



Времяпролетный масс-спектрометр высокого разрешения **PEGASUS[®] GC-HRT**

Масс-спектрометр PEGASUS GC-HRT фирмы LECO

Новые аналитические возможности



Для получения информации о патентах обратитесь к документу 209-212-001 (содержащему информацию о спецификации прибора)

Новые разработки в области ГХ-МС

Масс-спектрометр Pegasus GC-HRT отвечает всем требованиям, предъявляемым к современным приборам, и предоставляет широкие аналитические возможности, позволяя **ОДНОВРЕМЕННО** получить: высокую скорость сканирования, высокую точность измерения масс, неискаженность отношений интенсивностей изотопных пиков, высокое разрешение и широкий линейный диапазон.

Предложенная компанией LECO концепция многоотражательного времяпролетного масс-анализатора (Folded Flight Path™, FFP™) обеспечивает высокое разрешение (50'000 FWHM), высокую точность измерения масс (<1 ppm) и высокую скорость сканирования (до 200 спектров/с). В то же время неискаженность отношений интенсивностей изотопных пиков позволяет получить дополнительную информацию об аналитах и увеличивает достоверность идентификации.

Сбор данных осуществляется с использованием запатентованной технологии KADAS™, которая предоставляет возможность сверхбыстрой регистрации масс-спектров высокого разрешения. Эта технология используется совместно с разработанным компанией LECO программным обеспечением ChromaTOF-HRT™, в котором реализован алгоритм автоматического поиска компонентов и выделения «чистых» масс-спектров (True Signal Deconvolution®).

Никакого компромисса между
высоким разрешением и
скоростью сканирования

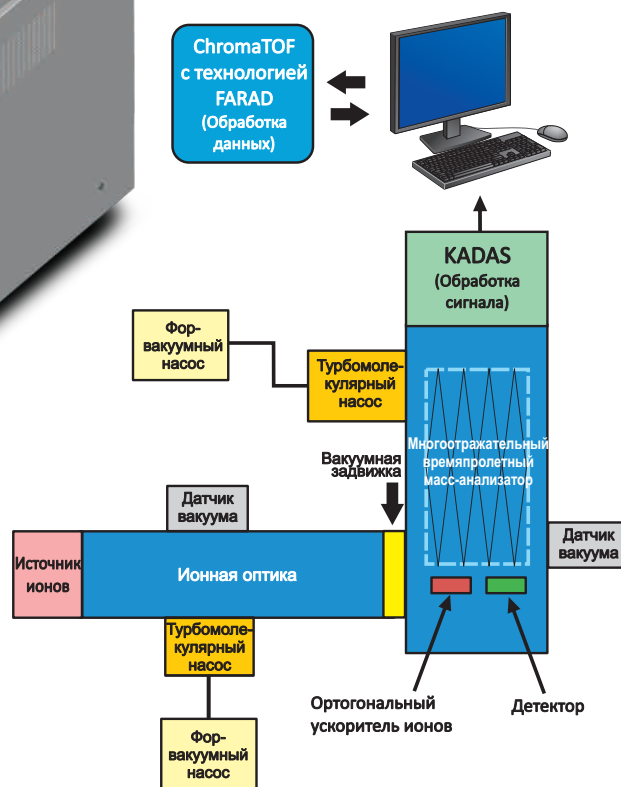
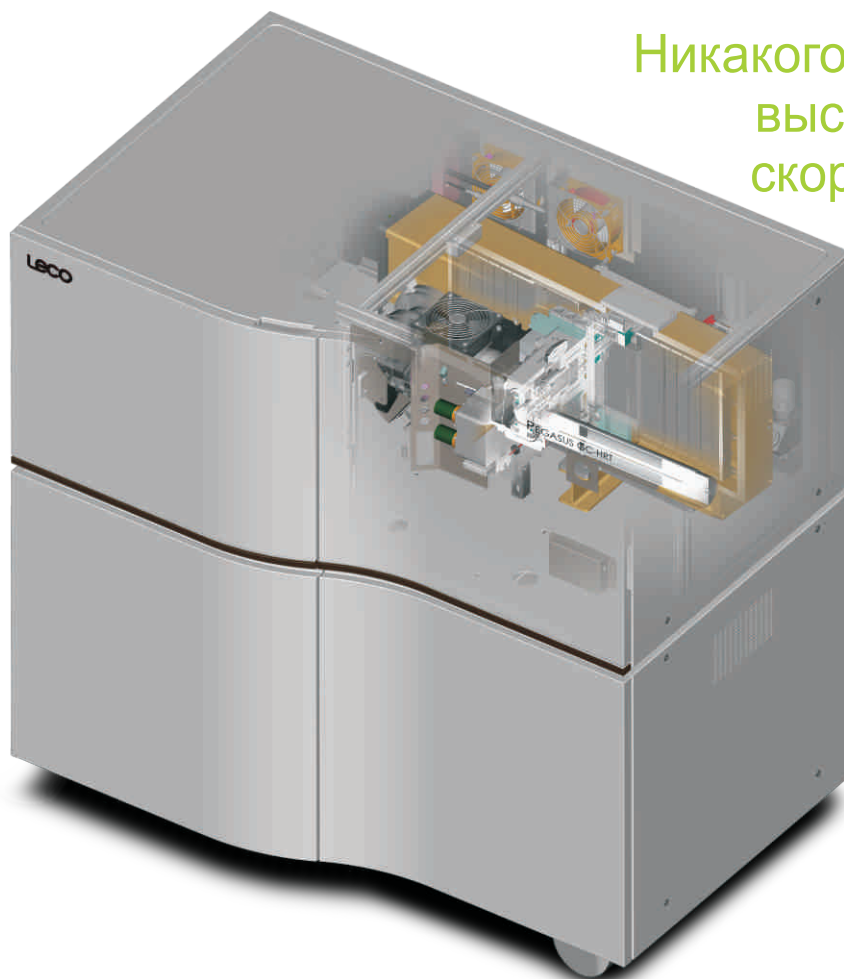


