



# Анализ следовых количеств известных соединений – Agilent GC/QQQ 7000B

## Тенденции развития ГХ-анализа и пути решения сложных аналитических задач

Общие тенденции развития аналитического приборостроения направлены на сокращение стадий процедур подготовки проб как наиболее трудоемкой части химического анализа. Упрощение пробоподготовки становится возможным, с одной стороны, при использовании особых приемов хроматографической части анализа, а, с другой стороны, – при применении более сложных детекторов. Так, ГХ-анализ проб, подготовленных по упрощенным процедурам, становится возможным на хроматографах Agilent Technologies за счет:

1) усложнения хроматографической части анализа путем применения микропоточковых переключателей потоков и реализации различных вариантов двумерной газовой хроматографии;

2) использования более селективных детекторов.

Предлагаемый газовый хроматограф Agilent 7890A с tandemным трехквадрупольным анализатором масс модели 7000B является примером реализации второго подхода.

## Новый tandemный газохроматографический детектор с тройным квадрупольным анализатором

Элементы конструкции нового детектора основаны на опыте производства и эксплуатации многих по-

колений газовых и жидкостных хромато-масс-спектрометров Agilent Technologies. Два квадрупольных анализатора масс, установленных последовательно (в «тандеме»), выполнены из монолитного кварца с системой независимого подогрева, исключающей необходимость какой-либо их очистки или обслуживания. Позолоченная поверхность полюсов квадруполь 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 немного 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 трехкоординатному детектору – единственным узлам детектора, которым требуется периодическое обслуживание.

## Принцип работы детектора Agilent QQQ 7000B

Конструкция трехквадрупольного 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 счет соударения с атомами гелия. Далее ионы



Рис. 1. Agilent QQQ 7000B масс-детектор с двумя квадрупольными анализаторами на дверцах в сервисной позиции

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, преобразующий поток ионов в поток электронов, 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 квадрупольных анализаторов в сочетании с



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

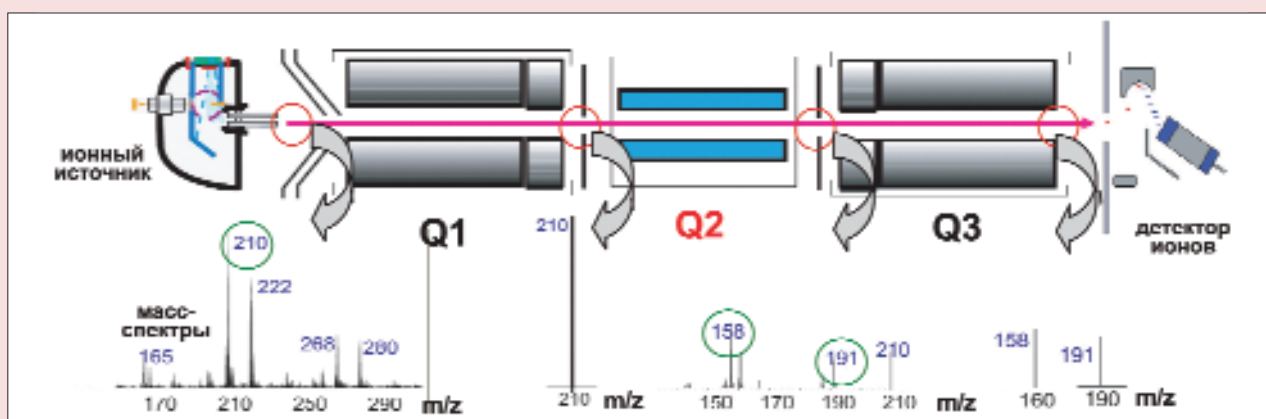


Рис. 3. Принцип работы Agilent 7000A в режиме SRM-мониторинга реакции выбранного соединения в ячейке столкновений

трехкоординатным детектором обеспечивает значительное преимущество в чувствительности детектора модели Agilent 7000B по сравнению с аналогичными детекторами любых других моделей.

**Принцип работы масс-детектора Agilent 7000B**

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.

Рис. 3 на конкретном примере иллюстрирует процессы, протекающие в приборе на различных стадиях

обработки и сортировки ионов. 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. Но 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 счет 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.

