

Жидкостной хроматомасс-спектрометр

LCMS-8040

UFMS
ULTRA FAST MASS SPECTROMETRY



LCMS-8040

SHIMADZU

LIQUID CHROMATOGRAPH MASS SPECTROMETER

W
GAS
HEATER
SOURCE
POWER

LCMS-8040

— *Повышенная чувствительность*



■ Высокая чувствительность

Благодаря новой конструкции ионной оптики и усовершенствованной технологии ускорения ионов в соударительной ячейке, хроматомасс-спектрометр LCMS-8040 обеспечивает более высокую чувствительность анализа в режиме мониторинга множественных реакций (MRM). Пятикратное увеличение чувствительности (резерпин, соотношение «сигнал/шум») по сравнению с моделью LCMS-8030 было достигнуто за счет улучшения фокусирования ионов и сведения к минимуму их потерь в системе ионной оптики. Усовершенствование конструкции также способствует более высокой чувствительности в режиме сканирования, которая открывает новые возможности применения технологии LC/MS/MS.

■ Выдающаяся скорость

Конструкция хроматомасс-спектрометра LCMS-8040 была разработана таким образом, чтобы обеспечить значительно более высокую чувствительность анализа при сохранении его высокой скорости, характерной для предыдущей модели LCMS-8030. Разработанные SHIMADZU технология ускорения ионов в соударительной ячейке UFSweeper™ и высокоскоростные квадрупольные анализаторы масс обеспечивают выдающуюся скорость сканирования (15'000 а.е.м./сек) и сверхбыструю регистрацию MRM переходов (555 MRM/с). Кроме того, уникальный источник высокого напряжения для системы ионизации позволяет осуществлять переключение полярности ионизации за рекордное* время, не превышающее 15 мс. Все это существенным образом повышает производительность аналитической лаборатории.

■ Высокая надежность

В жидкостных хроматомасс-спектрометрах SHIMADZU реализована функция автоматической оптимизации параметров режима измерения MRM, на выполнение которой требуется всего лишь несколько минут. Анализ сложных многокомпонентных образцов может быть оптимизирован в автоматическом режиме, что освобождает пользователя от трудоемких ручных операций. Функция оптимизации параметров MRM одинаково работает на моделях LCMS-8030 и LCMS-8040, что позволяет использовать одну базу аналитических методик. Для модели LCMS-8040 характерны такие же преимущества в обслуживании, как и для модели LCMS-8030. В обеих системах используются одни и те же расходные материалы, которые являются взаимозаменяемыми, например, линия десольватации (DL) и ESI капилляры.

* На май 2012 г.