Схема масс-спектрометра PEGASUS GC-HRT

Сверхвысокое разрешение

Использование масс-спектрометра Pegasus GC-HRT открывает широкие аналитические возможности, позволяя ОДНОВРЕМЕННО получить: высокую точность измерения масс, высокое разрешение и высокую скорость сканирования. В Таблице 1 представлены данные, полученные при работе масс-спектрометра в режиме высокого разрешения. Как видно из таблицы, вне зависимости от скорости сканирования (которая составляла от 5 до 200 спектров/с) и значения m/z рассматриваемого иона была достигнута разрешающая способность более 25'000 (FWHM), а точность измерения масс составила <1 ppm. Следует подчеркнуть, что увеличение скорости сканирования не приводит к ухудшению разрешающей способности или снижению точности измерения масс.

Скорость сканирования (спектров/с)	Экспериментальное значение m/z	Теоретическое значение m/z	Точность масс (ppm)	Разрешение (FWHM)
5, 15, 50, 100, 200	68.99465 – 68.99468	68.99466	-0.159 – 0.275	25629 – 26209
5, 15, 50, 100, 200	218.98494 – 218.98510	218.98508	-0.639 – 0.091	28657 – 29188
5, 15, 50, 100, 200	501.97044 – 501.97095	501.97059	-0.297 – 0.719	30528 – 31013

Таблица 1. Разрешение и точность измерения масс, полученные при различных скоростях сканирования.

