

ОБЛАДНАННЯ

НАСТОЛЬНЫЙ ТАНДЕМНЫЙ ГХ/МС С ТРОЙНЫМ КВАДРУПОЛЕМ – AGILENT GC/QQQ 7000В. АНАЛИЗ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ИЗВЕСТНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Тенденции развития газохроматографического анализа и пути решения сложных аналитических задач

Общие тенденции развития аналитического приборостроения направлены на сокращение стадий процедур подготовки проб, как наиболее трудоёмкой части химического анализа. Упрощение пробоподготовки становится возможным при использовании особых приёмов в хроматографической части анализа и, с другой стороны, применением более сложных детекторов. Проведение газохроматографического анализа проб, подготовленных по упрощённым процедурам на хроматографах Agilent Technologies, возможно за счёт 1) усложнения хроматографической части анализа путём применения микропереключателей потоков и реализации различных вариантов двумерной газовой хроматографии, 2) использовании более селективных детекторов. Предлагаемый газовый хроматограф Agilent 7890А с tandemным трёхквadrupольным анализатором масс модели 7000В является примером реализации второго подхода.

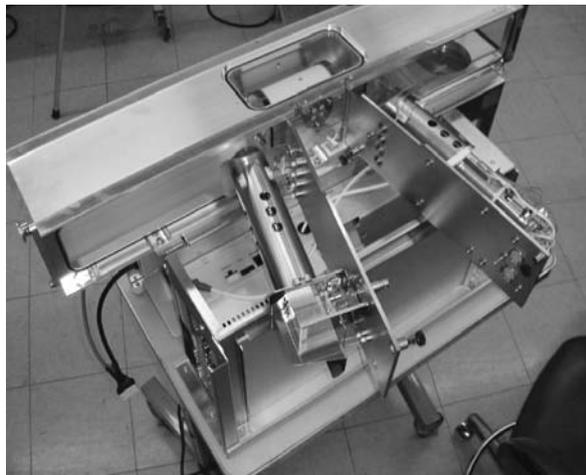


Рис. 1. Agilent QQQ 7000В масс-детектор с двумя квадрупольными на дверцах в позиции для сервиса

Новый tandemный газохроматографический детектор с тройным квадрупольным анализатором

Элементы конструкции нового детектора основаны на опыте производства и эксплуатации многих поколений газовых и жидкостных хромато-масс-спектрометров Agilent Technologies. Два квадрупольных анализатора масс, установленных последовательно (в "тандеме"), выполнены из монолитного кварца с системой независимого подогрева, исключаяющей необходимость какой-либо их очистки или

обслуживания. Позолоченная поверхность полюсов квадруполя имеет гиперболический профиль, что обеспечивает существенно более высокую пропускную способность ионов и, следовательно, самые низкие пределы обнаружения. Настольный масс-детектор Agilent QQQ 7000B по ширине занимает немногим больше места, чем одноквадрупольный (SQ) Agilent 5975C. Традиционное размещение анализаторов масс на дверцах вакуумной камеры (Рис.1) обеспечивает простой доступ к ионному источнику и динодному трёхкоординатному детектору – единственным узлам детектора, которым требуется периодическое обслуживание.

Принцип работы детектора Agilent QQQ 7000B

Конструкция трёхквадрупольного детектора схематично представлена на рис.2. Ионы из источника проходят через первый анализатор масс (квадруполь Q1) и попадают в гексапольную ячейку столкновений (Q2), в которой происходит их дополнительная фрагментация за счёт соударения с атомами гелия. Далее ионы проходят через второй анализатор масс (квадруполь Q3) и попадают в детектор. Путь ионов в детекторе претерпевает три последовательных поворота на 90° через отверстия в экранах расположенных ортогонально друг другу, прежде чем попасть в высокоэнергетический динод, который преобразует поток ионов в поток электронов, и которые, в свою очередь, регистрируются при помощи электронного умножителя (рис.2). Такая конструкция детектора исключает попадание нейтральных молекул высокой энергии в динод, что приводит к пятикратному снижению уровня шума. Таким образом, гиперболический профиль полюсов квадруполей в сочетании с трёхкоординатным детектором обеспечивает значительное преимущество в чувствительности детектора модели Agilent 7000B, по сравнению с аналогичными детекторами любых других моделей.

