

Прибавление в семействе

LCMS-8060 – новая модель
в линейке сверхбыстрых масс-
спектрометров Shimadzu

Определение органических
загрязнений в сточных водах

Сравнение параметров ТОС
и ХПК

Новый прибор для решения
широкого круга аналитиче-
ских задач

Спектрофлуориметр RF-6000
для анализа твёрдых и жид-
ких образцов



ПРИМЕНЕНИЕ

Пробоподготовка, прощай! 4

Быстрая и надёжная идентификация высокоэффективных полимеров 6

Светодиоды – маленькие помощники в повседневной жизни 8

Определение органических загрязнений в сточных водах: сравнение параметров ТОС и ХПК 21

ОБОРУДОВАНИЕ

Новый прибор для решения широкого круга аналитических задач 2

Швейцарский нож химика-аналитика: комплексная хроматография с использованием системы Nexera UC SFE-SFC-MS 12

Пробоподготовка выходит на новый уровень: новый автоматический дозатор АОС-6000 14

Прибавление в семействе: LCMS-8060 – новая модель в линейке сверхбыстрых масс-спектрометров Shimadzu 22

ПОСЛЕДНИЕ ИЗВЕСТИЯ

Инновационные аналитические решения в области автомобильной промышленности 10

Сурьма в утренней чашке чая? Последствия использования современных материалов не всегда можно предусмотреть... 16

Кругосветное путешествие Гензо Шимадзу 19

Быстрый и информативный анализ. День ТОС в Дуйсбурге: 25 экспертов обмениваются информацией о новейших применениях ТОС 20



Англоязычная версия журнала «Shimadzu News» доступна в виде Web-приложения для iOS и Android по ссылке: www.shimadzu-webapp.eu или в AppStore (для iPhone).

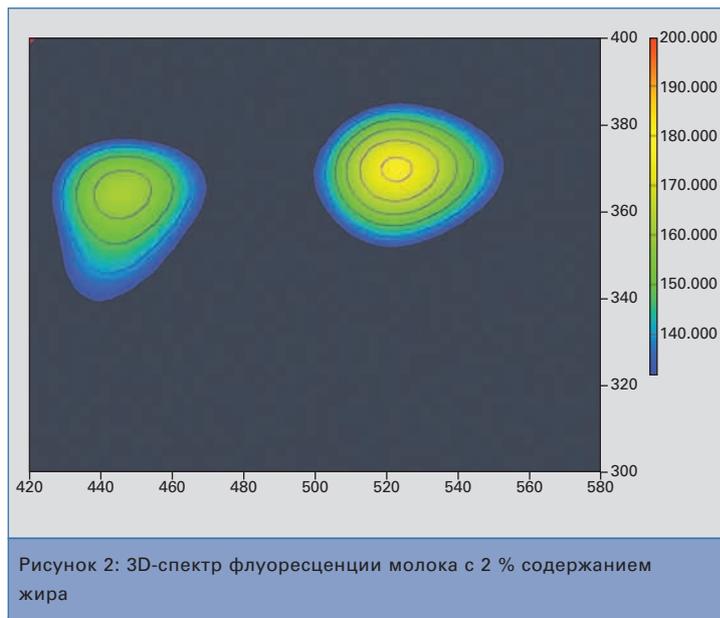
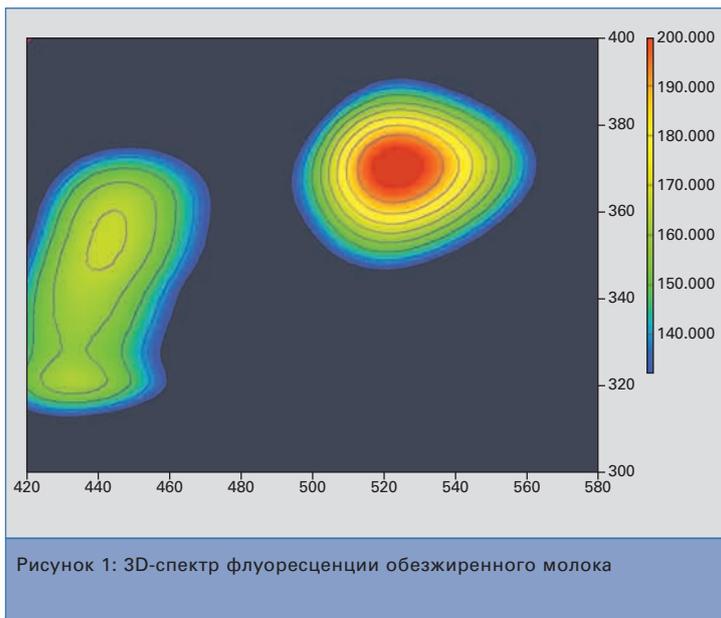
Новый прибор для решения широкого круга аналитических задач

Спектрофлуориметр RF-6000 для анализа твёрдых и жидких образцов



Новый спектрофлуориметр RF-6000

Новый спектрофлуориметр RF-6000 компании Shimadzu продолжает успешную линейку приборов для флуоресцентной спектроскопии и приходит на смену хорошо известной модели RF-5301. Система нового поколения RF-6000 характеризуется универсальностью применения, при этом наличие фотоумножителя с низким уровнем шума обеспечивает высокую чувствительность при проведении изме-



рений в широком спектральном диапазоне от 200 до 900 нм как для испускания, так и для возбуждения. Прибор представляет собой систему с двойным монохроматором, в которой в качестве непрерывного источника света используется высокоэнергетическая ксеноновая лампа. Физический эффект мерцания ксеноновой лампы компенсируется за счёт дополнительного детектора.

Расширение областей применения за счёт большого кюветного отделения

Обновлённая оптическая система в сочетании с широкополосным детектором позволяет достигнуть высокого значения соотношения сигнал/шум, которое составляет 350 (пик к пику) и более чем в два раза превышает аналогичное значение для предыдущей модели. Увеличенное, по сравнению с предыдущей моделью, кюветное отделение спектрофлуориметра RF-6000 значительно упрощает работу с большими и громоздкими аксессуарами. Как результат, возможно использование как простых полированных с четырёх сторон кювет, так и проточных ячеек и интегрирующих сфер.

Наличие широкого круга аксессуаров позволяет проводить анализ не только жидких, но и твёрдых проб. Система предназначена для быстрого и простого контроля качества, а также для обучения и научных исследований. Области

применения прибора разнообразны: начиная от анализа экологических и пищевых объектов и заканчивая использованием в химических и биохимических лабораториях.

Программное обеспечение со встроенными приложениями

Спектрофлуориметр RF-6000 управляется с помощью нового программного обеспечения LabSolutions RF, которое было разработано на основе платформы LabSolutions Shimadzu. Программное обеспечение позволяет не только управлять прибором, но и использовать встроенные приложе-

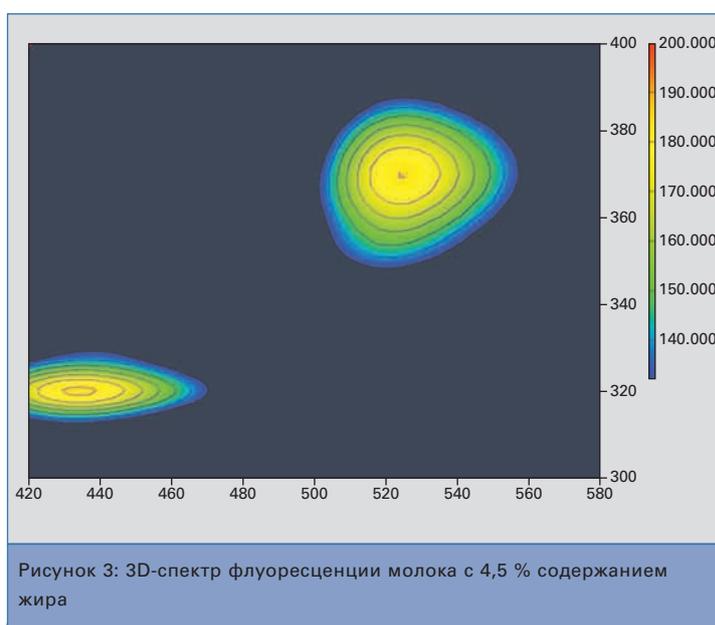
ния для флуоресцентной спектроскопии. С помощью LabSolutions RF можно вычислить квантовый выход и квантовую эффективность флуоресценции, а также использовать функцию коррекции спектров возбуждения и испускания. Процедуры валидации включены в ПО и предназначены для проверки заявленных технических характеристик прибора.

Пример практического применения: анализ молочного жира

Стабильность, чувствительность и расширенный спектральный диапазон спектрофлуориметра RF-6000 позволяют проводить

измерение спектров не только флуоресценции, но и биолюминесценции, хемилюминесценции и электролюминесценции, которые, в свою очередь, играют важную роль в фармацевтической и пищевой промышленности, химии, электронике, экологии и науках о жизни. Высокая скорость сканирования обеспечивает возможность быстрого получения спектра в 3D-формате.

В качестве примера проводился анализ молока в режиме измерения спектров в 3D-формате. Было исследовано три типа образцов: обезжиренное молоко, а также молоко с 2 % и 4,5 % содержанием жира. На рисунках 1-3 представлены результаты измерения исследуемых образцов. Трёхмерные спектры получаются путём последовательного изменения длины волны возбуждения (300 - 400 нм) при измерении спектра флуоресценции (420 - 580 нм) и демонстрируют разницу в жирности образцов молока.



Пробоподготовка, прощай!

Быстрая и прямая ионизация на основе технологии DART – отличная альтернатива пробоподготовке для органических химиков-синтетиков



Рисунок 1: Конструкция ионного источника DART с газом-носителем (гелий), камерой ионизации (свечение плазмы) и фильтром для метастабильного гелия

Органический синтез сложных молекулярных структур – это получение веществ с ценными физическими, химическими и биологическими свойствами. Как правило, при синтезе сложных веществ путь от исходных соединений к целевому продукту разбивается на ряд стадий, на каждой из которых требуется дополнительная очистка от примесей: как промежуточных, так и побочных продуктов. При этом некоторые промежуточные продукты могут быть определены только при помощи аналитических методов, на разработку которых обычно тратится огромное количество времени. Возможность дать ответ в разумные сроки или оказать эффективную поддержку процесса принятия решений для последующих этапов описания свойств определяет потенциал всего исследования. Одним из таких решений, которое может быть успешно использовано исследователями в области синтетической органической химии, является применение простых, универсальных и быстрых аналитических методов.

В лаборатории органической химии университета Базеля (Швейцария) синтез новых соединений с неизвестными характеристика-

ми является ежедневной рутинной работой научных сотрудников. Для контроля процесса синтеза и определения структуры неизвестного соединения существует достаточное количество методов масс-спектрометрии (ГХ-МС, ВЭЖХ-МС с различными источниками ионизации: ESI, APCI, APPI, MALDI), и основной

проблемой исследователей является подбор правильного метода анализа для получения достоверных результатов за короткое время.

На сегодняшний день не существует универсального метода, который бы давал однозначные ответы на все вопросы. Так, для анализа гидрофобных (неполярных) соединений с низкой молекулярной массой предпочтительнее использовать ГХ-МС. Метод ВЭЖХ-МС с источниками ионизации ESI и/или APCI служит, в основном, для обнаружения полярных (источник ионизации ESI), термостабильных и слабополярных (источник ионизации APPI) соединений, анализ термолabile соединений требует использование иных методов анализа, MALDI метод подходит для анализа высокомолекулярных соединений.

Технология DART: экспресс-анализ продуктов синтеза непосредственно из реакционной смеси

Уникальная технология ионного источника DART (прямой анализ в режиме реального времени) является перспективной альтернативой химической ионизации при атмосферном давлении, делая возможным экспресс-анализ продуктов синтеза, находящихся в твёрдом, жидком или газообразном состоянии. Комбинация ионного источни-

ка DART с моноквадрупольным хромато-масс-спектрометром LCMS-2020 Шимадзу позволяет проводить количественное измерение органических веществ без предварительной пробоподготовки или хроматографического разделения.

В ионном источнике DART поток гелия возбуждается при атмосферном давлении, образуя гелиевую плазму (рис. 1). Метастабильные частицы гелия ионизируют молекулы воды и далее передают протоны молекулам образца.

Различные режимы ионизации

В дополнение к переносу заряда через молекулы воды, аналиты могут быть ионизированы напрямую. Ионизация в режиме отрицательной ионизации проходит за счёт анионов кислорода. Результатом «непрямой» ионизации является образование очень простых масс-спектров, обычно содержащих протонированные молекулярные ионы низкомолекулярных компонентов пробы, т.е. ионы, образованные путем присоединения протона к молекуле: $[M+H]^+$ или ионы $[M-H]^-$, полученные в отрицательном режиме. В зависимости от структуры аналита могут быть образованы ионы M^+ (характерно для полициклических ароматических углеводородов) или фрагменты. Образование многозарядных ионов или аддуктов щелочных металлов при этом не наблюдается.

Ионный источник DART легко устанавливается и может быть использован непосредственно «из коробки» без какой-либо дополнительной оптимизации параметров. Поток гелия переносит ионизированные молекулы образца в масс-спектрометр через керамическую трубку, которая при необходимости может быть легко



LCMS-2020

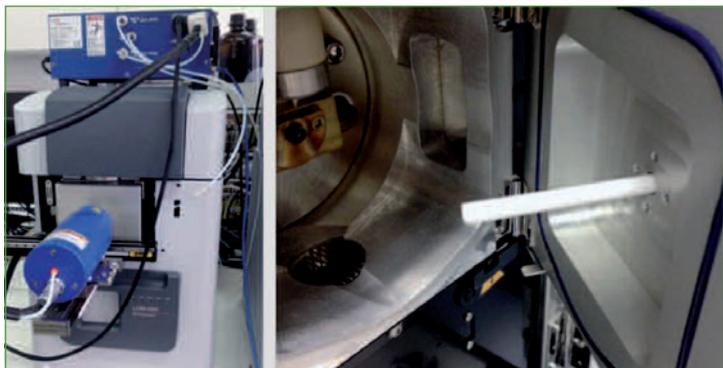


Рисунок 2: Ионный источник DART в сочетании с масс-спектрометром LCMS-2020 Шимадзу (рисунок слева). Камера перед входом в вакуумный интерфейс (рисунок справа)

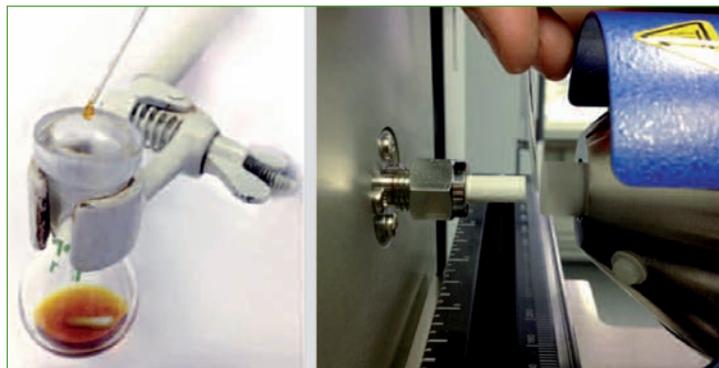


Рисунок 3: Отбор образца из реакционной смеси при помощи стеклянного капилляра и проведение анализа путем кратковременного удерживания капилляра в потоке ионизированного газа между ионным источником DART и масс-спектрометром LCMS-2020

очищена (рис. 2). Небольшие летучие молекулы, такие как растворители или вода, удаляются с помощью роторного вакуумного насоса.