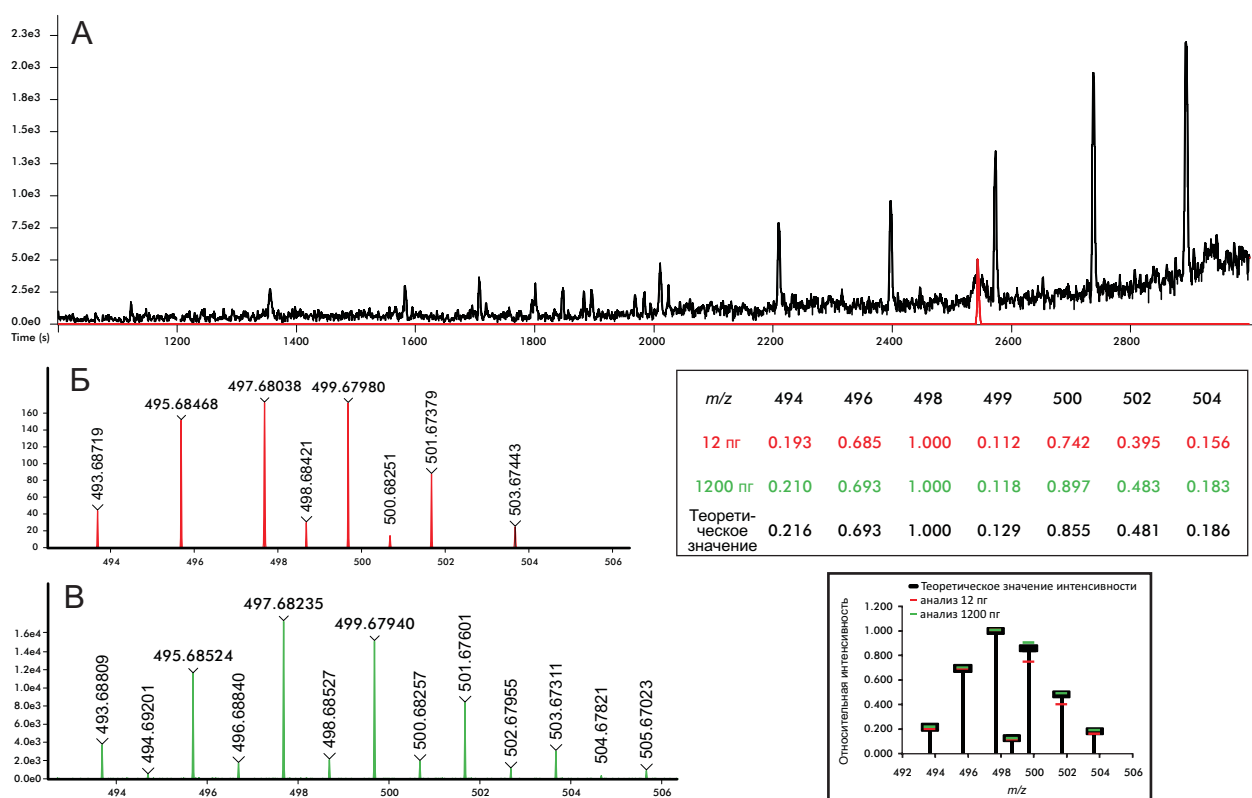


Рисунок 1. Хромограмма «по основным ионам»* и масс-хроматограмма по характеристичному иону декахлорбифенила, зарегистрированные при анализе 12 пг декахлорбифенила, введенного в хроматографическую колонку (А). Масс-спектр декахлорбифенила, отвечающий 12 пг (Б) и 1200 пг (В) вещества, введенного в хроматографическую колонку.

Близость экспериментально полученного изотопного распределения к теоретическому увеличивает достоверность идентификации органических соединений. Широкий динамический линейный диапазон масс-спектрометра Pegasus GC-HRT позволяет получать правильную информацию об изотопном распределении (даже когда интенсивности масс-спектральных пиков отличаются на несколько порядков). Это проиллюстрировано на Рисунке 1 на примере декахлорбифенила. На Рисунке 1А представлена масс-хроматограмма по точному характеристичному значению m/z декахлорбифенила, полученная при анализе всего 12 пг аналита и не содержащая видимого шума. Несмотря на малое количество аналита, в экспериментальном масс-спектре декахлорбифенила присутствуют семь наиболее интенсивных изотопных пиков (отвечающих молекулярному иону), значения относительных интенсивностей которых хорошо согласуются с рассчитанными теоретически (Рисунок 1Б). Увеличение количества аналита в 100 раз позволяет зарегистрировать изотопное распределение, которое практически не отличается от теоретического (Рисунок 1В).