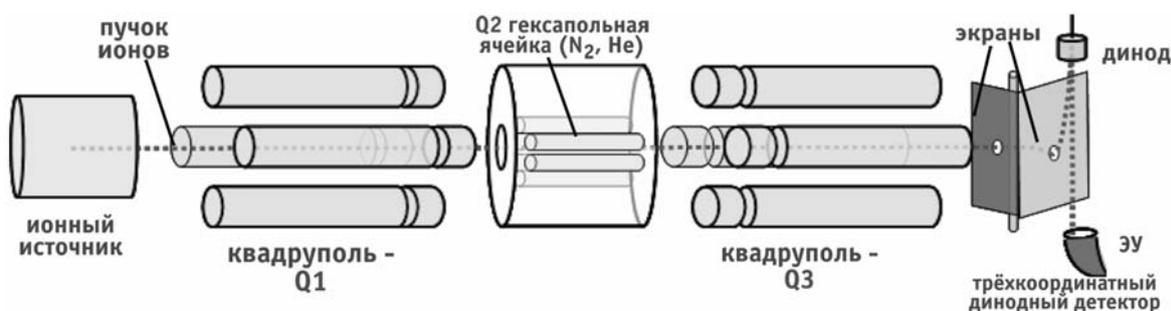


Рис. 2. Схема масс-детектора Agilent 7000B с трёхквадрупольным анализатором масс

Масс-спектрометр может работать во многих режимах. Однако наиболее часто используется режим SRM или MRM (Single или Multiple Reaction Monitoring) – мониторинг одной или многих реакций различных веществ в гексапольной ячейке столкновений.

Процессы, протекающие в приборе на различных стадиях обработки и сортировки ионов, можно проиллюстрировать на примере, приведенном на рис. 3. В масс-анализатор из источника поступает смесь ионов, возможно от разных соединений, из которой первый квадруполь, настроенный в режим фильтрации выбранного иона (SIM), пропускает только ионы с соотношением m/z 210. При этом нет гарантии, что другие молекулы, которые также могут образовывать ионы с тем же соотношением массы к заряду, не вносят свой вклад в сигнал. Поэтому, ионы с m/z 210 поступают в гексапольную ячейку столкновений, где достигается их повторная

фрагментация за счёт соударений с нейтральными атомами гелия под действием дополнительной энергии, сообщаемой гексаполем.

Вероятность одинаковой фрагментации дочерних ионов от разных веществ пренебрежимо мала. Третий квадруполь, настроенный в режим SIM, "выбирает" из полученной смеси вторичных ионов только те, которые относятся к анализируемому соединению (m/z 158 и 191), не позволяя дочерним ионам от примесей попадать в детектор. При таком режиме работы гарантируется измерение исключительно ионов целевого соединения, а уровень фона снижается в десятки раз.