Пример качественного анализа реакционной смеси без проведения предварительной пробоподготовки приведен на рисунке 3. Образец отбирают из колбы стеклянным капилляром (палочкой) и затем удерживают его несколько секунд в потоке ионизированного газа между ионным источником DART и масс-спектрометром LCMS-2020. В результате данного процесса происходит испарение вещества и его ионизация с последующей регистрацией образце-

вых ионов масс-спектрометром. Описанный пример демонстрирует преимущества использования ионного источника DART.

Контроль синтетического пути

Многоступенчатый синтез комплексных структур является сложной задачей. Из-за постоянно меняющихся родительских молекул, массы, а также полярности и стабильности соединений соответственно меняются и масс-спектрометрические методы обнаружения целевых компонентов. Иллюстрацией синтетического пути может служить синтез циклического соединения с шестью ароматически-

ми кольцами в 12 этапов (рис. 4). Проанализируем каждый этап синтетического пути. Так, из рисунка видно, что полученные в ходе первых 8-ми этапов синтеза соединения (выделены синим цветом) могут быть определены с помощью ГХ-МС. Определение же промежуточных соединений, отмеченных розовым цветом, с помощью ГХ-МС не представляется возможным ввиду их термоллабильности и высокой молекулярной массы. Это означает, что начиная с 9-ой стадии синтеза, предела обнаружения ГХ-МС недостаточно и исследователю необходимо подбирать другой вид исследования. ВЭЖХ-МС метод с источниками ионизации ESI или

APSI не может быть применен из-за низкой полярности полученных соединений. В этом случае предпочтительным методом исследования является масс-спектрометрия с применением ионного источника DART, с помощью которого определить молекулы, выделенные зелёным цветом, не составит особого труда.

Выводы

Таким образом, достоинствами масс-спектрометрии DART являются возможность анализа соединений различной природы непосредственно из реакционной смеси, а также предельно малые временные затраты не только на регистрацию спектров, но и на последующую обработку данных. Простота операций и надёжность данного аналитического метода делают его идеальным для ежедневного рутинного использования в лаборатории органической химии университета Базеля.

Авторы

Michel Rickhaus
PhD student at the Institute of Organic Chemistry of the University of Basel, Switzerland

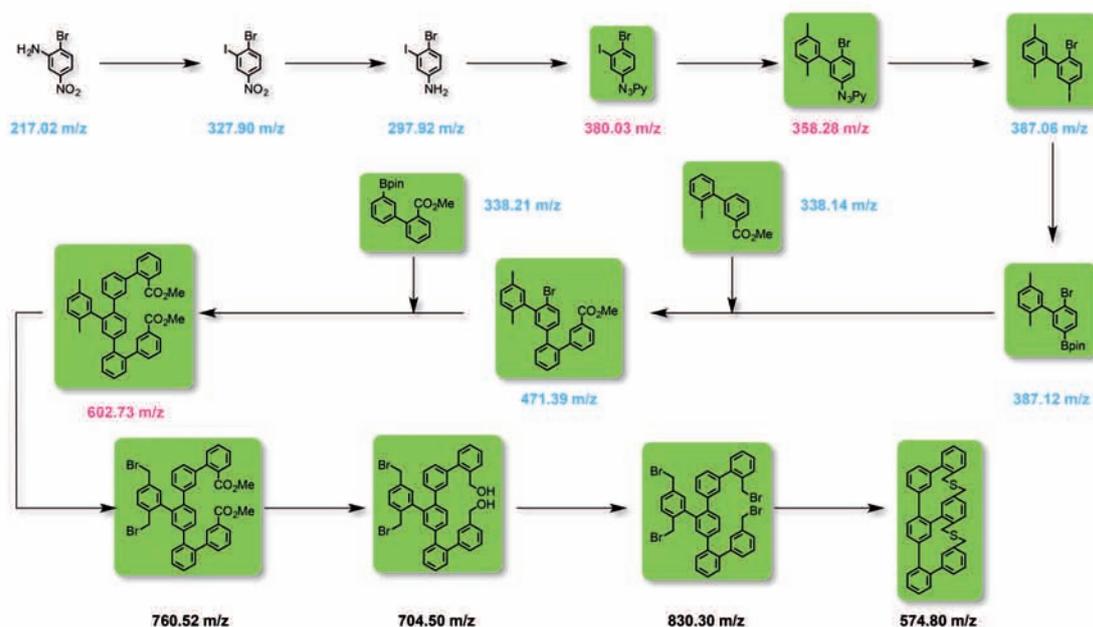


Рисунок 4: Синтетический путь целевой молекулы с соотношением массы к заряду (m/z) равным 574,8 в 12 этапов. Синий – анализ при помощи ГХ-МС, розовый – анализ при помощи ГХ-МС (возможно только в ограниченной степени); зелёный – анализ при помощи системы DART-МС

Быстрая и надёжная идентификация высокоэффективных полимеров

Классический и реакционный пиролиз с использованием GCMS-QP2010 Plus

Ответом на всё более возрастающие требования современной промышленности к качеству используемых полимерных материалов является создание новых и усовершенствование уже существующих полимеров. В качестве примера можно привести новые композитные материалы и реактопласты на основе фенолформальдегидных и эпоксидных смол, соответственно, а также полиимиды. Они находят широкое применение в современной аэрокосмической индустрии благодаря таким своим свойствам, как устойчивость к высо-

ким температурам, жёсткому излучению и горению, высоким абляционным характеристикам, механической прочности и, что не менее важно, относительно невысокой себестоимости.

Разумеется, что эффективное использование новых материалов предусматривает соответствующий контроль качества как самих полимеров при их производстве, так и готовых изделий. И здесь решающую роль играет применение самых современных методов инструментальной аналитической химии, в частности газовой хро-

момасс-спектрометрии в сочетании с классическим и реакционным пиролизом. В случае последнего, «младшего брата» классического пиролиза, специфичный реагент добавляют к исследуемому полимерному материалу для того, чтобы селективно выделить и идентифицировать целевые компоненты.

Сравнение: классический и реакционный пиролиз

Основное различие между классическим и реакционным пиролизом – информационная насыщенность хроматограмм продуктов пиролиза (пирограмм). При классическом пиролизе высокая температура (650 °C и выше) приводит к разрыву углерод-углерод ковалентных связей в молекуле полимера, что сопровождается образованием большого числа продуктов термодеструкции, которые затем разделяются и идентифицируются при помощи масс-спектрометра.

Реакционный пиролиз осуществляют в присутствии специфического реагента и при существенно меньшей температуре (порядка 440 °C) для того, чтобы не допустить образования большого количества продуктов термодеструкции. При этом образуется лишь ограниченное количество продуктов термохимического разложения, но благодаря тому, что реагент специфически воздействует на химические связи в молекулах исследуемого полимера, идентификация и определение химического состава последнего возможны с более высокой точностью и специфичностью.

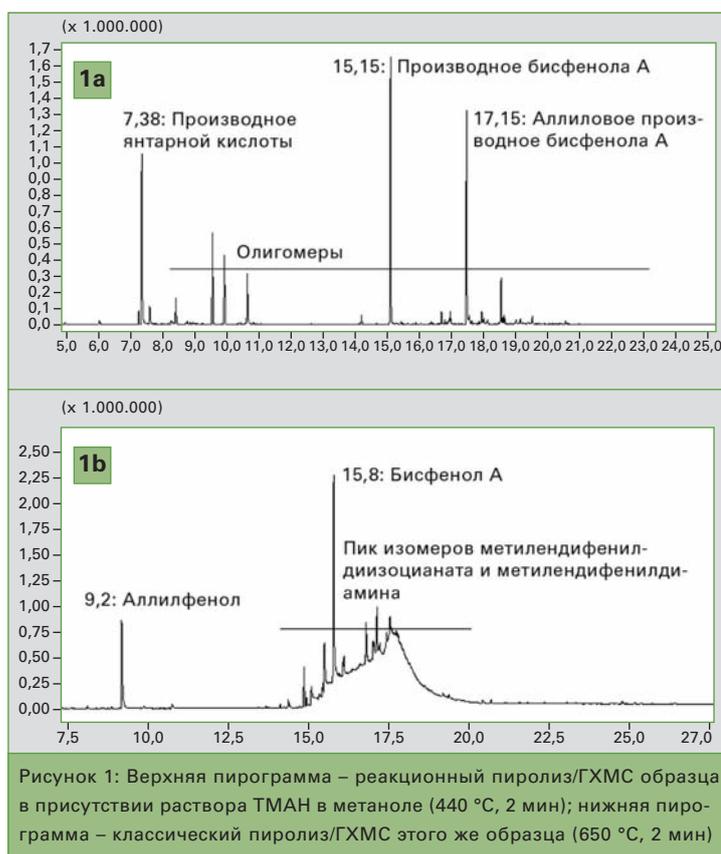
25%-ный раствор гидроксида тетраметиламмония (ТМАН) в метаноле – наиболее часто используемый реагент для реакционного пиролиза вследствие своих сильных основных свойств, которые позволяют проводить селективное гидролитическое расщепление полимеров.

К преимуществам реакционного пиролиза можно также отнести и то, что для его осуществления не требуется использование дополнительного оборудования по сравнению с классическим пиролизом. Один и тот же образец можно исследовать с применением как классического, так и реакционного пиролиза на одном и том же оборудовании.

Оборудование и материалы

Для исследования использовали газовый хроматомакс-спектрометр Shimadzu GCMS-QP2010 Plus, укомплектованный пиролизёром двойного действия Py-2020iD (Frontier Laboratories, Япония) с автодозатором на 48 образцов. В качестве хроматографической колонки использовали металлическую капиллярную колонку Ultra ALLOY-5 (30 м x 0,25 мм) с 0,25-микронным слоем дифенил-диметилполисилоксана.

Несколько миллиграммов образца помещали в деактивированный тигель из нержавеющей стали, который в свою очередь под действием силы тяжести поступал в предварительно разогретую печь пиролизёра, где происходило термическое разложение образца. Образовавшиеся продукты разло-



жения разделяли и идентифицировали при помощи ГХМС и соответствующих библиотек масс-спектров. Для минимизации возможного перекрёстного загрязнения использовали специальную программу кондиционирования

реакций при относительно низкой температуре не сопровождается выделением летучих компонентов и, соответственно, позволяет получать гомогенные материалы без пустот, пузырьков и включений.

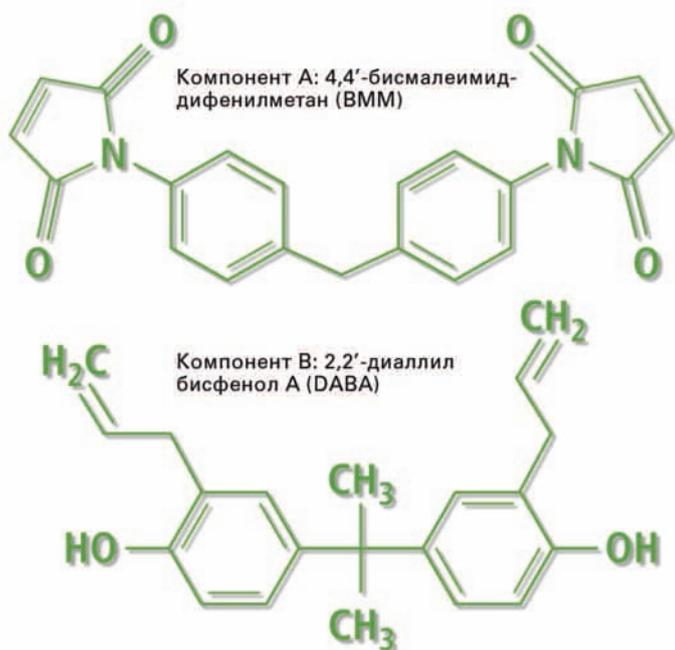


Рисунок 2: Два компонента полимера перед полимеризацией

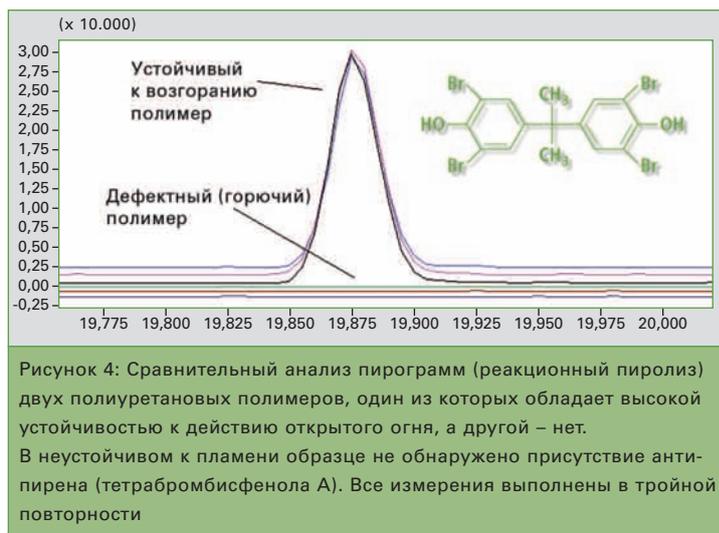
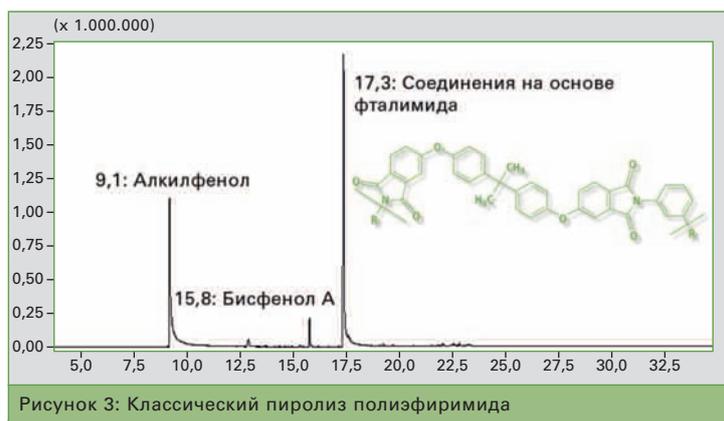
как пиролизёра, так и ГХМС. Контроль перекрёстного загрязнения осуществляли путём проведения «холостого» измерения между каждыми двумя анализами реальных образцов.

Результаты

На рисунке 1 представлены результаты классического и реакционного пиролиза двухкомпонентной малеимид-аллилфенольной смолы, полученной в ходе присоединительного отверждения. Такое отверждение за счёт еновых

В ходе реакционного пиролиза (верхняя пирограмма) основными продуктами термохимического разложения являются диметилловые эфиры янтарной кислоты и бисфенола А, аллиловое производное последнего, а также некоторые олигомеры. В результате классического пиролиза (нижняя пирограмма) выделяются аллилфенол, бисфенол А и изомеры метиленидифенилдиизоцианата и метиленидифенилдиамин (широкий «размазанный» пик).

После обработки результатов как реакционного, так и классического



го пиролиза исследуемый образец был идентифицирован как двухкомпонентная композиция из 4,4'-бисмалеимид-дифенилметана и 2,2'-диаллил бисфенола А (рисунок 2), полученная в ходе присоединительного отверждения за счёт сополимеризации малеимидных и алкильных групп.