* В каждой точке хромограммы «по основным ионам» интенсивность равна величине ионного тока, отвечающего наиболее интенсивному в данный момент времени пику в масс-спектре

Анализ объектов окружающей среды

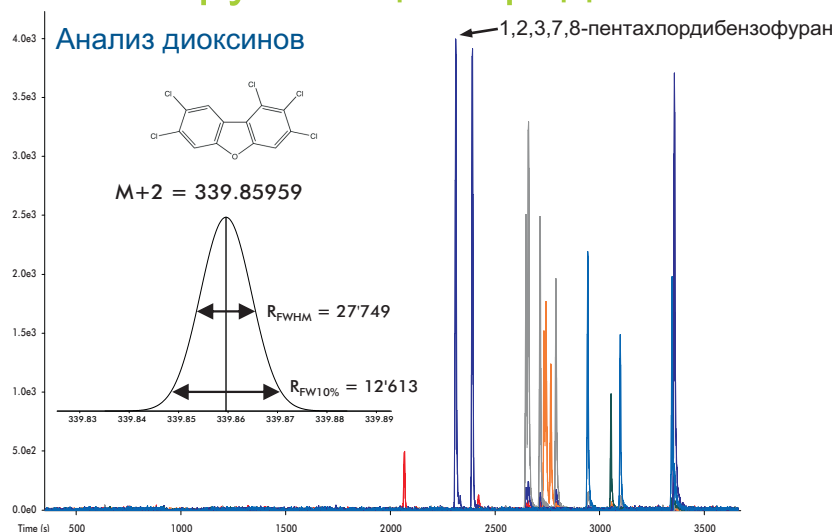


Рисунок 2. Масс-хроматограммы по характеристичным ионам аналитов, зарегистрированные при анализе смеси диоксинов и фуранов, и фрагмент масс-спектра 1,2,3,7,8-пентахлордибензофурана, содержащий пик со значением $m/z = 339.85959$.

Определение диоксинов и диоксиноподобных соединений в объектах окружающей среды представляет собой исключительно важную задачу, поскольку многие из этих соединений чрезвычайно токсичны. Лаборатории, занимающиеся анализом диоксинов, должны придерживаться рекомендаций агентства по охране окружающей среды США (приведенных в методике US EPA 1613). Одним из основных требований указанной методики является необходимость использования масс-спектрометра, разрешающая способность которого (рассчитанная для ширины масс-спектрального пика на 10% его высоты) составляет, по крайней мере, 10'000. На Рисунке 2 представлены масс-хроматограммы по характеристичным ионам аналитов, зарегистрированные при анализе смеси диоксинов и фуранов (особое внимание уделено 1,2,3,7,8-пентахлордибензофурану, хроматографический пик которого отмечен на рисунке). На Рисунке 2 также представлен фрагмент масс-спектра 1,2,3,7,8-пентахлордибензофурана, зарегистрированный при работе прибора в режиме высокого разрешения и содержащий пик со значением $m/z = 339.85959$. Масс-спектральное разрешение, рассчитанное для этого пика на 10 и 50% его высоты, представлено на Рисунке 2. Приведенный пример демонстрирует, что разрешение масс-спектрометра Pegasus GC-HRT (работающего в режиме высокого разрешения) соответствует требованиям, прописанным в методике анализа диоксинов и фуранов US EPA 1613.