Скорость вне конкуренции

UFS
ULTRA FAST MASS SPECTROMETRY



GCMS-QP2010 Ultra
GCMS-QP2010 SE



GCMS-TQ8030



LCMS-8030



LCMS-8040



LCMS-8050



LCMS-2020



LCMS-IT-TOF



iMScope



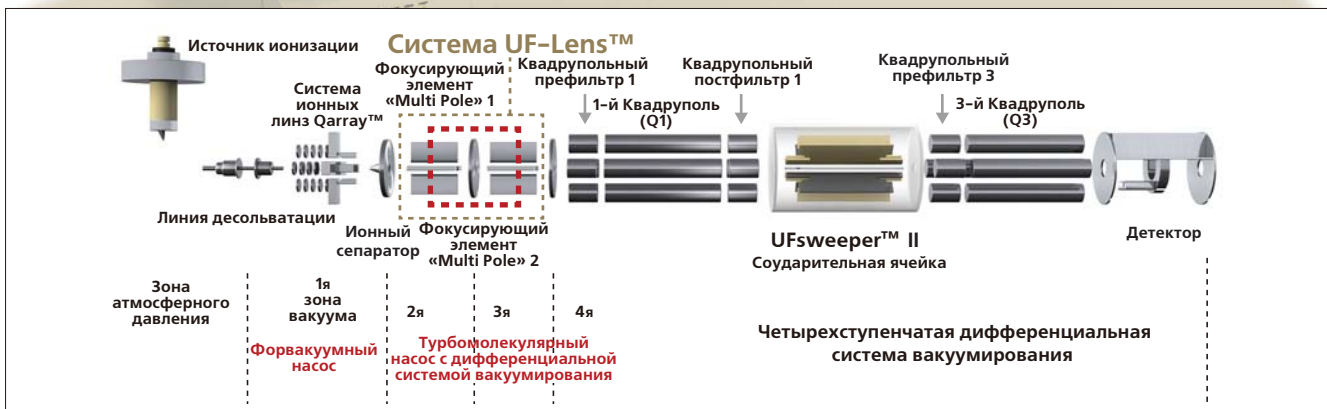
MALDI-7090

Технологии UFMS обеспечивают высокую чувствительность анализа

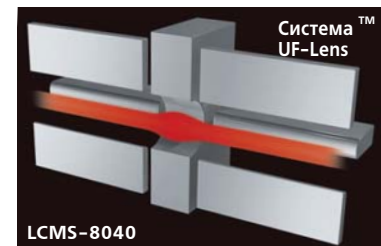
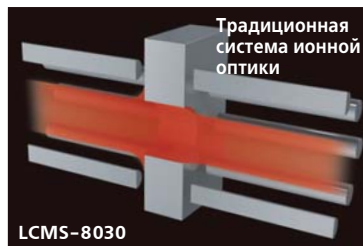
Усовершенствованная ионная оптика

UF-Lens™

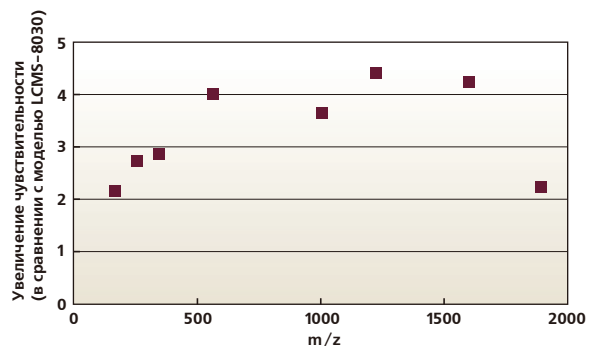
Конструкция ионной оптики UF-Lens™ включает в себя два высокочастотных мультистержневых фокусирующих элемента «Multi-Pole», которые существенно увеличивают количество поступающих в масс-анализатор ионов, обеспечивая тем самым существенное увеличение чувствительности. Для проведения профилактического технического обслуживания элементы системы ионной оптики могут быть легко извлечены из прибора пользователем самостоятельно.



Потери ионов между сегментами масс-спектрометра минимизированы за счет использования квадрульных пре- и постфильтров.



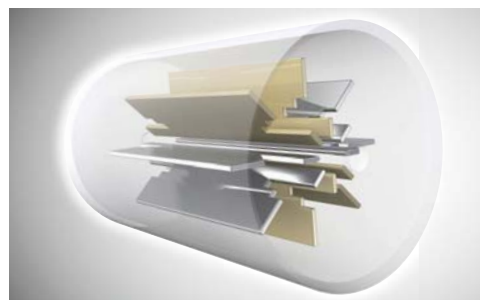
Сравнение результатов анализа стандартного образца (смесь PEG, PPG и раффинозы, ESI+, автонастройка Scan, Q1), полученных с помощью LCMS-8030 и LCMS-8040, представлено на рисунке справа. Для сравнения использовались ионы со следующими величинами m/z: 65.05, 168.10, 256.15, 344.20, 652.40, 1 004.60 и 1 224.75. Показано значительное увеличение чувствительности в широком диапазоне масс.