На рисунке 3 приведены результаты классического пиролиза образца полиэфиримида. Последний является более дешёвым аналогом полиэфирэфиркетона (РЕЕК) и, соответственно, демонстрирует существенно худшие механические свойства и термическую устойчивость.

Реакционный пиролиз может служить простым и достаточно экспрессным методом для выявления причин тех или иных дефектов изделий из полимеров. Для этого достаточно провести анализ образца проблемного изделия и сравнить полученные результаты с данными анализа эталонного образца полимера. Пример такого сравнения приведен на рисунке 4, где представлены результаты сравнительного анализа пирогрмм двух полиуретановых полимеров, один из которых обладает высокой устойчивостью к действию открытого огня, а другой – нет.

При реакционном пиролизе негорючего образца в качестве одного из продуктов термохимической деструкции был идентифицирован диметилловый эфир тетрабромбисфенола А. Тетрабромбисфенол А широко используется

в химической промышленности в качестве антипирена, и поэтому неудивительно, что содержащий его полимер демонстрирует высокую устойчивость к действию пламени. На пирограмме же неустойчивого к возгоранию полимера производные тетрабромбисфенола А полностью отсутствовали, что свидетельствовало и об отсутствии антипирена в самом полимере. Таким образом, причина неустойчивости к возгоранию была однозначно установлена.

Реакционный пиролиз к тому же демонстрирует весьма высокую воспроизводимость получаемых результатов, что видно из рисунка 5, где представлены полученные в тройной повторности пирогрммы двух образцов полиуретановых полимеров, один из которых был синтезирован в присутствии полиэфиров, а другой – нет.

Классический и реакционный пиролиз на сегодняшний день является более эффективным методом анализа терморезистивных полимеров по сравнению с классическими методами инструментального анализа, например, ИК-Фурье спектроскопией. Анализ сложных многокомпонентных полимеров с помощью последней зачастую затруднён из-за множества интерферирующих химических связей, тогда как пиролиз позволяет получать детальную

информацию как о химическом составе полимера, так и о наличии в нём тех или иных модифицирующих добавок (допантов).

Заключение

Комбинация классического и реакционного пиролиза в сочетании с газовой хромато-масс-спектрометрией является на сегодняшний день мощным инструментом для анализа современных высокоэффективных полимерных материалов, которые имеют многокомпонентный состав и характери-

зуются наличием большого количества модифицирующих добавок. Пиролиз/ГХМС позволяет как устанавливать химический состав полимеров, так и в ряде случаев выявлять причины неудовлетворительных характеристик последних, а также дефектов готовых изделий.

Авторы

Franky Puupe и Jiri Samsoněk,
Институт Испытаний и Сертификации, Злин, Чешская Республика
E-Mail: fpupe@itczlin.cz

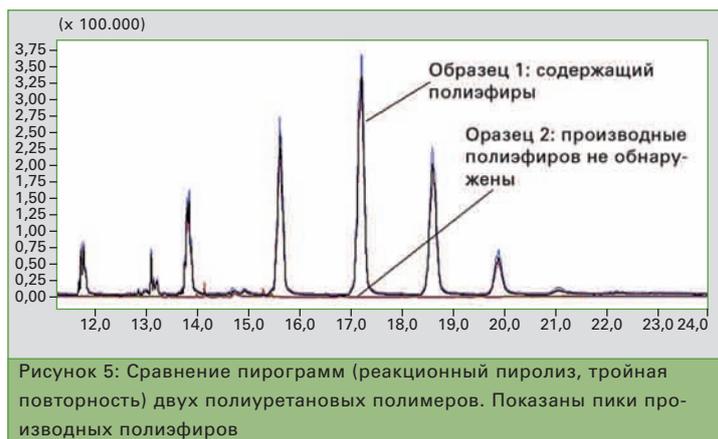


Рисунок 5: Сравнение пирограмм (реакционный пиролиз, тройная повторность) двух полиуретановых полимеров. Показаны пики производных полиэфиров

Светодиоды – маленькие помощники в повседневной жизни

Измерение спектров эмиссии с помощью эмиссионных оптоволоконных зондов и спектрофотомера UV-2600

Согласно немецким легендам, пока мы спим, всю работу выполняют гномы дома «Heinzelmännchen». У Диснея также был маленький помощник, персонаж Gyro Gearloose, который поддерживал его во всех проектах. В повседневной жизни такую роль выполняют светодиоды, которые, например, могут указывать на статус работы электрических приборов. Светодиоды хорошо заметны ночью и могут находить повсеместное распространение. Так, красные, синие, зеленые или оранжевые светодиоды зачастую используются в офисах, транспорте и в домах. В со-

временных светофорах они позволяют сэкономить муниципальные средства за счёт интенсивного свечения и низкого потребления энергии.

В зависимости от цели освещения, излучение светодиодов можно дозировать. Мощность излучения светодиода должна привлечь к нему внимание участников дорожного движения, в то время как светодиод на электронной книге указывает лишь на то, что она включена. Интенсивное свечение зелёного светодиода электронной книги при чтении в течение длительного времени может

привести к краткосрочным нарушениям зрения.

Что такое светодиод?

Светодиоды представляют собой диоды, состоящие из полупроводникового материала, который в зависимости от состава, может излучать разный цвет. В основе данного процесса лежит явление люминесценции, цвет которой зависит от присутствия полупроводниковых материалов, представляющих собой смесь неорганических солей, в том числе и редкоземельных элементов. На основании этих добавок и формиру-

ется специфический цвет излучения при фиксированной длине волны [1].

Ниже представлены результаты исследования люминесценции и цвета излучения наиболее часто используемых светодиодов, которые не удалялись из устройств, а анализировались во встроеном состоянии. В зависимости от их предполагаемого использования, светодиоды являются действительными видимыми или устанавливаются за диффузными пластинами, где они используются для освещения определённой площади, а не выборочной точки.

Источник	Цвет светодиода	Усиление детектора*	Аналитическая длина волны	Интенсивность энергии
Электронная книга	Зелёный	4	542 нм	0,011
Прибор для определения уровня сахара	Синий	2	469 нм	3,698
Индикатор на UV-2700	Зелёный	4	500 нм	0,019
Переключатель монитора	Синий	4	461 нм	1,2

Таблица 1: Источники светодиодов, их цвет и характеристики, определённые с помощью измерения спектров эмиссии в УФ-видимом диапазоне спектра. *Максимальный уровень усиления 6 используется для оптимизации ФЭУ

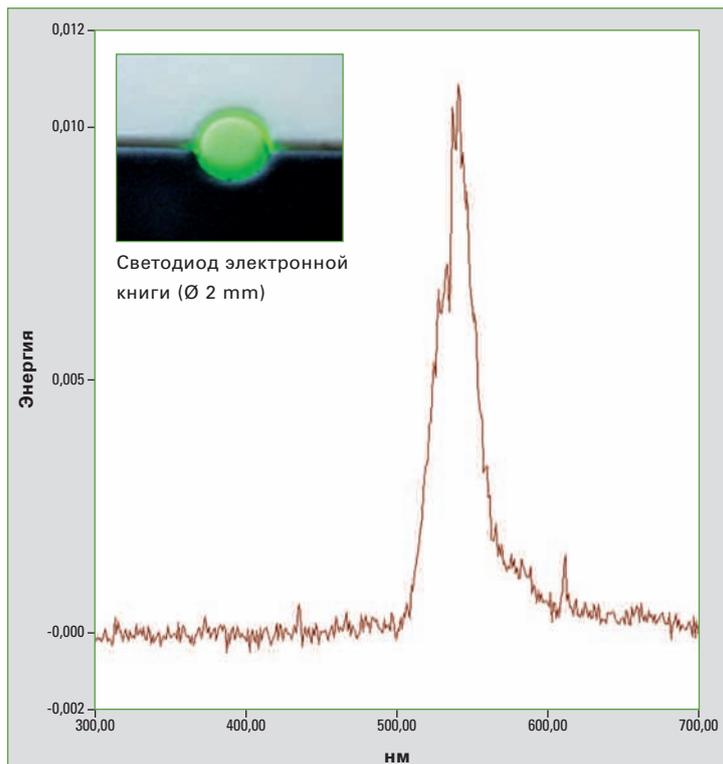


Рисунок 1: Светодиод электронной книги, диаметр 2 мм, и его видимый спектр в диапазоне от 300 до 700 нм

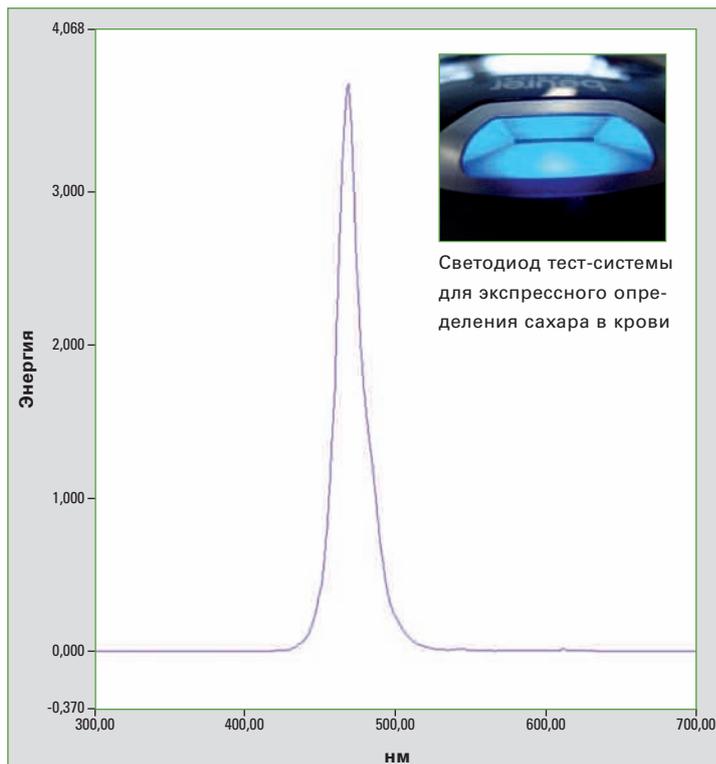


Рисунок 2: Светодиод тест-системы для экспрессного определения сахара в крови, используемый для освещения отверстия (около 1,3 см), в которое вставляются тест-наборы. Индикатор находится под пластиковой пластиной, используемой в качестве диффузора. Видимая область спектра от 300 до 700 нм показана на рисунке справа

Какой спектр можно ожидать?

Из-за особенностей одноцветных светодиодов, спектры пропускания могут содержать аналитические полосы, отражающие присутствие неорганических соединений.

В основной своей массе светодиоды однотонны, но принципиально другая ситуация наблюдается для светодиодов, которые имитируют белый свет. В этом случае, например, синий светодиод с люминесцентной краской будет излучать широкую полосу и, таким образом, охватывать видимый диапазон, который включает в себя основные цвета: зеленый, красный и синий.

Так как явление люминесценции связано с излучением, испускаемым веществом, то интенсивность света можно охарактеризовать благодаря измерению спектров эмиссии с помощью УФ-ВИД-спектрофотометров. Это позволяет определять интенсивность, цвет, значение полуширины или преобладающей длины волны.

Измерения

Для проведения измерений спектров эмиссии необходимо блокировать источник света прибора. Вместо использования стандартных источников (дейтериевая и вольфрамовая лампы) свет направляется по оптическому пути спектрофотометра с помощью оптоволоконного датчика, который расширяет путь света и позволяет разместить оптоволоконный зонд непосредственно над источником света.

С целью классификации интенсивности чувствительность обнаружения можно регулировать с помощью детектора. В настоящем исследовании измерения проводились с помощью спектрофотометра Shimadzu UV-2600, оснащённого оптоволоконным датчиком (рис. 5).

В качестве образцов для анализа были использованы светодиоды из повседневной жизни (рис. 1-4). Эмиссионный оптоволоконный зонд располагается непосредственно над источником света прибора, при этом

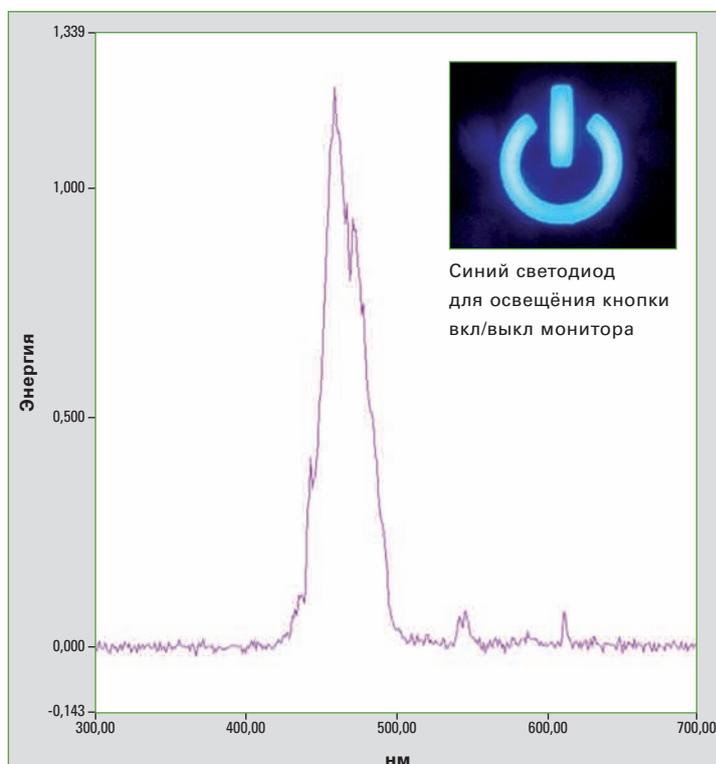
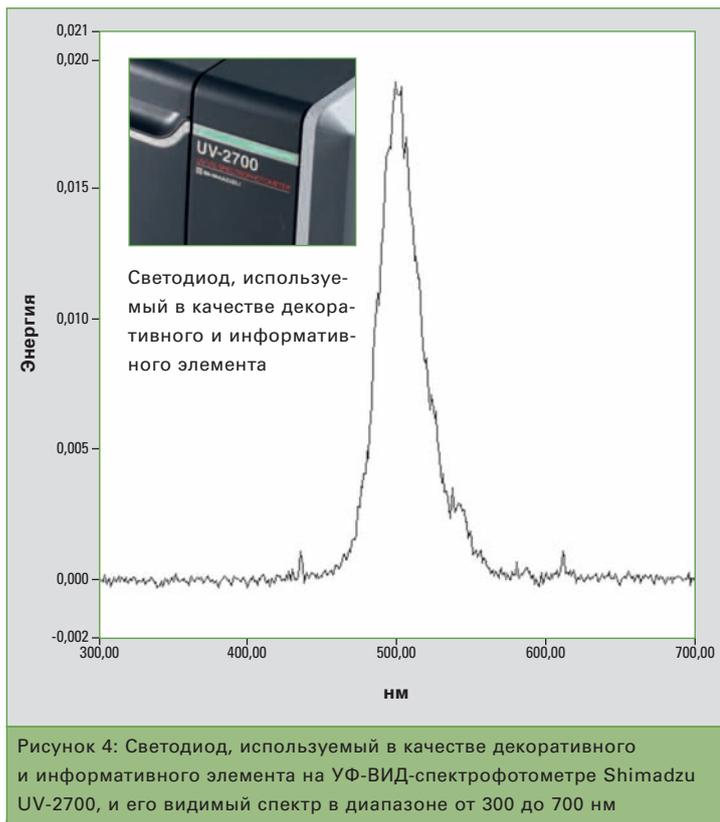


Рисунок 3: Синий светодиод для освещения переключателя (вкл./выкл.) монитора и его видимый спектр в диапазоне от 300 до 700 нм



пространство вокруг не затемнялось. Влияние люминесцентных ламп комнатной системы освещения считается минимальным. Полученные результаты представлены в таблице 1. Аналитическая длина волны одноцветных светодиодов определяется присутствием химических примесей.