Анализ стойких органических загрязнителей

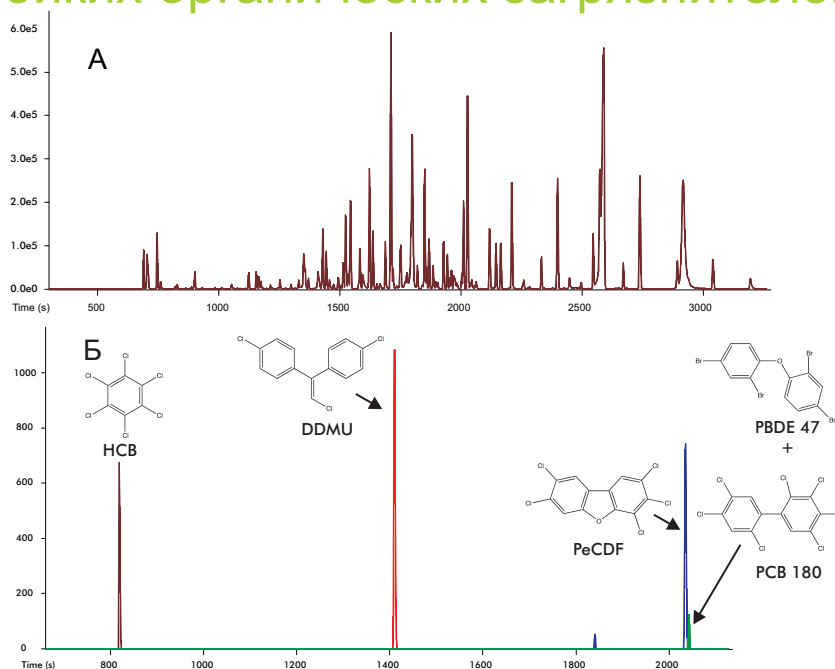


Рисунок 3. Хроматограмма по сумме интенсивностей характеристичных ионов всех аналитов (А) и фрагменты масс-хроматограмм по характеристичным ионам ряда аналитов (Б), зарегистрированные при анализе образца тканей рыб.

На Рисунке 3А представлена хроматограмма по сумме интенсивностей характеристичных ионов всех компонентов пробы (построенная автоматически программным обеспечением ChromaTOF-HRT), зарегистрированная при анализе образца тканей рыб, характеризующихся повышенным содержанием полихлорированных бифенилов (ПХБ). Заданные соединения могут быть легко обнаружены при использовании масс-хроматограмм по характеристичным ионам. Однако более важно, что полученные хромото-масс-спектральные данные могут быть использованы также для поиска нецелевых соединений, относящихся, например, к группе стойких органических загрязнителей (Рисунок 3Б). Представленный пример показывает возможность использования масс-спектрометра Pegasus GC-HRT для проведения детального анализа органических соединений, относящихся к группе стойких органических загрязнителей.

Метабомика

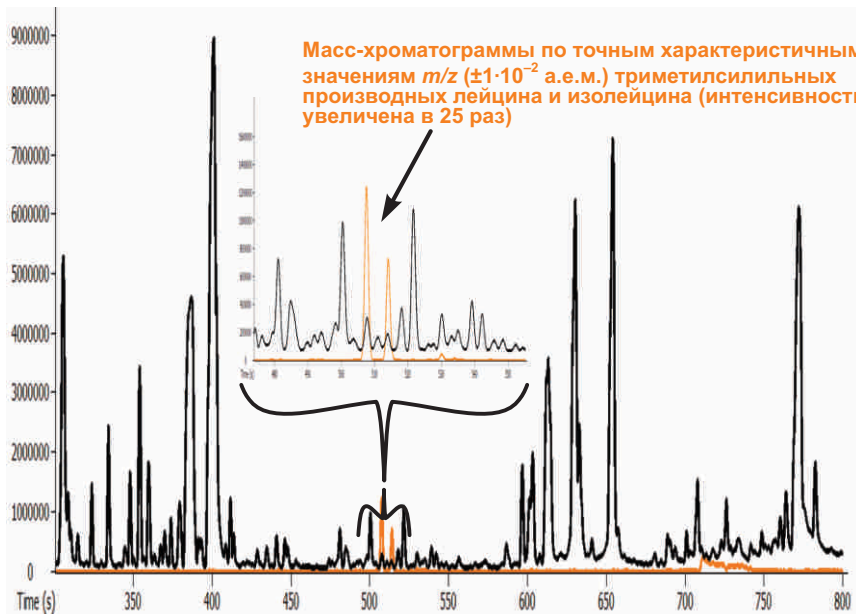


Рисунок 4. Хроматограмма по полному ионному току и масс-хроматограмма по характеристическим ионам триметилсилильных производных лейцина и изолейцина, зарегистрированные при анализе образца плазмы крови крысы.

Масс-спектрометр Pegasus GC-HRT предоставляет оптимальные средства для проведения исследований в области метаболомики. Высокая точность измерения масс и разрешающая способность прибора обеспечивают высокую селективность анализа. На Рисунке 4 представлен фрагмент хроматограммы по полному ионному току и фрагмент масс-хроматограммы по характеристическим ионам триметилсилильных производных лейцина и изолейцина, которые были зарегистрированы при анализе образца плазмы крови крыс (после проведения необходимой пробоподготовки, включающей стадию дериватизации). Построение масс-хроматограмм по точным характеристическим значениям m/z ($\pm 1 \cdot 10^{-2}$ а.е.м.) позволяет устранить влияние других компонентов пробы, а также получить неискаженные профили хроматографических пиков (даже в случае неполного разделения компонентов), что увеличивает точность интегрирования. Сопоставление образцов плазмы крови крыс показало, что концентрация глицерина, олеиновой кислоты и глицина зависит от избыточного веса (Рисунок 4).