Технология ускорения ионов UFsweeper™ II обеспечивает более высокую эффективность соударительной диссоциации (CID)

UFsweeper™ II

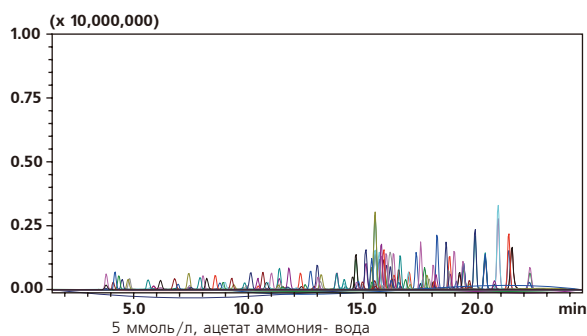
Хромато-масс-спектрометр LCMS-8040 оснащен новой соударительной ячейкой UFsweeper™ II с улучшенной фокусировкой ионов и технологией сверхбыстрого транспорта ионов в квадрупольный масс-анализатор. При этом сохраняется высокая интенсивность сигнала, и полностью подавляются перекрестные помехи (cross-talk), даже в режимах скоростного сканирования и/или скоростного анализа в режиме MRM. Это обеспечивает низкий предел детектирования при высокопроизводительном анализе многокомпонентных образцов со сложной матрицей.



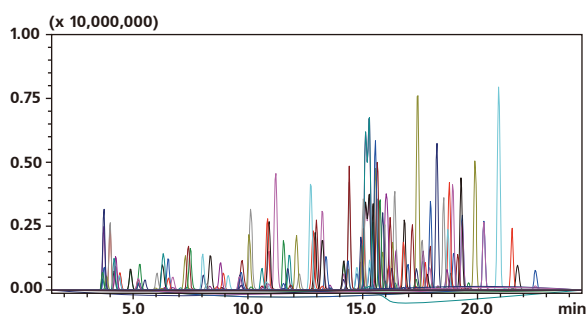
Наименование образца	Ион-предшественник m/z	Дочерний ион m/z	Эффективность CID LCMS-8030	Эффективность CID LCMS-8040	Пропорциональное увеличение
Лидокаин	235.4	86.1	20.0	29.0	1.4
Атропин	290.1	124.1	7.2	11.0	1.5
Йохимбин	355.1	144.0	9.5	15.6	1.6
Тетракаин	265.1	176.1	15.7	32.0	2.0
Доксепин	280.1	107.1	4.4	7.2	1.6
Имипрамин	281.1	86.1	16.2	22.1	1.3
Нортриптилин	264.1	233.1	3.8	7.4	1.9
Изопропилапипирин	231.1	188.9	1.5	2.9	1.9
Диазепам	285.0	154.0	2.4	3.9	1.6
Резерпин	609.3	195.1	3.9	6.6	1.7

Хромато-масс-спектрометр LCMS-8040 демонстрирует высокую чувствительность при сохранении высокой производительности анализа, характерной для модели LCMS-8030. На рисунке ниже представлены результаты одновременного определения 167 пестицидов в режиме MRM при положительной и отрицательной ионизации. При одновременной регистрации положительно и отрицательно заряженных ионов обе модели приборов, LCMS-8030 и LCMS-8040, позволили точно идентифицировать все 167 компонентов. Кроме того, для модели LCMS-8040 была показана лучшая чувствительность – в среднем в три раза выше для всех определяемых соединений.

■ LCMS-8030



■ LCMS-8040



Условия ВЭЖХ разделения

Аналитическая колонка	Shim-pack FC-ODS (2,0 мм; вн. диам. 150 мм, 3 мкм)
Подвижная фаза А	5 ммоль/л, ацетат аммония-вода
Подвижная фаза В	5 ммоль/л, ацетат аммония-метанол
Градиентный режим элюирования	15 %В (0 мин) – 40 %В (1–3,5 мин) – 50 %В (6 мин) – 55 %В (8 мин) – 95 %В (17,5–30 мин) – 15 %В (30,01–40 мин)
Скорость потока подвижной фазы	0,2 мл/мин
Температура колонки	40°C