Эмиссионные оптоволоконные датчики позволяют легко и бы-

стро проверить светодиоды, встроенные в различные системы. С помощью этих аксессуаров возможна непосредственная проверка и других источников света.

Список литературы:

- [1] Характеристика светодиодов с помощью УФ-ВИД спектрофотометрии, С. Mark Talbott, Robert H. Clifford, SSI-JAIMA-UV001



ПОСЛЕДНИЕ ИЗВЕСТИЯ

Инновационные аналитические решения в области автомобильной промышленности

Автомобильный симпозиум в г. Бохум, Германия

В феврале 2015 года в немецком городе Бохум состоялся международный автомобильный симпозиум. Это высокопоставленное мероприятие собирает вместе производителей автомобилей и поставщиков. Главной темой обсуждения среди примерно одной тысячи участников –

управленцев и топ-менеджеров – стали возможности и инновации будущего автомобилестроения.

К показывающей рост автомобильной промышленности, являющейся важным показателем области обработки сырья, деловой и рабочей занятости населе-

ния, предъявляются определённые требования по защите окружающей среды и прав потребителей. В недавнем прошлом значительное внимание было уделено применению экологически чистых материалов, а также более строгим правилам утилизации. Компания Шимадзу, как постав-

щик современных решений и технологий, приняла участие в автомобильном симпозиуме в качестве партнера и была представлена как в выставочной, так и в лекционной программе.

Соблюдение законодательства в области охраны окружающей

среды и утилизации, а также удовлетворение всё более искушённых требований клиентов к качеству готовой продукции и используемых материалов являются основными задачами для предприятий автомобильной промышленности и их поставщиков.

Компания Шимадзу, будучи производителем оборудования в области спектроскопии, хроматографии, масс-спектрометрии, исследований окружающей среды, а также испытательных машин, предлагает всеобъемлющую линейку приборов для решения этих задач.

• Типичным примером практического применения является количественное определение вредных веществ в автомобильных транспортных средствах в соответствии с Директивой Европейского парламента «О транспортных средствах, вышедших из эксплуатации». Так, запрещается применять тяжёлые металлы, такие как ртуть, кадмий и свинец. Эти элементы могут быть легко и быстро количественно определены с помощью энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра EDX-7000.

• Контроль качества топлива, смазочных материалов, моторных масел и присадок осуществляется с помощью оптического эмиссионного спектрометра параллельного действия с индуктивно-связанной плазмой ICPE-9820 в соответствии с международными стандартами, таким как ASTM 5185 для определения таких элементов как кальций, магний, фосфор, сера и цинк.

• Исследование таких материалов как пластики, полимеры и резины может быть выполнено с применением методов молекулярной спектроскопии на ИК-Фурье спектрометрах, например, IRAffinity-1S для работы в среднем ИК диапазоне.

• Эффективным методом анализа различных полимерных материалов и компонентов на их основе, применяемых в автомобилях, является метод газовой хромато-масс-спектрометрии с пиролитической приставкой.

Испытания высокотехнологичных материалов

Ещё одной областью применения оборудования Шимадзу является испытание материалов. Свойства

Высокоскоростная камера для испытаний материалов и впрыска топлива

В различных научных исследованиях самые интересные явления

поглощения/пропускания (как правило, 60 %) в диапазоне длин волн от 200 до 600 Нм. Этот метод используется в качестве альтернативы использованию традиционных датчиков давления.



Рисунок 1: Профессор Ferdinand Dudenhöffer (University of Duisburg-Essen) обсуждает исследование с помощью оптоволоконного зонда ExDor на стенде Шимадзу

материалов достаточно многообразны и в зависимости от воздействующих сил и условий окружающей среды могут проявляться по-разному. Для создания высокотехнологичных материалов R&D подразделениям производителей автомобилей необходима точная и достоверная информация для производственных процессов и контроля качества. Испытательные машины Шимадзу являются передовыми в области технологий контроля, регистрации или обработки информации и, следовательно, надёжно помогают производителям и пользователям. Использование испытательных машин серии AG-X plus даёт возможность достоверно производить сравнение неизвестных материалов без предварительных испытаний. Функция автоматической настройки позволяет проводить испытания на растяжение образцов из стали, синтетических материалов, керамики в соответствии со стандартом ISO 6892-2009.

можно наблюдать на уровне долей секунд. Сверхвысокоскоростная камера модели HPV-X позволяет наблюдать за такими явлениями во время проведения испытаний материалов или во время испытаний оптимизации механизма впрыска топлива.

Сверхвысокоскоростная камера модели HPV-X при помощи новейшего разработанного CMOS сенсора даёт возможность вести непрерывную запись процесса испытания со скоростью до 10 миллионов кадров в секунду (10 Mfps).

Новое: Оптоволоконный зонд для исследования процессов горения

Для оптимизации процессов сгорания топлива в двигателях компания Шимадзу предлагает новый оптоволоконный зонд ExDor, который позволяет определять эффективность процессов сгорания на основе анализа спектров

ВЫХОДНЫЕ ДАННЫЕ

Shimadzu NEWS, Customer Magazine of Shimadzu Europa GmbH, Duisburg

Издатель

Shimadzu Europa GmbH
Albert-Hahn-Str. 6-10
D-47269 Duisburg
Телефон: +49-203-7687-0
Факс: +49-203-766625
shimadzu@shimadzu.eu
www.shimadzu.eu

Редакционная коллегия

Uta Steeger
Телефон: +49-203-7687-410
Ralf Weber, Tobias Ohme

Проектирование и производство

m/e brand communication GmbH GWA
Duesseldorf

Тираж

Немецкий: 5,600 · Английский: 6,830

Авторское право

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Germany – July 2015.

OS Windows является товарным знаком Microsoft Corporation. © 2015

Компании Apple Inc Все права защищены. Яблоко, логотип Apple, Mac.



Швейцарский нож химика-аналитика

Комплексная хроматография с использованием системы Nexera UC SFE-SFC-MS

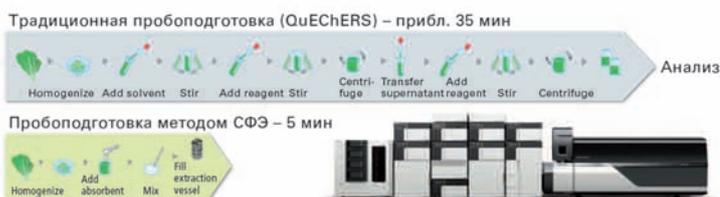


Рисунок 1: Сокращение предварительного этапа анализа с использованием системы Nexera UC

Новая хроматографическая система Nexera UC SFE-SFC-MS кардинальным образом увеличивает эффективность работы современной аналитической лаборатории, реализовывая принципиально новую технологию комплексной хроматографии (UC, Unified Chromatography), которая сочетает в едином процессе подготовку образца, высокоэффективное хроматографическое разделение и масс-спектрометрическое детектирование. Nexera UC – первое в мире универсальное решение, включающее встроенную on-line систему пробоподготовки методом сверхкритической флюидной экстракции (СФЭ), разделение компонентов образца в режиме сверхкритической флюидной хроматографии (СФХ) и высокочувствительное масс-спектрометрическое детектирование (МС/МС).

Эффективный анализ за меньшее время и с меньшими затратами

В методах сверхкритической флюидной экстракции и сверхкритической флюидной хроматографии в качестве экстрагента и подвижной фазы используется так называемый «сверхкритический» диоксид углерода (СК- CO_2) – особое состояние диоксида углерода, которое он достигает при определенном давлении (73,8 бар) и температуре (31,1 °C). В сверхкритическом состоянии диоксид углерода демонстрирует свойства, присутствующие как газам, так и жидкостям. Подобно жидкости, СК- CO_2 обладает растворяющей способностью, текучестью и сравнительно высокой плотностью, но при этом его вязкость существенно меньше, а проникающая способность выше. Такое сочетание

свойств, учитывая ещё и невысокую стоимость, делает сверхкритический диоксид углерода весьма привлекательным в качестве растворителя и подвижной фазы для экстракции и хроматографии, соответственно. Применение СК- CO_2 позволяет проводить извлечение целевых компонентов из исследуемых образцов более эффективно и за меньшее время, сокращает время хроматографического разделения и позволяет отказаться от использования таких классических и довольно токсичных растворителей, как гексан, хлороформ или ацетонитрил.

Уменьшение влияния человеческого фактора

Nexera UC сочетает в едином процессе извлечение из твёрдых образцов (сухие пятна крови, полимеры, продукты питания, фармацевтические субстанции и т.п.)

целевых компонентов, последующее хроматографическое разделение последних и высокочувствительное масс-спектрометрическое детектирование. Полная автоматизация процесса существенно снижает риск ошибки оператора и значительно сокращает общее время анализа (рис. 1).

Nexera UC позволяет идентифицировать и количественно определять сотни соединений различной природы в ходе одного анализа. Например, в случае определения остаточного содержания пестицидов в объектах окружающей среды и/или пищевых продуктах одна система Nexera UC может с успехом заменить традиционные методы анализа с помощью ГХ-МС/ МС и ВЭЖХ-МС/МС.

Сам процесс сверхкритической флюидной экстракции осуществляется в специализированном мо-

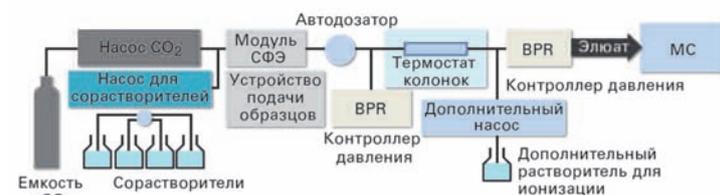


Рисунок 2: Конфигурация системы Nexera UCSFE-SFC-MS

дуле SFE-30 (рис. 2), который позволяет проводить СФЭ в широком диапазоне условий в зависимости от природы образца и задач исследования. Например, варьировать растворяющую способность CO₂ путем изменения давления и температуры. Благодаря тому, что извлечение целевых компонентов осуществляется в анаэробных условиях при относительно низкой температуре и в отсутствии света, даже самые лабильные соединения могут быть экстрагированы без изменения их нативных свойств.

По окончании извлечения из образца смесь целевых компонентов автоматически вводится в поток CO₂ в хроматографическую систему, где происходит её разделение на индивидуальные соединения

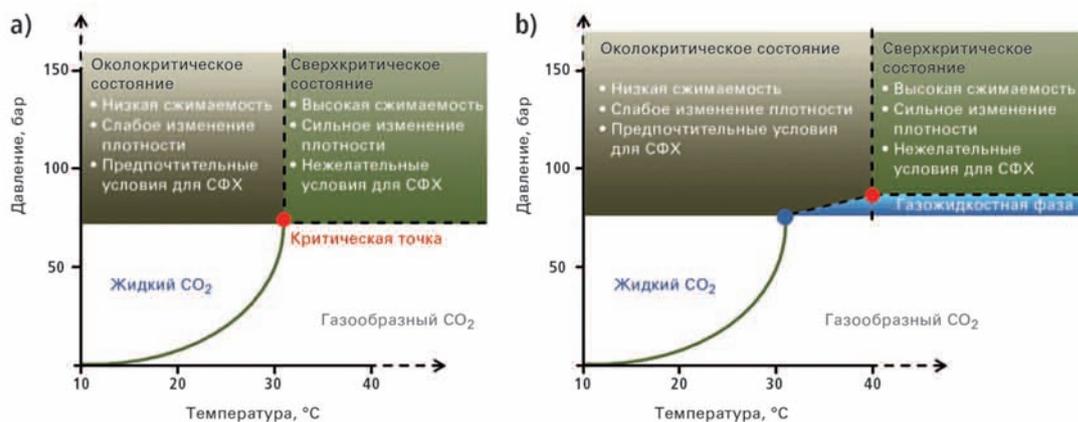


Рисунок 3: Фазовая диаграмма для а) CO₂ (критическая точка при давлении 73,8 бар и температуре 31,1 °С) и б) смеси CO₂ (96,5 %) и метанола (3,5 %) (критическая точка при давлении 83 бар и температуре 40 °С [Eric Lesellier ICOA, UMR 7311, SFC 2014]

вора, в сверхкритическом состоянии, хотя термин «сверхкритическая флюидная хроматография» продолжает использоваться.

Варьируя концентрацию соразтворителей в подвижной фазе, исследователь легко может управлять элюирующей силой последней и, соответственно, временем и селективностью анализа.

мирует файлы с условиями измерения и запустит последовательность анализов. Расширенные возможности анализа полученных результатов позволяют исследователю в дальнейшем выбрать оптимальные условия разделения.

Быстрая и простая разработка новых методик анализа

Nexera UC позволяет быстро разрабатывать новые методики анализа или оптимизировать условия уже существующих. Для этого используется аппаратно-программная опция «Method Scouting», которая позволяет произвольно комбинировать 4 соразтворителя с 12-ю различными хроматографическими колоноками. Специализированное программное обеспечение позволяет быстро запрограммировать систему для поиска оптимальных условий анализа. Достаточно в соответствующем окне программы «Method Scouting Solution» отметить интересующие соразтворители и колонки, задать скорость потока подвижной фазы/время анализа (рис. 4), и программа автоматически сформирует файлы с условиями измерения и запустит последовательность анализов.

По сравнению с традиционной жидкостной хроматомасс-спектрометрией, СФХ-МС анализ позволяет определять существенно более низкие концентрации целевых соединений. Это достигается, во-первых, благодаря дополнительному концентрированию аналита за счёт испарения CO₂, а во-вторых, вследствие использования контроллера давления с минимальным мёртвым объёмом. Минимальный мёртвый объём позволяет отказаться от деления потока перед вводом в детектор, и, соответственно, весь объём элюата поступает в масс-спектрометр. Это увеличивает общую чувствительность системы Nexera UC приблизительно в пять раз по сравнению с системами, в которых используется контроллеры давления традиционной конструкции (рис. 5)

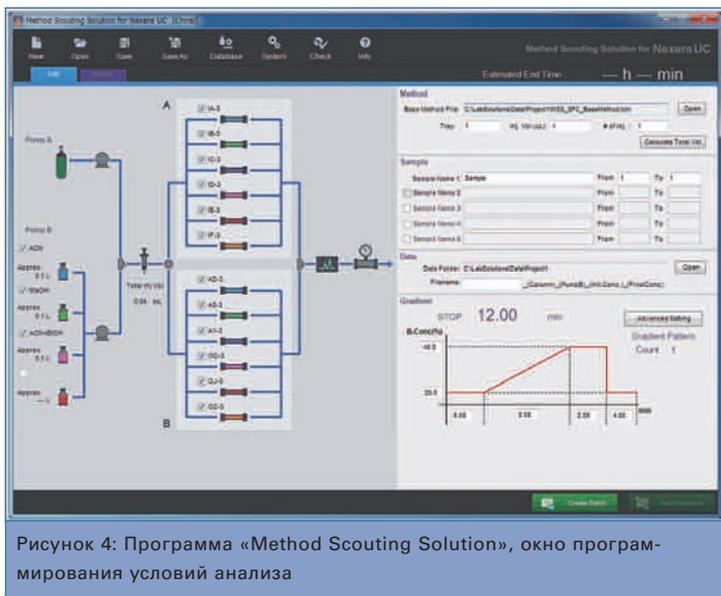


Рисунок 4: Программа «Method Scouting Solution», окно программирования условий анализа

с последующим масс-спектрометрическим детектированием.