Анализ фармацевтических препаратов

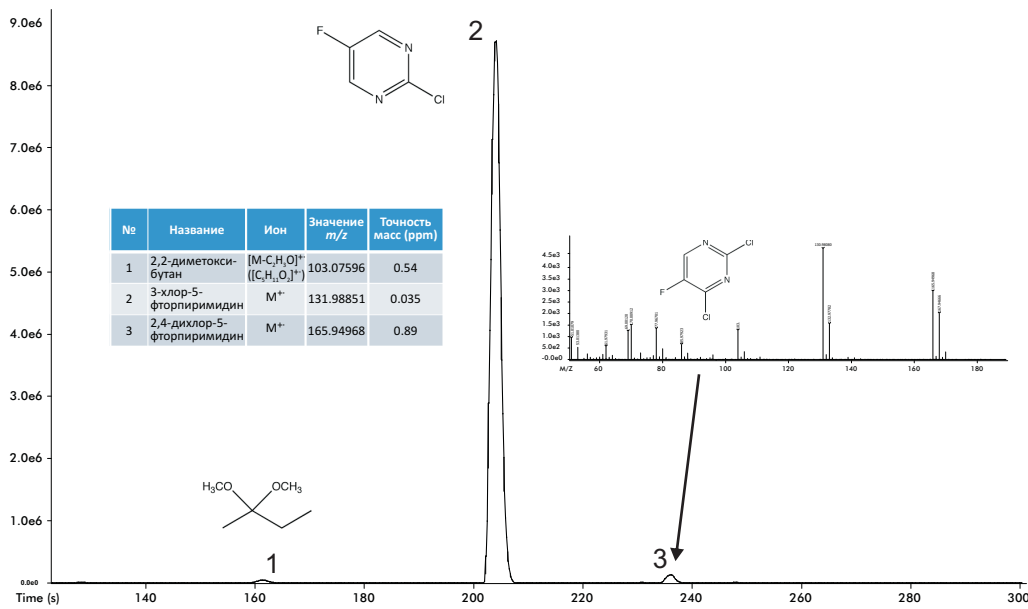


Рисунок 5. Фрагмент хроматограммы промежуточного продукта синтеза фармпрепарата, содержащей пик основного компонента (2) и пики примесей (1 и 3).

Задача обнаружения и идентификации примесей, образующихся в процессе производства лекарственных препаратов, имеет первостепенное значение для фармацевтической промышленности. Хроматограмма по сумме интенсивностей характеристических ионов компонентов, зарегистрированная при анализе промежуточного продукта синтеза фармпрепарата, представлена на Рисунке 5. Помимо пика основного вещества (3-хлор-5-фторпиримидина) на хроматограмме были обнаружены пики двух примесей (2,2-диметоксибутана и 2,4-дихлор-5-фторпиримидина), которые были идентифицированы с использованием базы данных масс-спектров NIST. Для увеличения достоверности идентификации экспериментально определенные точные значения m/z фрагментных и молекулярных ионов были сопоставлены с теоретически рассчитанными. Точность измерения масс составила < 1 ppm.