Условия MS

Напряжение источника ионизации	+4,5 кВ (электроспрей +)/–3,5 кВ (электроспрей –)
Поток газа-распылителя	1,5 л/мин
Поток газа-осушителя	10 л/мин
Температура линии десольватации	250°C
Температура блока нагревания	400°C

Выдающаяся производительность без потери чувствительности

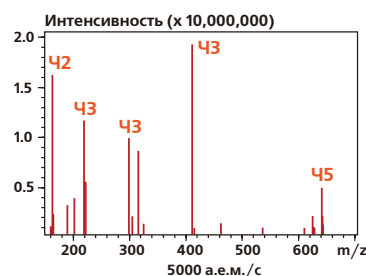
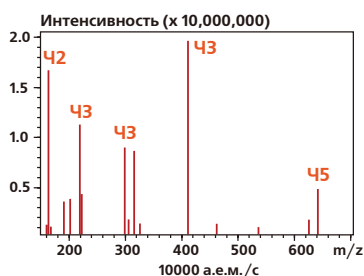
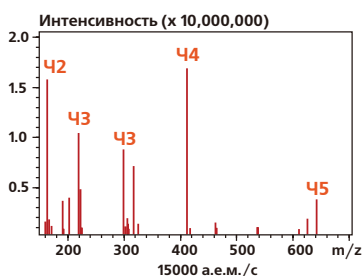
Высокая чувствительность в режиме сканирования во всем диапазоне масс

Как и модель LCMS-8030, хроматомасс-спектрометр LCMS-8040 демонстрирует высокую скорость сканирования (технология UFscanning™) и технологию сверхбыстрого переключения режимов положительной и отрицательной ионизации (UFswitching™).

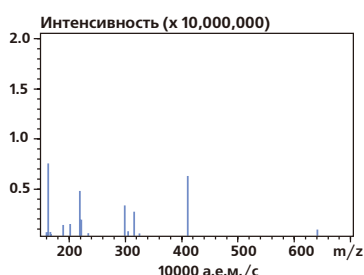
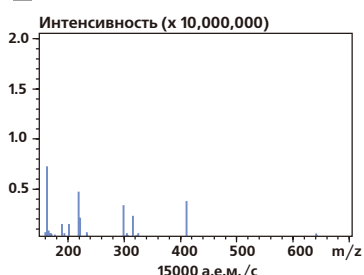
В модели LCMS-8040 не только реализованы фирменные UF-технологии SHIMADZU, обеспечивающие высокоскоростные режимы анализа без снижения чувствительности, но также используются усовершенствованная конструкция системы ионной оптики и новая соударительная ячейка UFsweeper™. Это способствует достижению более высокой чувствительности анализа как в режиме MRM, так и в режиме сканирования в полном

диапазоне масс. На рисунке ниже показано сравнение результатов определения пестицидов (метомил, карбарил (NAC), фоксим, бенфуракарб и абамектин B1a), полученных в режиме сканирования в полном диапазоне масс. На верхнем рисунке приведены масс-спектры полученные на модели LCMS-8040, на нижнем — на модели LCMS-8030. Как видно, модель LCMS-8040 демонстрирует значительно лучшую чувствительность по сравнению с LCMS-8030.

