 20 нм. Высокая скорость сканирования (до 60 000 нм / мин) позволяет

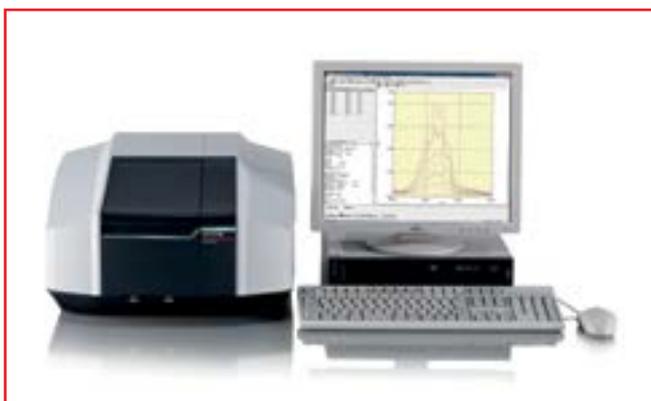


Фото № 3. Спектрофотометр УФ-видимого диапазона модели UV-2700



Фото № 4. Спектрофлуориметр модели RF-6000



Фото № 5. Спектрофотометр ИК-диапазона модели IRAffinity-1S



Фото № 6. Спектрофотометр ИК-диапазона модели IRSpirit

эффективно выполнять кинетические исследования, а высокая чувствительность (отношение сигнал : шум по Рамановской линии воды $> 1000 : 1$) – строить калибровочные зависимости для очень низких концентраций, например, для флуоресцеина при концентрации около 10 - 13 моль / л. Программное обеспечение предусматривает расчет квантового выхода и квантовой эффективности флуоресценции.

В настоящее время анализ по молекулярным спектрам в инфракрасном диапазоне, как правило, проводят с помощью ИК-спектрометров с преобразованием Фурье. В отличие от широко применяемых ранее дисперсионных конструкций, ИК-Фурье-спектрометры позволяют выполнять анализ не только быстро, но и с достаточно высокой чувствительностью, что обеспечивает возможность анализировать как традиционные твердые и жидкие, так и газообразные пробы. Корпорация SHIMADZU производит три модели ИК-Фурье-спектрометров. В лабораториях фармацевтических предприятий чаще всего используют модель IRAffinity-1S (фото № 5), который работает в классическом ИК-диапазоне от 7800 до 350 см^{-1} и не может быть перестроен на измерения в ближнем и дальнем ИК-диапазонах. В то же время характеристики этой модели достаточно высоки (соотношение сигнал : шум превышает 30 000 : 1, а максимальное разрешение составляет 0,5 см^{-1}), что позволяет выполнять эффективные измерения при решении абсолютно большинства аналитических за-

дач, за исключением ряда специальных задач, где требуются измерения в ближнем либо в дальнем ИК-диапазоне. Прибор может быть укомплектован различными принадлежностями, применяемыми в зависимости от агрегатного состояния пробы. В фармакопейном анализе, например, часто используют метод прессования пробы в таблетки из калия бромида. Для жидких проб чаще всего применяют разборные кюветы или кюветы постоянной толщины с окнами из калия бромида или другого подходящего материала. Для реализации метода НПВО существуют различные конструкции специальных кювет, позволяющие анализировать как твердые, так и жидкие пробы.

При необходимости выполнить измерения с расширением классического ИК-диапазона в ближнюю (вплоть до видимой) или в дальнюю область до 240 см^{-1} используют другую модель ИК-спектрометра производства SHIMADZU, а именно IRTracer-100. Этот прибор помимо отмеченной выше возможности расширения диапазона характеризуется более высокой чувствительностью (соотношение сигнал : шум превышает 60 000 : 1), а также лучшим разрешением (0,25 см^{-1}). Такая высокая чувствительность делает его еще более эффективным при работе с внешними системами, в том числе с ИК-микроскопом, необходимым при работе с микроколичествами пробы или при анализе мелких включений.

Представляет интерес недавно разработанная корпорацией

SHIMADZU компактная модель IRSpirit (фото № 6). Несмотря на малые размеры (390 x 250 x 210 мм), этот прибор имеет довольно большое кюветное отделение (200 x 140 x 100 мм), позволяющее размещать в нем все приставки, используемые в ИК-спектроскопии. Причем в зависимости от задач пользователя могут быть предложены не только приставки производства SHIMADZU, но и устройства, разработанные другими известными в мире производителями аксессуаров для ИК-спектроскопии. Новый прибор, несмотря на компактность, имеет высокие технические характеристики. Так, например, его чувствительность (соотношение сигнал : шум $> 30\ 000 : 1$) и набор устанавливаемых значений разрешения (0,9; 2; 4; 8 и 16 см^{-1}) позволяют успешно решать практически все аналитические задачи, стоящие перед сотрудниками лабораторий фармацевтической отрасли. □

 **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