**Низкие пределы обнаружения**

Следует отметить, что пределы обнаружения тестовых веществ, проводимые в спецификациях для детекторов SQ и QQQ, примерно одинаковы, поскольку они измерены для растворов чистых веществ. Однако, при работе с реальными многокомпонентными пробами QQQ де-

монстрирует 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 хроматограмм экстракта чеснока, содержащего 0,5 ppb (мкг/кг) фосфорорганического пестицида, записанных последовательно 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 дает 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 15–30 м. Появляется возможность затрачивать меньше времени как на подготовку проб, так и на процесс хроматографического

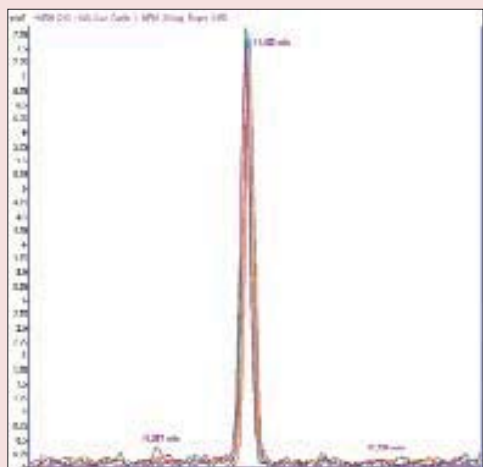


Рис. 4. Пять последовательно записанных хромато-масс-спектрограмм (MRM) образца экстракта чеснока, содержащего 500 ppt цианофоса ( $243 \rightarrow 109 m/z$ ). RSD = 5,4%

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 считаными минутами и даже секундами.

### 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 непревзойденные (и даже никем не воспроизведенные) метрологические показатели сходимости и воспроизводимости времен удерживания и площадей пиков. Узлы электронного управления потоками газов пятого поколения обеспечивают исключительную надежность работы всей хроматографической системы.

Другим важным элементом обеспечения качества хроматографических измерений является использование микропотоковых устройств. Эти недорогие, простые и надежные в эксплуатации миниатюрные модули устанавливаются в термостате колонок (рис. 6). Химически инертные, с нулевыми мертвыми объемами, обладающие минимальной термиче-



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

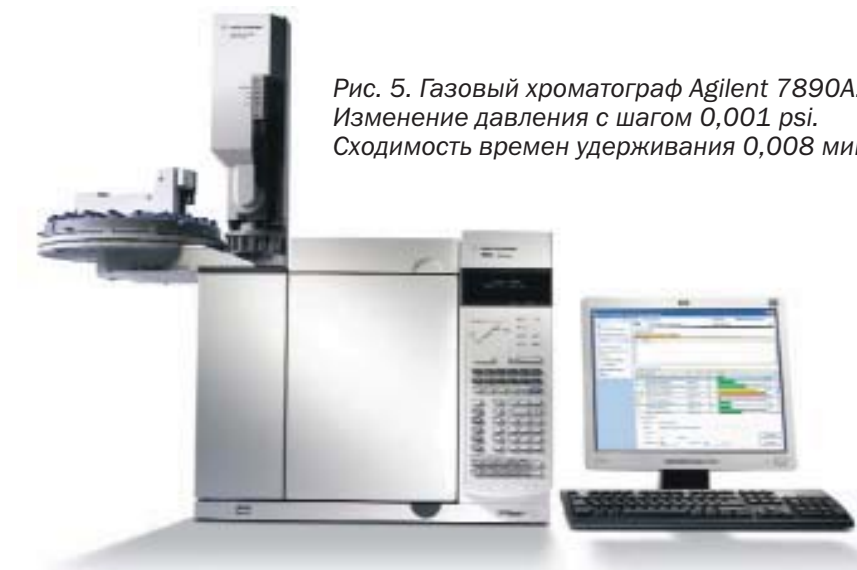


Рис. 5. Газовый хроматограф Agilent 7890A. Изменение давления с шагом 0,001 psi. Сходимость времен удерживания 0,008 мин.

ской емкостью, они не нарушают течения обычного хроматографического процесса. Модули имеют много модификаций и предназначены 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 7890A, масс-спектрометра Agilent 7000B и микропотоковых устройств позволяет в полной мере реализовать все достоинства ГХ/МС Agilent 7000B.

### Основные области применения ГХ/МС Agilent 7890A/7000B

Высокотехнологичный ГХ/МС Agilent 7890/7000B 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 его службы. Независимо нагреваемые квадруполи исключают необходимость их чистки. Простота конструкции масс-детектора существенно облегчает усилия на его обслуживание. Непревзойденная стабильность времен удерживания ГХ 7890A и возможность реализации обратной продувки колонки делают ГХ/МС-комплекс самым надежным и производительным среди всех

выпускаемых приборов такого класса.

Все эти качества сделали ГХ/МС Agilent 7890A/7000B 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 7890A/7000B можно найти в брошюре Agilent Technologies 5990-3152 EN, на сайте [www.agilent.com](http://www.agilent.com), а также узнать, обратившись к дистрибьютору Agilent Technologies в Украине – компании «АЛСИ-ХРОМ»

### Контактная информация:

ООО «АЛСИ-ХРОМ»

Киев, 01042,  
ул. Ивана Кудри, 22/1, офис 70  
тел.: +380 (44) 521-95-40  
(многоканальный),  
факс: +380 (44) 521-95-35  
lab@alsichrom.com,  
[www.alsichrom.com](http://www.alsichrom.com)