LCMS-8040

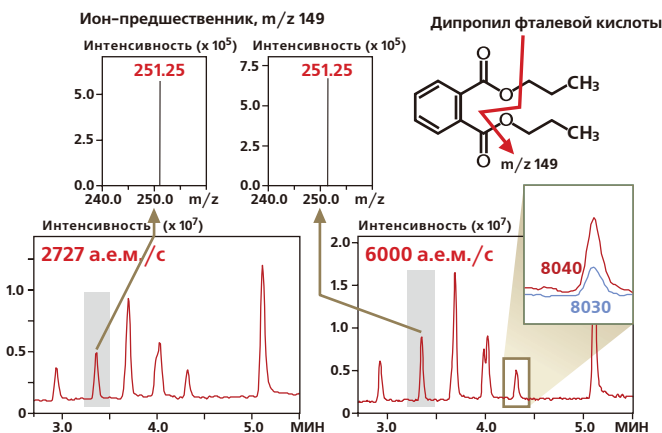


LCMS-8030

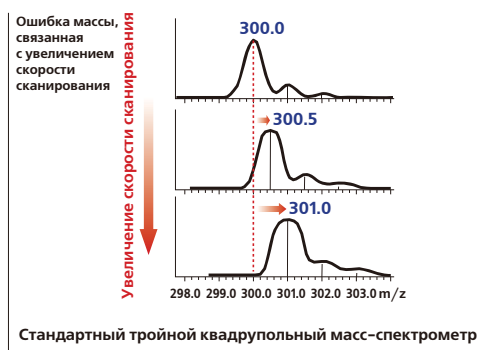


Высокая чувствительность в режиме анализа MS/MS

LCMS-8040 демонстрирует высокую чувствительность анализа при работе в режимах, характерных для тройных квадрупольных масс-спектрометров: сканирования продуктов фрагментации ионов, сканирования ионов-предшественников, регистрации выброса нейтрального фрагмента. Как правило, в режимах MS/MS сканирования наблюдаются некоторые девиации величины m/z , особенно при высоких скоростях сканирования.



Анализ стандартной смеси из 8 эфиров фталевой кислоты в режиме сканирования ионов-предшественников

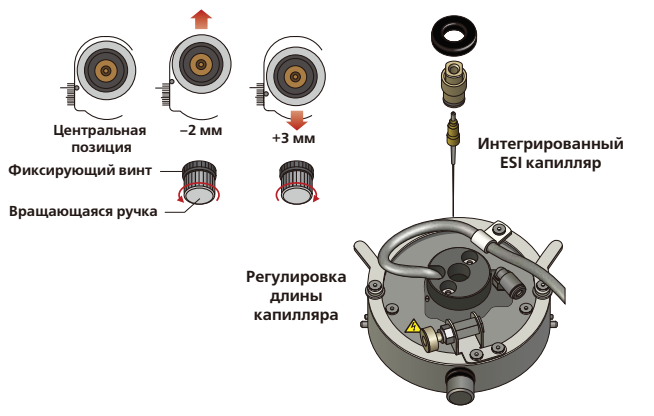


Однако, запатентованная технология UFscanning™ позволяет выполнять анализы в режимах MS/MS сканирования без потери в точности определения массы. При этом, также как и в режимах MS сканирования и MRM, обеспечивается высокий уровень чувствительности. Результаты сканирования ионов-предшественников для восьми видов эфиров фталевой кислоты показаны на рисунке слева. Сканирование было выполнено при двух скоростях: 2727 а.е.м./с и 6000 а.е.м./с, и при этом не наблюдалось смещения величины m/z .

Апробированный интерфейс обеспечивает высокую точность измерений

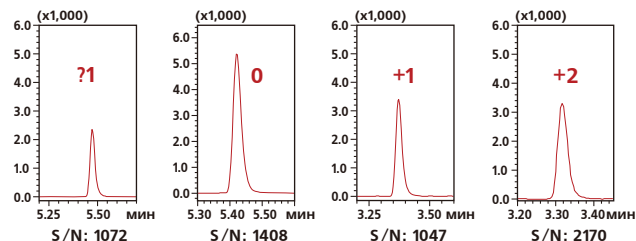
Надежный и удобный интерфейс

Для получения точных и воспроизводимых результатов анализа необходима оптимизация всех параметров интерфейса масс-спектрометра, таких как температура и скорость потока газа-распылителя, пространственное расположение источника ионизации, температура линии десольватации. В хромато-масс-спектрометрах LCMS-8030 и LCMS-8040 используется одинаковая конструкция интерфейса. Программное обеспечение масс-спектрометров обеспечивает простое и удобное управление температурой и скоростью потока газа-распылителя и температурой линии десольватации. Положение источника ионизации электроспреем (ESI) регулируется одной легко доступной вращающейся ручкой, длина распылительного капилляра устанавливается без каких-либо специальных инструментов, и при этом не требуется демонтаж источника ионизации. Сам распылительный капилляр представляет собой коническую конструкцию, которая снижает вероятность его закупорки. На рисунке справа приведены величины соотношения «сигнал/шум»,