Предпочтительные условия для хроматографического разделения

Диоксид углерода в сверхкритическом состоянии является скорее неполярным растворителем, и его растворяющей способности недостаточно для полярных соединений. Поэтому в большинстве случаев, когда CO₂ используют в качестве основы подвижной фазы для хроматографии, дополнительно вводят полярные соразтворители или модификаторы. Такая модифицированная подвижная фаза уже не находится, строго по

Вокоокритическом состоянии подвижная фаза сохраняет такие свойства, как низкая вязкость, высокая проникающая способность, но при этом характеризуется существенно меньшей зависимостью вязкости и плотности от давления и температуры. Таким образом, окоокритическое состояние подвижной фазы является наиболее предпочтительным и обеспечивает более надёжную работу хроматографической системы (рис. 3).

В качестве соразтворителей используют низшие спирты (как доноры водородных связей), ацетонитрил (как акцептор водородных связей) и ряд других соединений.

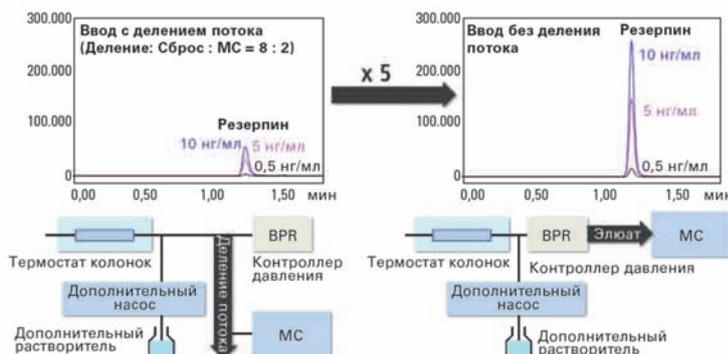
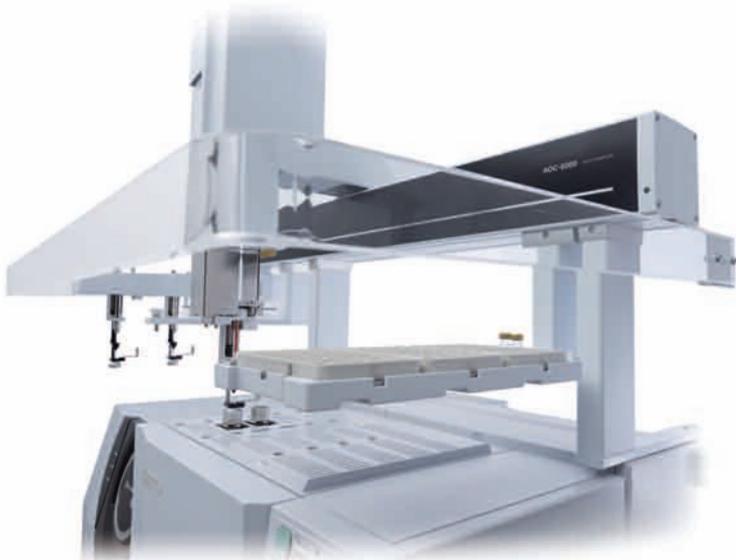


Рисунок 5: Увеличение чувствительности анализа благодаря использованию контроллера давления с минимальным мёртвым объёмом

Пробоподготовка выходит на новый уровень

Новый автоматический дозатор АОС-6000



Новый автоматический дозатор АОС-6000

Более десяти лет автосамплер АОС-5000 являлся передовым инструментом, воплощающим в себе различные техники дозирования проб. На сегодняшний день АОС-5000 также остается надёжным прибором для выполнения ежедневных рутинных задач лаборатории. Тем не менее, за последнее время требования многих лабораторий значительно увеличились: от необходимости проведения простой пробоподготовки с последующим вводом образца до внедрения комплексных автоматизированных процессов. Результаты анализов, проведённых с использованием систем с автоматической пробоподготовкой, более надёжны и достоверны, т.к. в этом случае исключается влияние человеческого фактора. В то же время эффективность анализов увеличивается, а их стоимость уменьшается.

Новый автоматический дозатор АОС-6000 не только соответствует этим требованиям, но также

устанавливает стандарты интегрированной пробоподготовки.

Новые разработки

Основной задачей при разработке АОС-6000 было расширение диапазона применения автосамплера. Блок автоматической замены шприцев (рис. 1) играет здесь центральную роль. В то время как АОС-5000 был ограничен использованием одного шприца во время работы, АОС-6000 может работать с шестью различными шприцами во время выполнения операции: это шприцы для ввода жидких проб (1-10 000 мкл), для парофазного дозирования (1-5 мл) и проведения твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ). Кроме того, были проведены другие изменения, расширяющие возможности нового АОС-6000. Например, функция быстрого дозирования позволяет проводить неразрушающий ввод проб углеводов с длиной цепочки до C40. Небольшой контактный сенсор в головке

инжектора даёт возможность определять дно виал, таким образом, даже совсем маленькое количество образца может быть использовано для проведения анализа. Если объём образца равен всего 5 мкл, можно провести точный трёхкратный ввод пробы по 1 мкл. Благодаря модулю для встряхивания проб Vortex (рис. 2) возможно проводить смешивание различных растворителей и реагентов. Вials размером 2 мл, 10 мл или 20 мл встряхиваются со скоростью до 2 000 об./мин.

Новые возможности

Сочетание нового автодозатора АОС-6000 с газовым хромато-масс-спектрометром GCMS-QP2010 Ultra или GCMS-TQ8040 (рис. 3) расширяет возможности применения данных приборов. Благодаря запатентованной системе создания высокого вакуума, две хроматографические колонки могут быть одновременно подключены к одному масс-спектрометрическому детектору и работать без каких-либо потерь чувствительности анализа и без перекрёстных загрязнений. Это даёт возможность полностью автома-



Рисунок 1: Блок замены шприцев



Рисунок 2: Модуль встряхивания проб Vortex

тического дозирования различных типов образцов в наиболее подходящую для разделения компонентов хроматографическую колонку с последующим проведением высокочувствительного анализа. Таким образом, к примеру, в то время как один анализируемый образец находится в термостате автосамплера для подготовки к парофазному дозированию, другой образец жидкой пробы может быть введён напрямую в неполярную колонку. На следующей стадии паровая фаза первого образца может быть введена во вторую, полярную, колонку.

Провести комплексную пробоподготовку теперь легко!

Максимальные возможности АОС-6000 раскрываются при проведении комплексной пробоподготовки. Обычно комплексная пробоподготовка включает в себя комбинацию из нескольких различных этапов, в которых используются реактивы и образцы различных объёмов, а также происходит смешивание высокорективных соединений. Примерами комплексной пробоподготовки могут быть: добавление к анализируемому образцу раствора внутреннего стандарта, создание калибровочных кривых или проведение дериватизации образцов, которые сложно анализировать с помощью газового хроматографа без химических преобразований. Для таких базовых задач АОС-6000 предлагает готовые методы, которые могут быть легко применены в ежедневной рутинной работе лаборатории, позволяя легко проводить автоматизированную пробоподготовку. Одной из наиболее времязатратных и подверженной ошибкам рутинной задачей лаборатории яв-



Рисунок 3: Комбинация газового хромато-масс-спектрометра GCMS-TQ8040 с автоматическим дозатором AOC-6000

ляется создание серии разведённых образцов. При использовании AOC-6000 достаточно просто загрузить вials с необходимыми образцами и реагентами в подставку автосамплера и задать параметры метода. Весь процесс пробоподготовки с последующим вводом проб в инжектор хромато-масс-спектрометра осуществляется автоматически. На рисунке 4 представлена калибровочная кривая, созданная с использованием AOC-6000, а на рисунке 5 – соответствующие этапы проведения пробоподготовки.

Однако возможности автосамплера AOC-6000 не ограничиваются базовыми задачами. Каждая аналитическая лаборатория имеет свою специфику и требования, которые должны учитываться в процессе автоматизации пробоподготовки. Оптимальное использование автосамплера AOC-6000 заключается в разработке индивидуальных методов пробоподготовки в сотрудничестве с опытными инженерами компании Шимадзу и внедрение этих мето-

дов в ежедневную лабораторную практику.

Интеллектуальное управление

Одним из наиболее важных вопросов простого и эффективного применения автосамплера является способ интегрирования программного обеспечения в систему сбора хроматографических данных. Как правило, автоматические дозаторы контролируются с помощью отдельной программы, что может привести к проблемам синхронизации между пробоотборником и газовым хроматографом. Этого не происходит в случае с AOC-6000, управление которым полностью интегрировано в программное обеспечение GCMSsolution. Все параметры, необходимые для проведения пробоподготовки и последующего измерения, задаются в окне этой программы, и в дальнейшем их легко контролировать. На рисунке 6 изображён скриншот программного обеспечения GCMSsolution. Каждый из шести предварительно сконфигуриро-

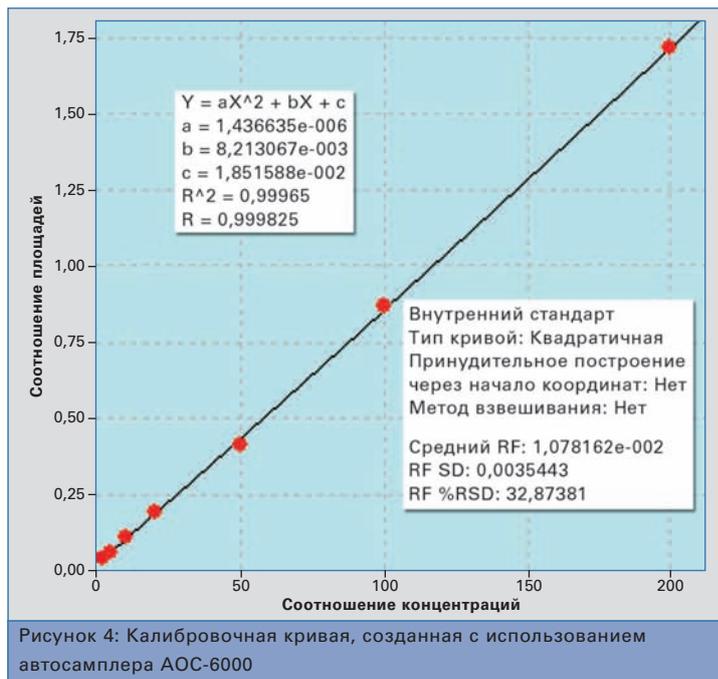


Рисунок 4: Калибровочная кривая, созданная с использованием автосамплера AOC-6000

- Этап 1** • Поместите растворитель в каждую вialу (2 мл)
- Этап 2** • Добавьте в каждую вialу стандартный образец
- Этап 3** • Добавьте в каждую вialу внутренний стандарт (опционально)
- Этап 4** • Добавьте в каждую вialу защитное соединение (опционально)
- Этап 5** • Перемешайте образец с помощью встряхивателя Vortex

Рисунок 5: Этапы создания калибровочной кривой с использованием автосамплера AOC-6000

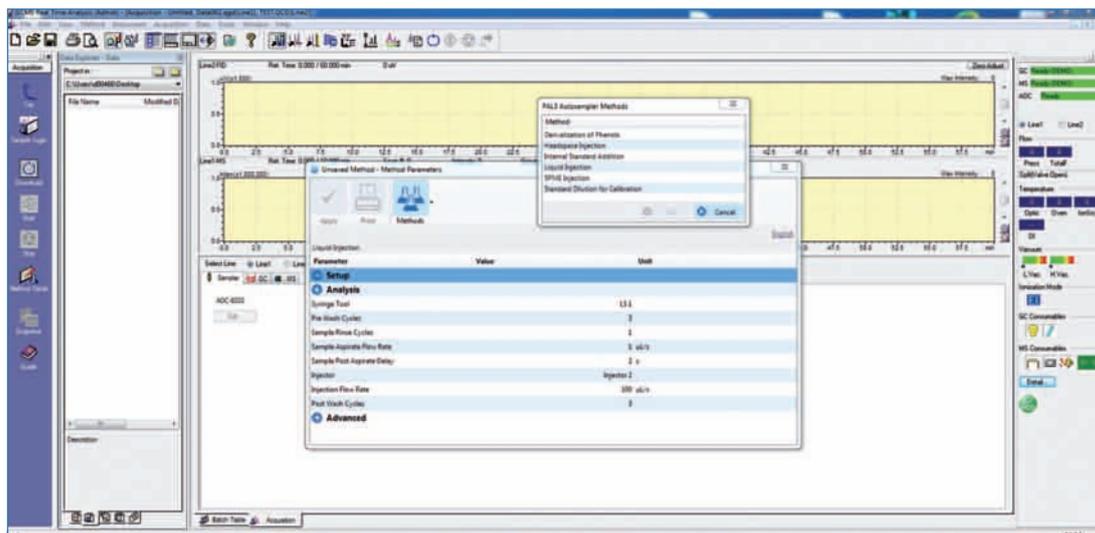


Рисунок 6: Управляющее программное обеспечение GCMSsolution для проведения пробоподготовки и ввода проб

ванных методов разделён на три группы. Таким образом, пользователь легко может выбрать основные параметры задания метода (настройки и анализа). При необходимости в дополнительной секции можно установить значения специфических характеристик метода.

Благодаря высокой гибкости и простоте использования, AOC-6000 задаёт новые стандарты проведения комплексной пробоподготовки и предлагает широкий спектр возможностей как для проведения рутинной лабораторной работы, так и для продвинутых пользователей.

Сурьма в утренней чашке чая?

Последствия использования современных материалов не всегда можно предусмотреть...



За последние несколько лет изменились дизайн и форма чайных пакетиков, представленных на полках розничных магазинов. В частности, некоторые пакетики изготавливаются из пластика.

В пищевой промышленности полимер ПЭТ (полиэтилентерефталат) широко используется в упаковочных материалах, при этом для его производства используется сурьма (Sb). Последствия влияния сурьмы и её соединений

на здоровье человека и окружающую среду различны. Сурьма может быть как абсолютно безвредной, так и сильно токсичной примесью. Может ли сурьма загрязнять пищевые продукты?

Неразрушающий контроль с использованием ИК-спектроскопии (ИК-Фурье спектрометр Shimadzu IRAffinity-1S, оснащённый приставкой однократного НПВО Specac Quest) и рентгенофлуоресцентного анализа на спектрометре Shimadzu EDX-8000 может дать

информацию о материале, из которого изготовлен чайный пакетик, и о количественном содержании сурьмы в нём. Кроме того, для высокочувствительного элементного анализа заваренного чая и чайных пакетиков применяются ИСР-спектрометр Shimadzu модели ICPE-9820 с генератором гидридов фирмы Elemental Scientific.

Установлено, что бумага при длительном погружении в горячую воду теряет свою функциональность и может разрушаться. Поэтому новое поколение чайных пакетиков изготавливают из пластика. Конечно, чайные пакетики до сих пор ещё изготавливают и из целлюлозы, но целесообразно ли использование каких-либо других материалов? Чтобы выяснить этот вопрос, были проанализированы разнообразные чайные пакетики.