Анализ объектов нефтехимической промышленности

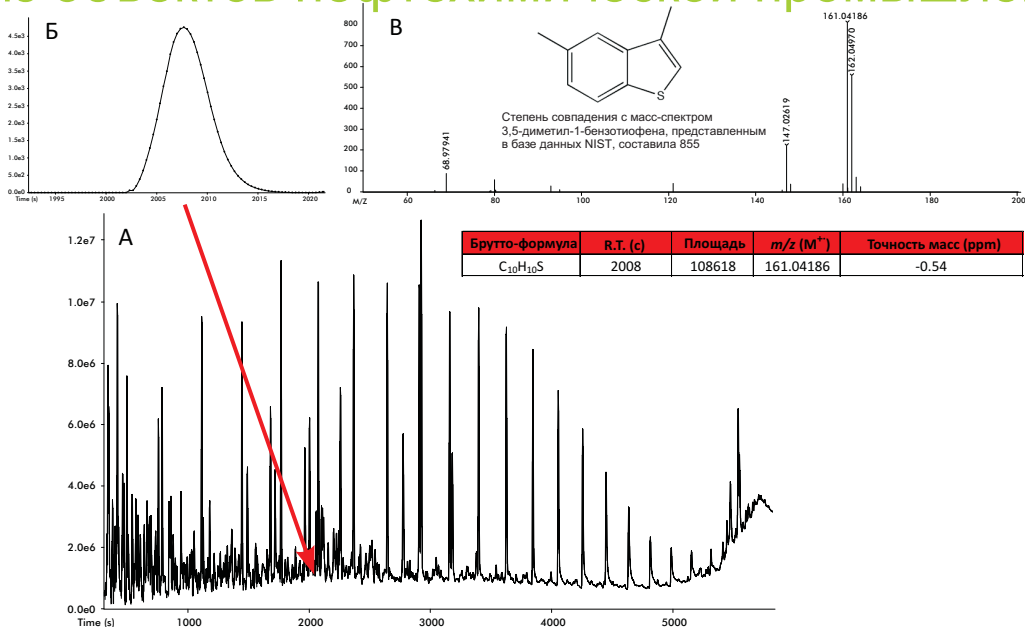


Рисунок 6. Хроматограмма по полному ионному току образца нигерийской сырой нефти (А), фрагмент масс-хроматограммы по характеристичному иону 3,5-диметил-1-бензотиофена (Б) и масс-спектр 3,5-диметил-1-бензотиофена (В).

Серосодержащие соединения имеют первостепенное значение для нефтехимической промышленности. Содержание таких соединений необходимо тщательно контролировать, поскольку их присутствие может приводить к различным неблагоприятным последствиям. Например, наличие этих соединений даже на уровне следов в нефти может вызывать «отравление» катализаторов, содержащих благородные металлы (которые используются в производстве для повышения октанового числа бензина). Кроме того, присутствие серосодержащих соединений приводит к увеличению выброса диоксида серы, образующегося в процессе горения топлива. На Рисунке 6 представлена хроматограмма по полному ионному току образца нигерийской сырой нефти (Рисунок 6А), а также фрагмент масс-хроматограммы по характеристичному иону ($m/z = 162.0498$) 3,5-диметил-1-бензотиофена (Рисунок 6Б). Экспериментальный масс-спектр 3,5-диметил-1-бензотиофена (Рисунок 6В), автоматически очищенный программным обеспечением ChromaTOF-HRT, был сопоставлен с масс-спектром, представленным в базе данных NIST. Степень совпадения между экспериментальным и библиотечным масс-спектрами (которая может меняться в диапазоне от 0 до 1000) составила 855. Разрешающая способность масс-спектрометра Pegasus HRT (работающего в режиме высокого разрешения) позволяет выводить масс-хроматограммы по точным характеристичным значениям m/z аналитов, свободные от влияния мешающих компонентов (даже при анализе сложных многокомпонентных матриц). Неискаженность профиля хроматографического пика (даже в случае неполного разделения компонентов пробы) увеличивает точность интегрирования.

Анализ объектов криминалистики

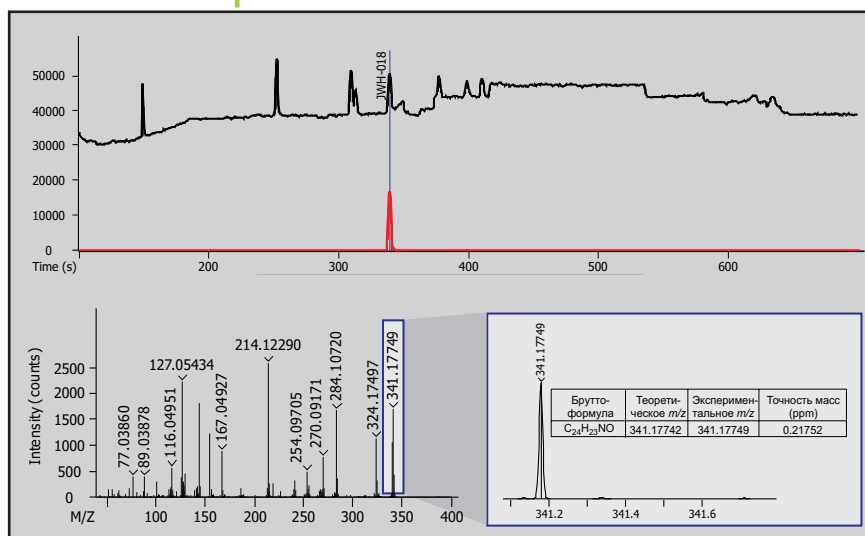


Рисунок 7. Использование точного значения m/z молекулярного иона для определения брутто-формулы неизвестного соединения, обнаруженного в образце курительной смеси.