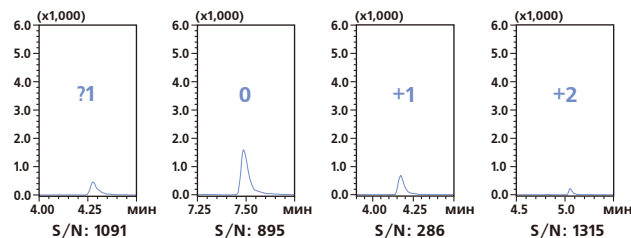


полученные при анализе стандартного образца. Удовлетворительные характеристики чувствительности (соотношение «сигнал/шум» > 1000 для LCMS-8040 и > 200 для LCMS-8030) были получены для каждой из четырех позиций источника ионизации (от -1 мм до +2 мм), что демонстрирует надежность интерфейса.

LCMS-8040



LCMS-8030



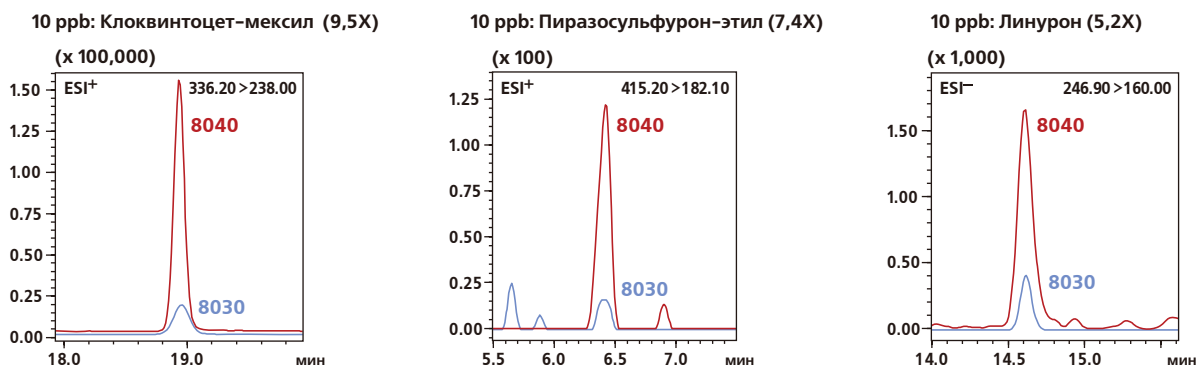
Данные о соотношении «сигнал/шум» при введении 1 пг резерпина. Вверху: LCMS-8040, внизу: LCMS-8030. Для измерения использовали фиксированные параметры (ESI+; 609,30 > 195,00), время регистрации MRM перехода 197 мс, пауза между регистрациями 3 мс.

Совместимость методик анализа

Методики анализа, разработанные для модели LCMS-8030, могут быть использованы при работе с LCMS-8040

Первым шагом при разработке методик анализа с использованием тройного квадрупольного масс-спектрометра является оптимизация параметров MRM. В жидкостных хромато-масс-спектрометрах SHIMADZU процесс оптимизации параметров MRM предельно упрощен и автоматизирован. В ходе процесса оптимизации производится автоматический ввод стандартного образца определяемого соединения непосредственно в масс-спектрометр, минуя хроматографическую колонку. Для облегчения работы химиков-аналитиков компания производит специальные пакеты методик (MethodPackages), которые включают в себя условия хроматографического разделения, оптими-

зированные параметры регистрации MRM и библиотеки масс-спектров продуктов фрагментации для анализа большого числа соединений, в том числе пестицидов, агрохимикатов, наркотических и лекарственных веществ, препаратов для ветеринарии. Эти пакеты методик могут быть использованы при работе как с LCMS-8030, так и LCMS-8040. Например, методика одновременного анализа 167 пестицидов, изначально разработанная для модели LCMS-8030, была без каких-либо изменений использована при работе с LCMS-8040. Увеличение чувствительности анализа было достигнуто для всех определяемых соединений; пример трех хроматограмм приведен ниже.