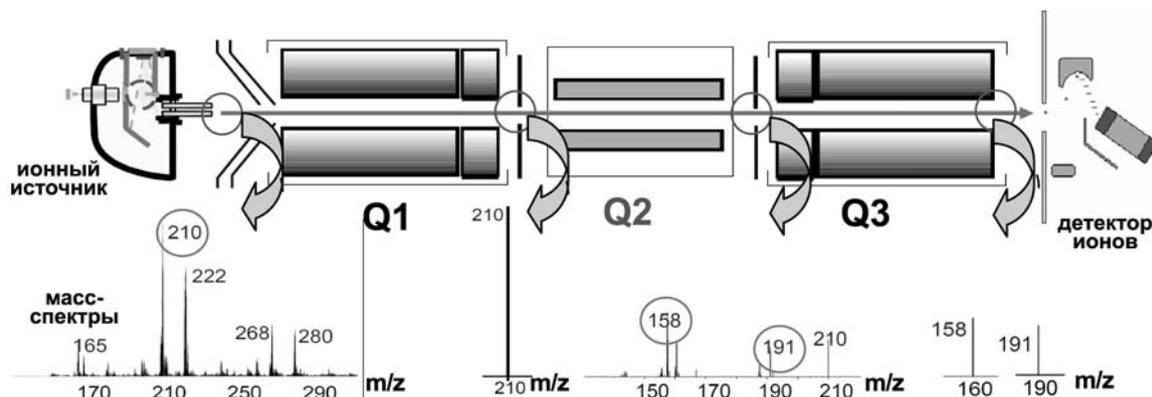


Рис.3. Принцип работы Agilent 7000A в режиме SRM – мониторинга реакции выбранного соединения в ячейке столкновений

Низкие пределы обнаружения

Следует отметить, что пределы обнаружения тестовых веществ, приводимые в спецификациях для детекторов SQ и QQQ примерно одинаковы, поскольку они измерены для растворов чистых веществ. Однако при работе с реальными многокомпонентными пробами QQQ демонстрирует существенные преимущества. Во многих случаях работа масс-детектора Agilent 7000B в режимах MRM (SRM) приводит к снижению фона в десятки раз, по сравнению с одноквадрупольными масс-детекторами, а следовательно и к повышению чувствительности ГХ-МС анализа.

На Рис. 4 приведены пять, записанных последовательно хроматограмм экстракта чеснока содержащего 0,5 ppb (мкг/кг) фосфорорганического пестицида, запи-

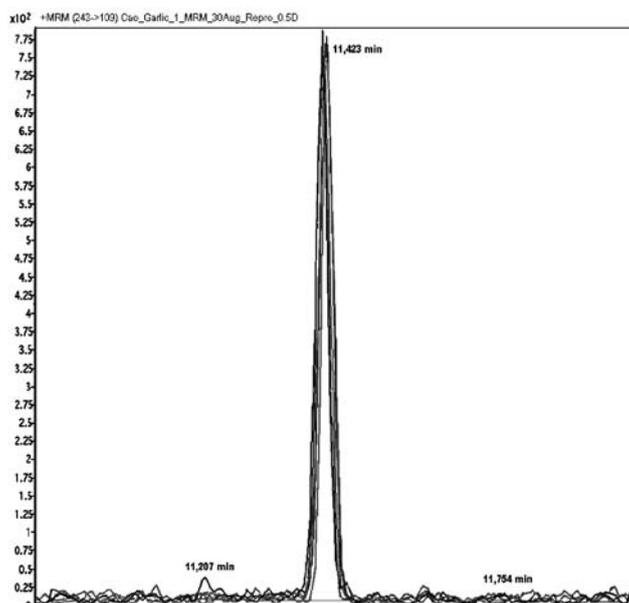


Рис. 4. Пять последовательно записанных хромато-масс-спектрограмм (MRM) образца экстракта чеснока, содержащего 500 ppt цианофоса (243-->109 m/z). RSD = 5,4%

санных в режиме MRM. Величина среднеквадратичного отклонения позволяет проводить количественный анализ с более чем достаточной степенью точности для такого уровня концентраций. Интенсивность сигнала, по отношению к фону свидетельствует о том, что в данном образце цианофос может быть обнаружен при концентрации в десять раз меньше.

Никакой другой тип масс-детектора не может сравниться по чувствительности с Agilent 7000B в режиме MRM, при работе с пробами сложного состава.