ИК-спектроскопия

Исследование такого рода объектов, как чайные пакетики, можно достаточно легко провести с помощью неразрушающего инфракрасного анализа. Специальная подготовка образца не требуется, необходимо лишь поместить материал на призму приставки однократного НПВО. Благодаря прижимному устройству достигается хорошее соприкосновение образца с призмой, а для его последующей идентификации выполняется измерение ИК-спектра.

Были проанализированы разнообразные чайные пакетики, причём полученный результат оказался неожиданным. При анализе небольшой выборки были выявлены абсолютно разные классы материалов чайных пакети-

тивов. Согласно измеренным спектрам, последние представляли собой чистый ПЭТ, целлюлозу плюс ПЭТ и почти 100% целлюлозу (без ПЭТ, нейлона или полипропилена) (рис. 1). ПЭТ зачастую используется либо в качестве покрытия для целлюлозы, либо как основной материал. Удивил исследователей и тот факт, что даже пакетики, которые на первый взгляд имели целлюлозную структуру, на самом деле были сделаны из ПЭТ. При этом, по-видимому, именно данный тип пластика является наиболее ходовым при производстве бутылок для безалкогольных напитков. В процессе синтеза ПЭТ в качестве катализатора применяется сурьма. Недавние исследования показывают, что сурьма присутствует в жидкостях, которые хранятся в ПЭТ-бутылках. Согласно Директиве Совета ЕС 98/83/ЕС жёстко контролируется содержание сурьмы в воде, предназначенной для потребления человеком. Предельно допустимая концентрация сурьмы в воде не должна превышать 5 мкг/л, при этом на безалкогольные напитки в бутылках данное правило не распространяется. Поэтому основной целью проведенного исследования была проверка того, используется или нет сурьма (в виде триоксида сурьмы) в качестве катализатора при производстве ПЭТ-волокон для чайных пакетиков.

Неразрушающий элементный анализ

Для быстрого скрининга чайных пакетиков на предмет наличия сурьмы использовали энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный анализ (ЭДРФА). Оба метода анализа – ИК-спектроско-

пия и ЭДРФА – неразрушающие и позволяют анализировать поверхностный слой объектов. В зависимости от образцов, оба метода позволяют исследовать пробу на глубину порядка одного миллиметра, но иногда эта величина составляет всего лишь десятки микрон. ИК-спектроскопия обеспечивает получение информации о соединениях (тип материалов/соединений), а ЭДРФА предоставляет информацию о количественном элементном составе на уровне ppm, то есть в единицах мг/кг.

Проведённый рентгенофлуоресцентный анализ показал, что ПЭТ-пакетики чая содержат сурьму.

До анализа перед измерениями чай удаляли из пакетиков. Восемь пакетиков складывали один на другой для увеличения общей интенсивности аналитического сигнала. Перед началом анализов сложенные пакетики фиксировали в спектрометре с помощью ленты. После измерений в течение 3-х минут в образце помимо титана обнаружили небольшое (231 ppm) количество сурьмы (см. рисунок 2). Целлюлозные чайные пакетики обычно не содержат сурьму; однако пластиковые пакетики её содержат, поскольку в процессе их производства сурьма используется в качестве катализатора. Для энергодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров проблематично различать близкие органические соединения с одинаковым элементным составом. Од-

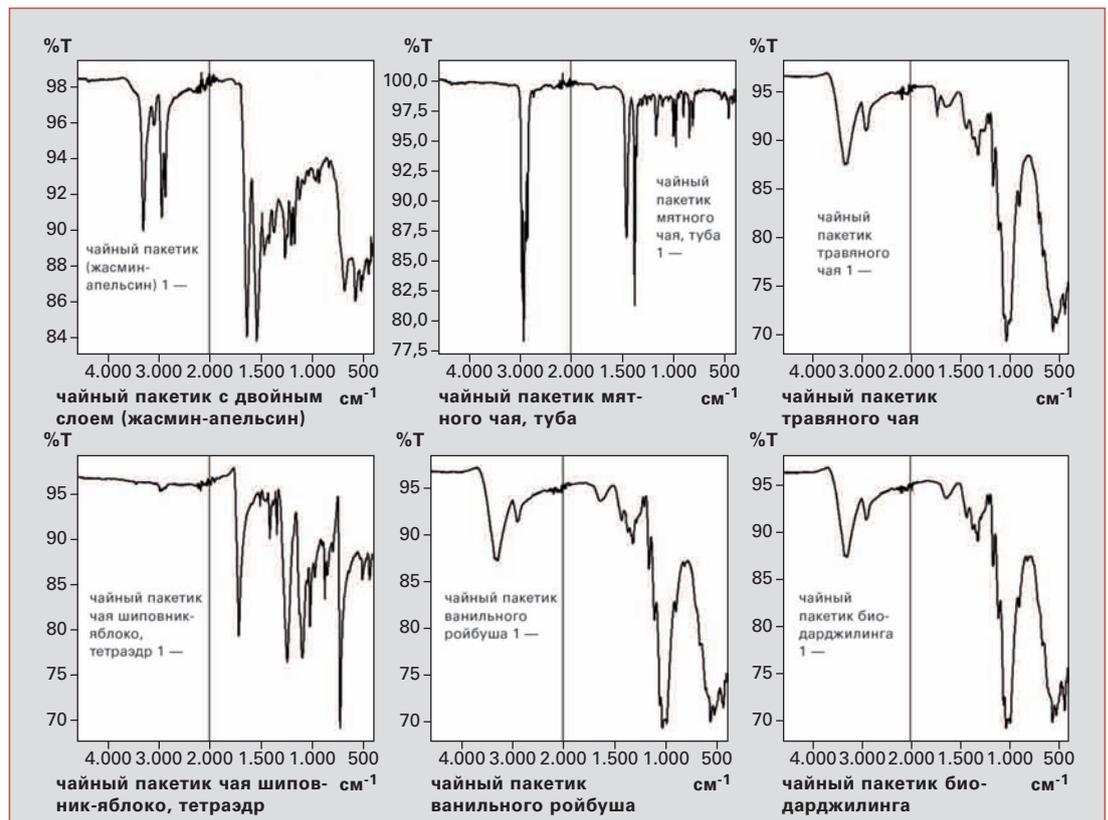


Рисунок 1: ИК-спектры чайных пакетиков, измеренные с помощью приставки НПВО с алмазной призмой, сверху (1-3, слева направо) и снизу (4-6, слева направо): 1 (чай жасмин-апельсин) – нейлон, 2 (мятный чай) – полипропилен, 3 (травяной чай) – целлюлоза плюс ПЭТ, 4 (чай шиповник-яблоко) – ПЭТ, 5 и 6 (ванильный роибуш и био-дарджилинг) – целлюлоза

нако совместная оценка результатов ИК-спектроскопии и ЭДРФА ясно показывает, что чайные пакетики изготовлены из ПЭТ (ИК) и содержат около 200 ppm сурьмы (ЭДРФА). С помощью ЭДРФА можно выполнять количественные измерения как с использованием, так и без использования стандартных образцов на уровне до единиц ppm. Но сравнивая раз-

личные методы анализа, нужно отметить, что пределы обнаружения и правильность методов АА- и ИСП-спектроскопии по-прежнему превосходят ЭДРФА. Большая правильность обычно связана с более сложной пробоподготовкой. Приоритет в выборе метода зависит от потребностей пользователя.

Шедевр аналитических измерений

Обнаружение сурьмы в пакетиках с помощью ЭДРФА привело к следующему шагу: анализу заваренного чая. Для исследования водных растворов требуется более чувствительный метод анализа, которым является оптическая эмиссионная спектроскопия с индукционно связанной плазмой (ИСП-ОЭС). Пределы обнаружения ИСП-ОЭС находятся на уровне ppb [мкг/л] и ниже. Для определения сурьмы закономерно выбирают технику предварительной генерации гидридов. При использовании этой техники такие элементы в образце как ртуть,

мышьяк, селен, сурьма вступают в реакцию с раствором NaBH_4 , образуя газообразные соединения (предварительная реакция). На следующей стадии газообразная фаза отделяется от оставшейся жидкости, и в дальнейшем происходит измерение только газовой фазы, содержащей гидриды элементов. В отличие от обычного прямого распыления образцов (при котором только 2-4% образца переходит в аэрозоль), использование техники генерации гидридов позволяет измерять почти 100% гидридообразующих элементов (газовая фаза после предварительной реакции).

Это обеспечивает более высокую чувствительность и, кроме того, позволяет отделить элементы от матрицы. Пакетик, чайный пакетик и рассыпной чай. Были выбраны три чайных пакетика, изготовленных из различных материалов. Чай был удален из пакетиков для того, чтобы оценить, из какого материала будет высвобождаться наибольшее количество сурьмы. ♦



Чайные пакетики в сравнении: целлюлозный без ПЭТ, нейлоновый или полипропиленовый с ПЭТ без целлюлозы

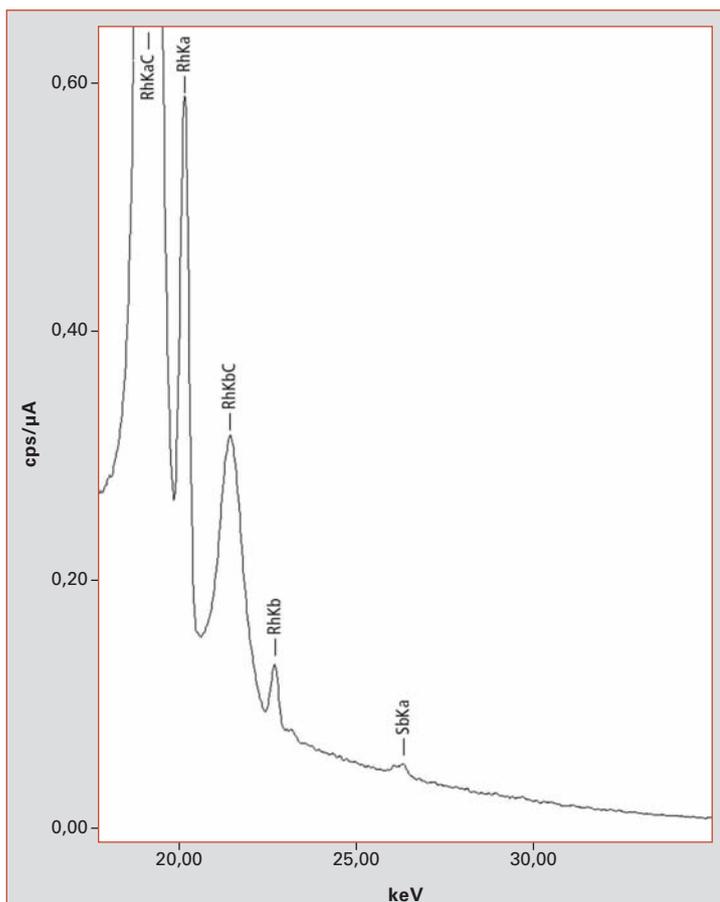


Рисунок 2: Фрагмент рентгеновского спектра с линиями Rh и Sb. Линии Rh представляют собой фон от рентгеновской трубки, имеющей родиевый анод. Сурьму (Sb) используют в производстве ПЭТ, но не применяют при изготовлении целлюлозы

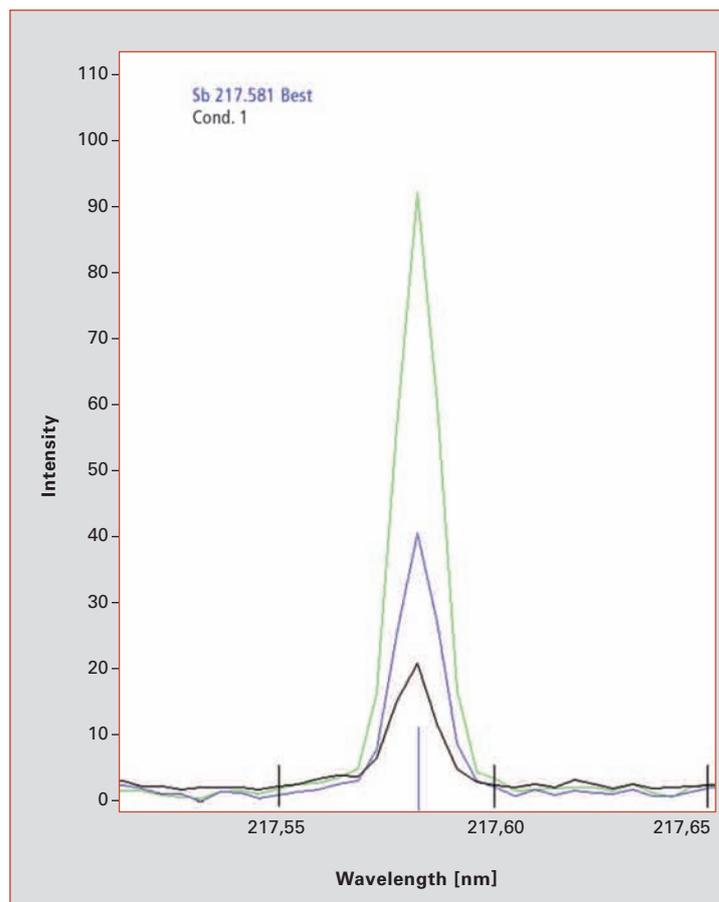


Рисунок 3: Профили линии сурьмы, полученные с помощью ИСП-спектрометра, для растворов с концентрацией сурьмы 5 мкг/л (голубой), 10 мкг/л (зелёный) и пятикратно разбавленного чая, изначально заваренного в пакетике из ПЭТ с тонкой структурой (чёрный)

После этого каждый образец заливали 200 мл кипящей водопроводной воды и заваривали в течение 5 минут. Было установлено, что вода, которой заваривали целлюлозный пакетик (со слоем ПЭТ), содержит $1,8 \pm 0,5$ мкг/л сурьмы. Вода, которой заваривали другой пакетик (изготовленный из грубой ПЭТ-структуры), содержит $2,8 \pm 0,3$ мкг/л сурьмы. Результаты показали, что в обоих случаях концентрация сурьмы находится в допустимых пределах, которые не были превышены, так как обычная водопроводная вода может содержать до 3 мкг/л сурьмы, а питьевая вода – до 5 мкг/л. Чайный пакетик, на 100 % изготовленный из целлюлозы, не исследовали. Последним изучали пакетик, изготовленный из ПЭТ с тонкой структурой. Из этого образца в воду перешло наибольшее количество сурьмы, которое составило $8,4 \pm 0,8$ мкг/л после 5 минут заваривания, что значительно превышает максимальную

концентрацию, заданную Директивой Совета ЕС 98/83/ЕС. Причиной такой значительно более высокой концентрации является то, что образец изготовлен из «тонко структурированного» ПЭТ. Площадь поверхности этого материала значительно больше по сравнению с пакетиком из ПЭТ грубой структуры. Как следствие, из-за тонкой структуры площадь контакта материала с жидкостями сильно возрастает. Целлюлозный пакетик со слоем ПЭТ тоже имеет большую площадь поверхности, но количество ПЭТ в таком материале достаточно мало, поэтому экстракция сурьмы жидкостью ограничена. Поскольку тонкая структура ПЭТ оказалась важным фактором, дальнейшие эксперименты сосредоточились в этом направлении. Пакетик с чаем (шиповник и яблоко) был заварен при вышеуказанных условиях, при этом концентрация сурьмы в жидкости составила $15,4 \pm 0,5$ мкг/л.