На Рисунке 7 показано, как измерение точного значения m/z молекулярного иона позволяет установить брутто-формулу неизвестного соединения. Рассматриваемое соединение было обнаружено в образце курительной смеси, действие которой на организм подобно действию марихуаны. Масс-спектр соединения отсутствовал в коммерческих базах данных масс-спектров электронной ионизации, однако высокая точность измерения масс ($<1\text{ppm}$), обеспечиваемая масс-спектрометром Pegasus GC-HRT, позволила составить список возможных брутто-формул, исходя из значения m/z молекулярного иона ($m/z = 341.17749$). Наложение корректных ограничений позволило сократить число возможных брутто-формул до единственно правильной ($C_{24}H_{23}NO$). Полученная брутто-формула соответствовала синтетическому каннабиноиду JHW-018.

Другие ГХ системы компании LECO

Ежедневно приборы компании LECO используются по всему миру для проведения химических анализов, направленных на решение наиболее сложных аналитических задач. Вне зависимости от объекта анализа (продукты питания, душистые и ароматические вещества, объекты нефтехимической промышленности, окружающей среды, криминалистики, материаловедения или метаболомики) компания LECO готова предложить конфигурацию прибора, которая будет оптимальной для решения Ваших задач.



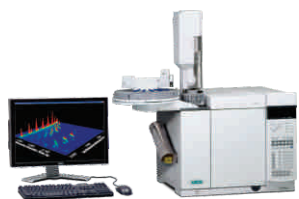
Pegasus® 4D GCxGC-TOFMS

- Высокая скорость сканирования (до 500 спектров/с) позволяет использовать масс-спектрометр Pegasus в качестве детектора для двумерной газовой хроматографии (GCxGC)
- Программное обеспечение ChromaTOF позволяет одновременно регистрировать данные, проводить обработку ранее зарегистрированных данных и формировать отчеты
- Высокое хроматографическое разрешение, достигаемое в случае метода двумерной газовой хроматографии (GCxGC)
- Незагрязняемый источник ионов



Pegasus® HT GC-TOFMS

- Высокая скорость сканирования (до 500 спектров/с)
- Программное обеспечение ChromaTOF, облегчающее процедуру поиска и идентификации компонентов и увеличивающее эффективность и производительность анализов
- Автоматическая обработка данных и поиск по базам данных масс-спектров электронной ионизации
- Незагрязняемый источник ионов



GCxGC

- Высокое хроматографическое разрешение, достигаемое в случае метода двумерной газовой хроматографии (GCxGC)
- Простое в использовании программное обеспечение ChromaTOF
- Программное обеспечение с возможностью проведения классификации компонентов упрощает идентификацию аналитов
- Возможность использования пламенно-ионизационного или электрозахватного детектора



Technical Research Center



Global Support Center



Life Science and Chemical Analysis Centre

Обеспечение качества и поддержка

Приборы компании LECO отличаются высокой точностью, быстродействием и простотой использования. LECO является международной компанией, имеющей более 25 представительств по всему миру. Глобальная сеть продаж и технической поддержки компании LECO предназначена для обслуживания и выполнения требований пользователей. Качество приборов подтверждается международным стандартом ISO 9001:2008. Приборы компании LECO проходят тщательную проверку и удовлетворяют требованиям качества и безопасности, предъявляемым Советом Европы.

Официальное представительство корпорации LECO в Украине - Частное Предприятие "ЛЕКО УКРАИНА"
Киев, ул. Полевая 24д, офис 117 • Тел: +38 (044) 494-17-20 / 21 • info_ua@leco.com
www.ua.leco-europe.com

LECO[®]
Delivering the Right Results

© 2011 LECO Corporation