Повышение производительности лаборатории

Высокая селективность метода даёт возможность упростить подготовку проб и существенно снизить требования к полноте разделения веществ на стадии ГХ, что позволяет с успехом использовать более короткие хроматографические колонки длиной 15 – 30м. Появляется возможность затрачивать меньше времени как на подготовку проб, так и на процесс хроматографического разделения. Если в результате упрощения процедуры подготовки проб в ней могут присутствовать компоненты с высокой температурой кипения, следует применять процедуру обратной продувки для ускорения анализа. Повышению общей производительности лаборатории способствует также высокая скорость (до 500 раз в сек) регистрации сигнала в режиме MRM. Таким образом, масс-детектор идеально подходит для реализации быстрой хроматографии, когда время анализа измеряется считанными минутами и даже секундами.



Рис. 5. Газовый хроматограф Agilent 7890A.
Изменение давления с шагом 0,001 psi.
Сходимость времён удерживания 0,008 мин.

Критический фактор для реализации всех достоинств Agilent 7000B

Масс-спектрометр Agilent 7000B является детектором к газовому хроматографу, поэтому характеристики ГХ оказывают существенное влияние на работу всего комплекса ГХ/МС. Газовый хроматограф Agilent 7890A (Рис. 5) имеет непревзойдённые (и даже никем не воспроизведённые) метрологические показатели сходимости и воспроизводимости времён удерживания и площадей пиков. Узлы электронного управления потоками газов пятого поколения обеспечивают исключительную надёжность работы всей хроматографической системы.

Другим важным элементом обеспечения качества хроматографических измерений является использование микропотоковых устройств. Эти недорогие, простые и надёжные в эксплуатации миниатюрные модули устанавливаются в термостате колонок (Рис.6). Химически инертные, с нулевыми мёртвыми объёмами, обладающие минимальной термической ёмкостью, они не нарушают течения обычного хроматографического процесса. Модули имеют много модификаций и предназна-

чены для разных целей. Многие из них позволяют реализовывать режим обратной продувки. Применение этого режима исключает попадание высококипящих фракций пробы в масс-детектор, помогает поддерживать чистоту масс-спектрометра, существенно увеличивает срок службы хроматографических колонок, сокращает время анализа. Таким образом, только сочетание ГХ Agilent 7890А, масс-спектрометра Agilent 7000В и микропоточковых устройств позволяет в полной мере реализовать все достоинства ГХ/МС Agilent 7000В.



Рис. 6. Микропоточковый делитель потоков с возможностью реализации обратной продувки

Основные области применения ГХ/МС Agilent 7890А/7000В

Высокотехнологичный ГХ/МС Agilent 7890/7000В сочетает высочайшую чувствительность, селективность, точный количественный анализ с экспрессностью самого метода. Уникальные характеристики масс-детектора демонстрируемые при установке прибора воспроизводятся на протяжении практически всего многолетнего срока службы прибора. Независимо нагреваемые квадруполи исключают необходимость их чистки. Простота конструкции масс-детектора существенно снижает усилия на его обслуживание. Непревзойдённая стабильность времён удерживания ГХ 7890А, возможность реализации обратной продувки колонки делает ГХ/МС комплекс самым надёжным и производительным из всех выпускаемых приборов такого класса.

Все эти качества сделали ГХ/МС Agilent 7890А/7000В популярным в токсикологических лабораториях, лабораториях анализирующих объекты окружающей среды, пищевые и сельскохозяйственные продукты на наличие следовых количеств летучих веществ, содержание которых регламентировано национальными и международными документами. Широкое использование прибор получил для анализа метаболитов лекарственных препаратов, что также обусловлено его главным преимуществом – возможностью количественного анализа следовых количеств известных соединений.

Более подробные сведения о возможностях нового ГХ/МС Agilent 7890А/7000В можно найти в брошюре Agilent Technologies 5990-3152 EN, на сайте www.agilent.com, а также обратившись к дистрибьютору Agilent Technologies в Украине

*компании АЛСИ-ХРОМ:
тел./факс: (044) 521-67-30, 521-67-33, 521-61-47
ул. Ивана Кудри, 22/1, оф. 70, Киев, 01042
e-mail: lab@alsichrom.com, www.alsichrom.com*

Поступило в редакцию 22.10.2009