Различные компоненты в чае влияют на свойства поверхности пакетика так, что способствуют увеличению экстракции сурьмы в жидкость.

Сурьма в самом чае?

Анализ показал, что в том же чае, заваренном без пакетика, концентрация сурьмы составляет только $2,3 \pm 0,1$ мкг/л. Таким образом, чай является безопасным для потребления. Кроме того, в чае было проверено содержание других элементов, поскольку ИСП-ОЭС позволяет определять все длины волн одновременно. Было подтверждено отсутствие, например, мышьяка, ртути и селена. Были зарегистрированы только линии сурьмы (рисунок 3).

Заключение

Показано, что последствия использования современных материалов не всегда можно пред-

усмотреть. Чайный пакетик из материала с высоким содержанием сурьмы и высокой степенью экстракции этого элемента в воду во время заваривания (до концентрации $15,4 \pm 0,5$ мкг/л) внешне больше похож на целлюлозу (см. изображение), чем на пластик. Очевидно, что при его изготовлении была имитирована структура традиционно используемого целлюлозного пакетика. Использование ИК-спектроскопии, ЭДРФА и ИСП-ОЭС позволяет раскрыть и расследовать такие неприятные истории.

Acknowledgements

Особая благодарность господину Альберт Ван Оуен (Carat) в выявлении сути в этом увлекательном исследовательском проекте

Кругосветное путешествие Гензо Шимадзу



Гензо в Дуйсбурге

Основанная в 1875 году в японском городе Киото компания Шимадзу прошла путь от мастерской до транснациональной корпорации. Спустя 140 лет, Шимадзу является одним из лидирующих мировых производителей аналитического оборудования и систем для диагностической визуализации. Шимадзу осуществляет производственную и дистрибьюторскую деятельность в 76 странах мира, штат компании насчитывает более десяти тысяч сотрудников.

Основатель компании Гензо Шимадзу, несомненно, был бы очень горд, увидев, какого уровня развития достигла на сегодняшний момент времени основанная им компания. Знаменательным событием стал первый полёт на воздушном шаре в Японии. На этом воздушном шаре, спроектированном им самим, Гензо Шимадзу пролетел над Императорским Дворцом в Киото. Полёт на воздушном шаре и освоение воздушного пространства в последующие годы явились толчком к пере-



... и в Ховбройхаусе в Мюнхене

ходу от эпохи промышленной революции к эпохе науки.

По случаю 140-летнего юбилея с момента основания компания Шимадзу запустила корпоративное мероприятие, которое задействовало сотрудников компании по всему миру. Традиционная японская кукла, олицетворяющая основателя Шимадзу, путешествовала по миру, посещая представителей компании Шимадзу на всех пяти континентах. Каждый сотрудник корпорации поставил

свою подпись в памятной книге Шимадзу, страницы которой сделаны из традиционной японской рисовой бумаги, в знак своей принадлежности к семье Шимадзу. Ведь без ценных сотрудников история компании Шимадзу не была бы столь впечатляющей. Эти корпоративные события запечатлены в памятных фотографиях, которые размещены на цифровой карте. Таким образом, каждый сотрудник виртуально был вовлечён в путешествие Гензо по всему миру. Кукла Гензо Шимадзу начала свое путешествие по Европе в феврале 2015 года и погостила в двенадцати странах, прежде чем посетить Россию и вернуться в Японию в июне.

Тур по Европе

Февраль

- Мюнхен, Германия
- Дармштадт, Германия
- Йена, Германия

Март

- Берлин, Германия
- Ганновер, Германия
- Лангенфельд, Германия
- Дуйсбург
- Базель
- Загреб, Хорватия
- Сараево, Босния и Герцеговина

Апрель

- Белград, Сербия

Изобретатели Гензо и Никола
Тесла в Белграде

- Вена, Австрия
- Прага, Чехия
- Братислава, Словакия
- Милан, Италия
- Париж, Франция
- Лион, Франция

Май

- Хертогенбос, Голандия
- Милтон-Кинс, Великобритания
- Шотландия, Великобритания
- Манчестер, Великобритания

Июнь

- Москва, Россия
- Санкт-Петербург, Россия
- Владивосток, Россия

Июль

- Киото, Япония



Прошедшее в марте в европейской штаб-квартире Shimadzu (Дуйсбург, Германия) мероприятие «День поточного ТОС анализа» показало, насколько актуальным становится данный тип анализа. Всё чаще и чаще используются анализаторы для проведения онлайн измерений в потоке в качестве замены классическому лабораторному исследованию. Общий органический углерод (ТОС) является важным параметром в области мониторинга воды и при этом может быть легко определён в режиме онлайн.

Мероприятие Shimadzu посетили порядка 25 человек: проектировщики и инженеры из различных секторов промышленности. В качестве приглашенных ораторов выступили представители из научных кругов, а также химической, фармацевтической и бумажной промышленности, представившие разнообразные лекции для участников.

Показатель ТОС: гарантия качества продукции, защита предприятия и оборудования

В докладе «Мониторинг сверхчистой воды», представленном Ульрихом Рихтером из компании infraLeuna GmbH, особое внимание было уделено воде не только как растворителю, но и как источнику энергии.

Наличие в Германии большого количества химических предприятий приводит к необходимости в большом количестве воды. Для удовлетворения существующего спроса генерируется до 350 м³/ч пара в различных диапазонах давления. Большая часть генерируемой воды задействована в различных химических процессах в качестве источника энергии.

Сверхчистая вода имеет важное значение для предотвращения повреждения технологических линий и продукции. Органические примеси в воде могут оказать негативное влияние на качество при производстве, а также при переработке химически чистых веществ. Показатель ТОС в данном случае выступает в качестве индикатора уровня органических примесей.

Быстрый и информативный анализ

День ТОС в Дуйсбурге: 25 экспертов обмениваются информацией о новейших применениях ТОС

Предельно допустимая концентрация ТОС в сверхчистой воде составляет 0,1 мг/л.

Используемая сверхчистая вода возвращается обратно в систему, а её качество оценивается с помощью показателя ТОС. Для химической промышленности особенно характерна возможность попадания большого количества углеродов в конденсат, например, из-за утечки в теплообменниках. Для защиты оборудования от высоких уровней загрязнения обратный конденсат следует проверять по показателю ТОС и утилизировать, если наблюдается превышение предельно допустимого значения.

Проблемы, связанные с очисткой сточных вод

Ещё одна лекция («Является ли ТОС ключевым параметром мониторинга процесса очистки?»), Питер Маурер, Университет Штутгарта, Германия, Гражданские и инженерно-экологические науки) наглядно продемонстрировала основные проблемы, с которыми сталкиваются городские очистные сооружения. Промышленные очистные сооружения осуществляют очистку сточных вод до определённого согласованного значения ключевых показателей.

В начале процесса очистки «легко» разлагаемые вещества деградируют на стадии биологической очистки. Тем не менее, многие классы присутствующих в сточных водах веществ очень трудно

разлагаются или практически не подвержены разложению с помощью биологических процессов в очистных сооружениях. В конечном счёте, эти вещества поступают в муниципальные очистные сооружения, которые, в свою очередь, сталкиваются с ещё большими трудностями при их удалении из воды.

Так, микробиологическое разложение происходит не полностью или не осуществляется вовсе, поэтому для очистки воды используются фильтры с различными абсорбирующими наполнителями, такими как активированный уголь или песок. В настоящее время разработаны и оптимизированы различные методы фильтрации и абсорбции.

При очистке сточных вод показатель ТОС является ценным и значимым параметром. Даже если отдельные соединения присутствуют в сточных водах в низких концентрациях (порядка мкг/л), то с помощью показателя ТОС можно оценить их суммарное содержание. Определение отдельных показателей требует слишком много времени для эффективной оптимизации процесса.

В такой ситуации становится очевидным, что, хотя показатель ХПК (химическое потребление кислорода) и используется в качестве суммарного параметра, чувствительность определения при этом не очень высока. Предел обнаружения метода ХПК (в соответствии с DIN 38409) составляет

15 мг/л, что недостаточно для представленных выше исследований.

Бумажная промышленность: получение оперативной информации с помощью ТОС

Суммарный показатель ТОС находит применение и в бумажной промышленности. Ханс-Томас Армбрустер, представитель бумажной фабрики August Koehler AG, рассказал, что на одном станке изготавливается порядка 35-ти различных типов бумаги, при этом до 20-ти типов бумаги меняется каждый месяц.

Для каждого типа бумаги используются определённые исходные материалы и химические вещества, в результате чего и меняется состав сточных вод. По сравнению с ХПК измерение показателя ТОС значительно сокращает время анализа, что является ценным преимуществом, поскольку состав сточных вод на очистных сооружениях меняется с изменением типа бумаги. Использование показателя ТОС позволяет сотрудникам очистных станций получать оперативную информацию о поступающих сточных водах.

Информация о содержании ТОС также актуальна и для производителя бумаги, так как состав сточных вод предоставляет данные о дозировке исходных материалов и химических веществ. Таким образом, параметр ТОС в дополнение к другим параметрам, таким как pH и проводимость, может помочь уточнить количество добавляемых соединений.

ТОС-анализаторы: специфические конфигурации

Насколько разнообразны области применения анализаторов ТОС в химической промышленности, настолько же разнообразны и требования, предъявляемые к самой системе. Например, вода на этапе производства косметического сырья содержит большое количество жиров и подобных веществ. В этом случае акцент сделан на отборе пробы, потому что жиры, накопленные в течение времени на системе отбора проб ТОС-анализатора, могут вызывать её загрязнение. Для предотвращения

этого в систему была встроена промывка горячей водой.

Отбор проб и интеграция оборудования при поточном анализе требуют индивидуального решения для каждого измерения. Система должна быть адаптирована к производственному процессу, а не наоборот.

Доктор Мартин Герлах из Bayer Technology Services и Томас Пюцер из компании BASF обсуждали роль технологии онлайн-анализа процессов (PAT). Важность онлайн-измерений для управления технологическими процессами, оптимизации и контроля качества продукции неуклонно растёт. Актуальны технологии онлайн-

анализа процессов и с точки зрения охраны окружающей среды. Использование инновационных систем потокового анализа является ключевым моментом, позволяющим оптимизировать управление технологическими процессами и повысить качество продукции. При этом используются различные аналитические методы

и определяются разнообразные показатели. Среди всех этих показателей параметр ТОС играет важную роль.

ПРИМЕНЕНИЕ

Определение органических загрязнений в сточных водах

Сравнение параметров ТОС и ХПК

Европейский союз по-прежнему ограничивает использование токсичных химических веществ. К последним, например, относятся соединения хрома VI (Cr, VI), которые, в свою очередь, используются в качестве добавок для гальванических элементов и древесины. В соответствии с приложением XIV технического регламента Евросоюза REACH «Порядок государственной регистрации, экспертизы и лицензирования химических веществ», имеющего отношение ко всем химическим веществам, производимых в Европе или импортируемых в Европу, соединения хрома отнесены к высокотоксичным соединениям. При этом они являются одним из наиболее важных реагентов при измерении показателя ХПК (химическое потребление кислорода), который используется для количественной оценки суммарного загрязнения сточных вод органическими соединениями.

Определение показателя ХПК

Значение ХПК указывает на то количество кислорода, которое необходимо для химического окисления органических соединений в сточных водах. Для этой цели к пробе добавляют сильный окислитель (хромат-ионы) и за счёт понижения степени окисления хрома от +6 до +3 происходит

окисление веществ в пробе. При определении показателя ХПК измеряется необходимое количество хромат-ионов и пересчитывается на количество выделяющегося кислорода. Кроме органических веществ в результат измерения ХПК вносят свой вклад присутствующие в пробе нитриты, бромиды, иодиды, ионы некоторых металлов и некоторые соединения серы, которые также подвержены химическому окислению.

Определения показателя ТОС

В отличие от ХПК при определении показателя ТОС вредные химические вещества не используются. Параметр ТОС определяется в результате прямого измерения органического углерода в образце, следовательно, ТОС непосредственно отражает уровень загрязнения сточных вод органическими соединениями. При определении показателя ТОС образец, как правило, предварительно подкисляют с целью перевода таких неорганических соединений как карбонаты и гидрокарбонаты в диоксид углерода, который впоследствии удаляется продувкой воздухом. Оставшиеся органические соединения в пробе преобразуются в диоксид углерода посредством низкотемпературного термокаталитического либо мокрого химического окисления, далее образующийся диоксид

углерода определяется с помощью бездисперсионного ИК-детектора. Такой специфический способ обнаружения делает параметр ТОС независимым от возможных влияний, описанных ранее для других параметров. В связи с этим параметр ТОС отмечается в нормативной документации по анализу объектов окружающей среды как необходимый к определению. Дополнительным преимуществом этого метода является относительно простые превращения при непрерывном процессе мониторинга.

Корреляция между параметрами ХПК и ТОС

В последнее время параметр ХПК активно замещается параметром ТОС. Однако, стоит отметить, что до сих пор предельно допустимое содержание органических загрязнений в сточных водах лимитируется показателем ХПК, поэтому всё более актуальным становится понимание коэффициента корреляции между параметрами ХПК и ТОС. Это соотношение может быть установлено только эмпирическим путем, так как различается в зависимости от типа пробы.

Пример 1: Глюкоза (C₆H₁₂O₆)

1,000 мг/л
ХПК = 1,067 мг/л
ТОС = 400 мг/л
Соотношение ХПК/ТОС = 2,66

Пример 2: Ацетон (C₃H₆O)

1,000 мг/л
ХПК = 207 мг/л
ТОС = 621 мг/л
Соотношение ХПК/ТОС = 3,55

Пример 3: Этанол (C₂H₆O)

1,000 мг/л
ХПК = 2,087 мг/л
ТОС = 522 мг/л
Соотношение ХПК/ТОС = 4,00

Приведённые выше примеры демонстрируют разброс в значении коэффициента корреляции. Кроме того, в результате измерения ХПК вносят свой вклад присутствующие в пробе нитриты, бромиды, иодиды, ионы некоторых металлов и некоторые соединения серы. Вот почему коэффициенты корреляции для сточных вод могут лежать в диапазоне от 2,5 до 4 и варьироваться в зависимости от изменения состава сточных вод.

Заключение

В отличие от ХПК при определении показателя ТОС не используются вредные химические вещества. Коэффициент корреляции между ХПК и ТОС зависит от ряда факторов, поэтому может изменяться. Таким образом, наиболее целесообразно сразу определять предельные значения на основе параметра ТОС, который будет постоянным для любого типа сточных вод.

Прибавление в семействе

LCMS-8060 – новая модель в линейке сверхбыстрых масс-спектрометров Shimadzu



Рисунок 1: Модель LCMS-8060, которая демонстрирует высочайший уровень быстродействия в сочетании с уникальной чувствительностью

Корпорация Shimadzu была первой, кто реализовал высокоскоростные технологии в масс-спектрометрии, чтобы полностью удовлетворить потребности пользователей в быстродействующих и чувствительных масс-спектрометрических детекторах для систем сверхбыстрой хроматографии сверхвысокого разрешения (УВЖХ).

Модели линейки UFMS (Ultra Fast Mass Spectrometry, сверхбыстрая масс-спектрометрия), такие как LCMS-8040/8050 и GCMS-TQ8040, фактически установили новый стандарт быстродействия tandemных масс-спектрометров. Новая модель LCMS-8060 (рис. 1) также характеризуется высочайшим

уровнем производительности и быстродействия и призвана изменить существующие представления о пределах чувствительности современных аналитических приборов.

От своего предшественника, модели LCMS-8050, новый масс-спектрометр унаследовал инновационную систему электрораспылительного газа «Heated-ESI», возможность сверхбыстрого (5 мс) переключения полярности ионизации, быстродействующие квадрупольные анализаторы масс и ячейку соударительной диссоциации третьего поколения UFSweeper III. Оба прибора, LCMS-8050 и LCMS-8060, на сегодняшний день

являются самыми быстродействующими tandemными жидкостными масс-спектрометрами:

скорость сканирования полного диапазона масс достигает величины 30.000 а.е.м./с, а минимальное

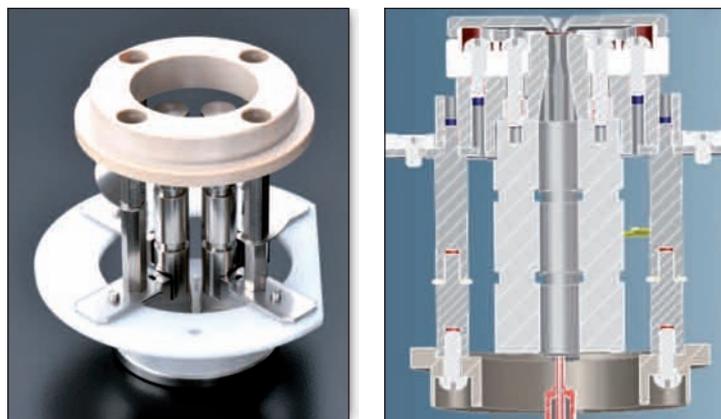


Рисунок 2: Система ионной оптики UF Qarray, обеспечивающая высочайшую чувствительность LCMS-8060

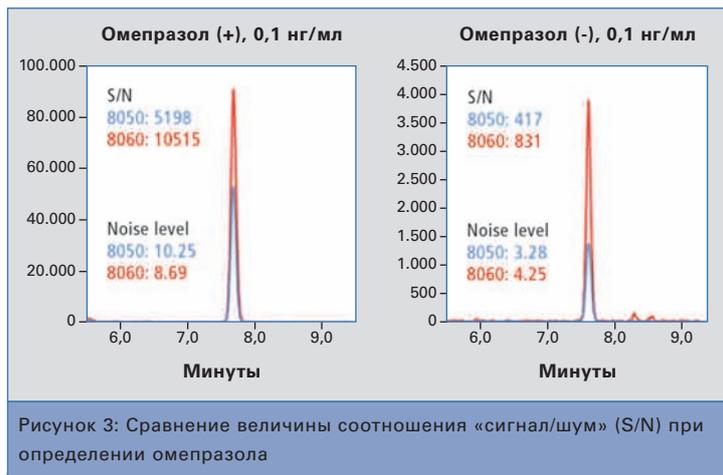


Рисунок 3: Сравнение величины соотношения «сигнал/шум» (S/N) при определении омепразола

время регистрации MRM-перехода составляет всего 0,8 мс.

Высочайшее быстродействие в сочетании с уникальной чувствительностью

При разработке нового масс-спектрометра основное внимание было уделено максимальному повышению чувствительности анали-

за. Система ионизации «Heated-ESI» существенно увеличивает эффективность ионизации и десольватации, поэтому для ещё большего увеличения чувствительности необходимо добиться минимального уровня потерь ионов на пути от источника ионизации до анализатора масс. На величину соотношения «сигнал/шум» и, соответственно, на чувствительность анализа также оказывает существенное влияние загрязнение камеры ионизации и элементов ионной оптики. Поэтому те элементы конструкции, которые ответственны за транспорт ионов, были существенно усовершенствованы в новой модели. Новая система ионной оптики UF Qarray (рис. 2), усовершенствованная линия десольватации и мощная система вакуумирования обеспечивают сфокусированный поток ионов с минимальными потерями.

Оптимизированные конструкции UF Qarray и линии десольватации к тому же существенно меньше подвержены загрязнению. Всё это в комплексе приводит к значительному усилению интенсивности сигналов целевых компонентов (рис. 3) при том, что интенсивность шума не возрастает и остаётся на уровне, характерном для предыдущих моделей масс-спектрометров. Таким образом, соотношение «сигнал/шум» достигает впечатляющих величин, что делает модель LCMS-8060 самым чувствительным tandemным жидкостным масс-спектрометром на рынке.

Такой уровень чувствительности позволяет количественно опреде-

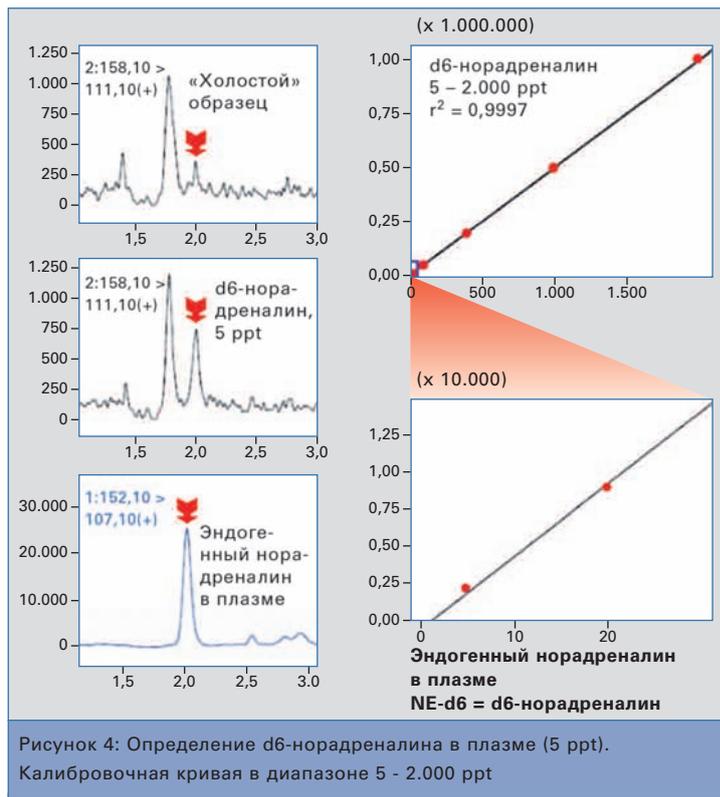


Рисунок 4: Определение d6-норадреналина в плазме (5 ppt). Калибровочная кривая в диапазоне 5 - 2.000 ppt

лять целевые соединения на следовом уровне. Это особенно важно при анализе образцов со сложной матрицей, например, биологических жидкостей или экстрактов из пищевых продуктов. Для снижения interfering влияния матрицы такие образцы, как правило, разводят, и при этом, естественно, снижается концентрация определяемых целевых компонентов. Для наглядности можно привести пример количественного определения дейтерированного норадреналина (используется в качестве внутреннего стандарта при количественном определении катехоламинов и их метаболитов в плазме крови). Как видно из рисунка 4, d6-норадреналин количественно определяется в плазме в концентрации 5 ppt. Таким образом, новая модель в линейке масс-спектрометров UFMS может быть успешно использована для решения задач в области лабораторной медицины и может прийти на смену традиционным методам анализа.

Унифицированное программное обеспечение

Тандемная масс-спектрометрия находит всё большее применение как точный, высокочувствительный и надёжный метод количе-

ственного и качественного анализа в самых различных областях: от охраны окружающей среды до клинических исследований.

Соответственно, перед производителями аналитического оборудования встаёт задача сделать работу с приборами, включая и обработку полученных результатов, максимально простой и удобной. Специалисты Shimadzu уделяют особое внимание постоянному совершенствованию как конструкции масс-спектрометров, так и программного обеспечения.

Как и в предыдущей модели, LCMS-8050, в новом масс-спектрометре пользователь может заменять источник ионизации (например, систему электрораспылительной ионизации на систему химической ионизации при атмосферном давлении и наоборот) за считанные минуты. При этом не требуется отключать кабели или отсоединять подводящие трубки. Замену линии десольватации также можно провести быстро и без сброса вакуума. Оптимизированная конструкция ионной оптики UF Qarray обеспечивает лёгкость профилактического обслуживания и минимизирует время простоя прибора. ▶

2015 LCMS-8060
 Модель, которая меняет представления о пределах чувствительности аналитических приборов

2013 LCMS-8050
 Первый в мире масс-спектрометр, в котором была реализована скорость сканирования 30.000 а.е.м./с, а время переключения полярности ионизации было сокращено до 5 мс. При этом чувствительность возросла в 30 раз по сравнению с моделью LCMS-8030

2012 LCMS-8040
 Усовершенствованная версия модели LCMS-8030 с увеличенной в пять раз чувствительностью

2010 НАЧАЛО LCMS-8030
 Первый в мире масс-спектрометр со скоростью сканирования 15.000 а.е.м./с и временем переключения полярности ионизации 15 мс

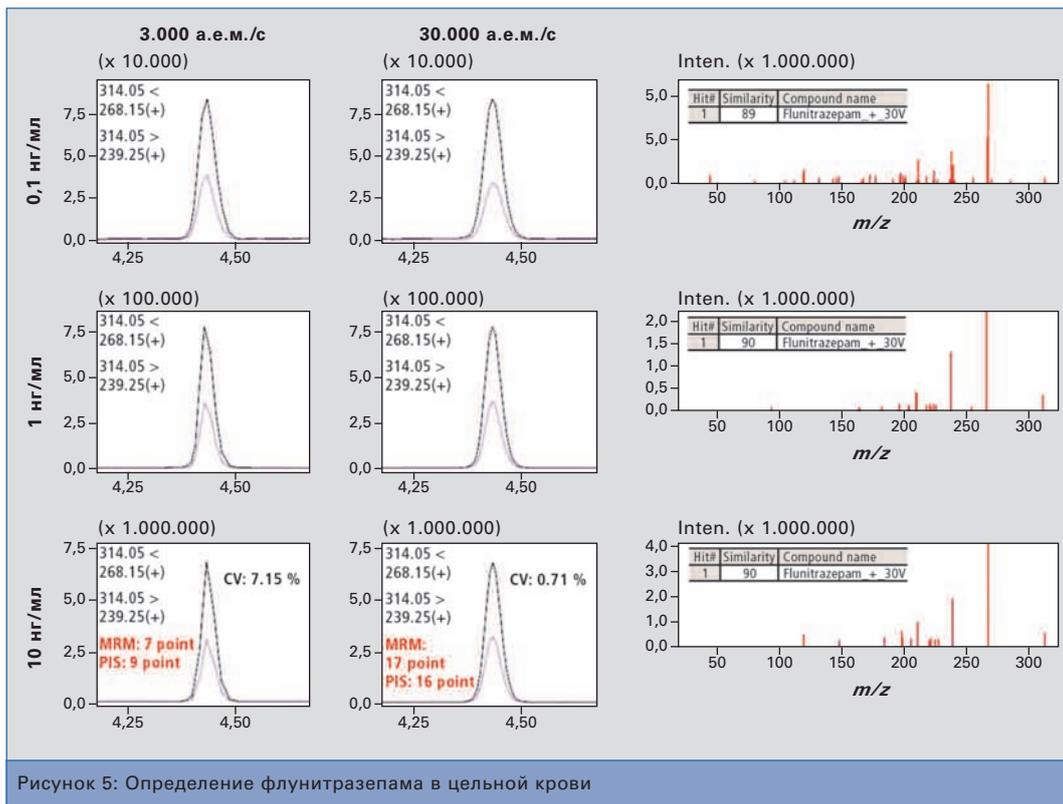


Рисунок 5: Определение флунизепема в цельной крови

Все масс-спектрометры линейки UFMS комплектуются программным обеспечением серии LabSolutions с унифицированным пользовательским интерфейсом. Для облегчения и интенсификации обработки больших массивов количественных данных может быть использован новый программный пакет LabSolutions Insight, который позволяет буквально в несколько кликов мышью выбрать из сотен результатов именно те, которые представляют интерес для пользователя.

Дополнительные возможности

Быстродействие масс-спектрометров UFMS позволяет приборам в ходе одного анализа работать в комбинированных режимах измерения. Так, например, режим синхронизированного сканирования, «Synchronized Survey Scan», позволяет одновременно с регистрацией MRM-переходов получать полные масс-спектры продуктов фрагмента-

ции (режим работы MRM/Product ion Scan). Режим сканирования продуктов фрагментации автоматически запускается по достижении заданного уровня интенсивности MRM-сигнала целевого компонента. Таким образом, в ходе исследования одного образца пользователь получает как точные количественные данные (MRM), так и подтверждающие качественные результаты, позволяющие надёжно идентифицировать целевое соединение за счёт анализа масс-спектра продуктов фрагментации последнего. Это существенно увеличивает точность и информативность анализа.

Разумеется, использование комбинированного режима измерения не сказывается на качестве получаемых результатов (воспроизводимости, чувствительности и т.п.). Это видно из рисунка 5, где приведены результаты качественного и количественного определения флунизепема в образце цельной крови. В левой части рисунка показаны хромо-

графические пики флунизепема, полученные в режиме регистрации MRM-переходов, а в правой части – масс-спектры продуктов фрагментации лекарственного средства. Как видно, даже при максимальной скорости сканирования (30.000 а.е.м./с) не наблюдается снижение интенсивности сигналов, более того, высокие скорости сканирования и регистрации MRM-переходов (второе слева изображение) способствуют увеличению воспроизводимости получаемых результатов: чем выше скорость регистрации MRM-переходов, тем большее количество точек данных приходится на один пик целевого соединения.

Повышение эффективности работы

Для интенсификации и облегчения работы аналитических лабораторий жидкостные хромато-масс-спектрометры Shimadzu могут комплектоваться готовыми пакетами аналитических методик (Method Packages).

Пакеты методик представляют собой комплексное решение аналитической задачи, включая метод-файлы с условиями хроматографического разделения и работы масс-спектрометра в режимах регистрации MRM-переходов и Product ion Scan и библиотеки масс-спектров продуктов фрагментации целевых соединений. В настоящее время пользователям предлагается более десяти вариантов пакетов методик для использования в различных областях: охрана окружающей среды, токсикология и судебная медицина, фармацевтика, биохимия и др.

Как правило, анализ образцов с помощью тандемной масс-спектрометрии предусматривает предварительную настройку многочисленных параметров работы прибора и задание условий анализа, что может стать достаточно сложной задачей для неподготовленного пользователя. Функция автоматической оптимизации условий регистрации MRM-переходов существенно сокращает и облегчает подготовку к исследованию. Теперь пользователю достаточно всего лишь указать интересующие целевые соединения. Программное обеспечение автоматически рассчитает массы соответствующих ионов (протонированные/депротонированные варианты и варианты с возможными аддуктами) и будет учитывать их в процессе автоматической оптимизации режима измерения (выбор дочерних ионов с максимальной интенсивностью сигнала в зависимости от энергии соударительной диссоциации).

LCMS-8060 на сегодняшний день является, пожалуй, самым совершенным жидкостным тандемным масс-спектрометром на рынке и демонстрирует уникально высокие чувствительность и производительность в сочетании с выдающейся надёжностью и удобством эксплуатации.