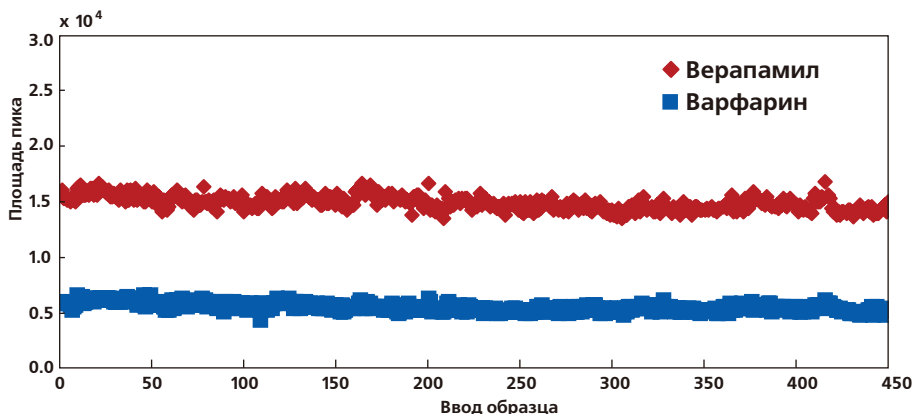


Выдающаяся воспроизводимость результатов даже при анализе образцов со сложной матрицей

Воспроизводимость результатов в течение длительного времени

К образцам плазмы крови были добавлены верапамил и варфарин, затем образцы были депротеинированы в соответствии с описанной ниже процедурой. На графике показана вариация интенсивности сигнала, полученного в ходе 450 последовательных измерений верапамила и варфарина (ESI, Scan) с использованием LCMS-8040.

Хроматограммы по полному ионному току 1-го, 250-го и 450-го измерений приведены ниже. В результате для 1 пг вещества повторяемость результатов (коэффициент вариации) составила 4,18% для верапамила и 6,61% для варфарина.



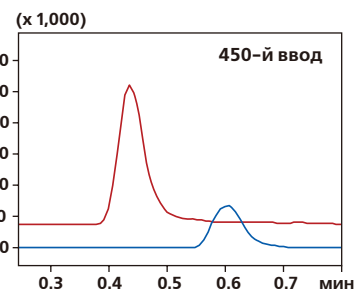
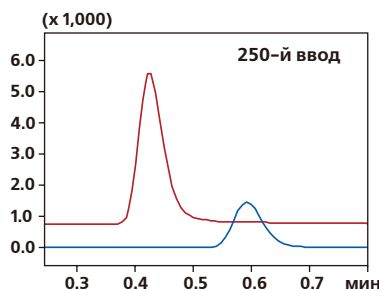
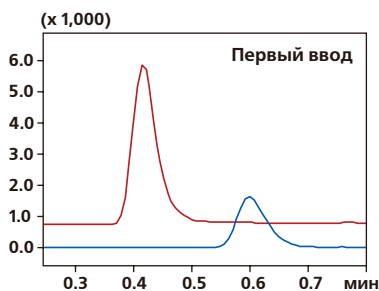
Колонка: Shim-pack XR-ODS II (2,0 мм вн.диам.; 50 мм; 2 мкм)
 Подвижная фаза А: 5 ммоль/л ацетат аммония-вода
 Подвижная фаза В: ацетонитрил
 Градиентное элюирование:
 60 %В (0–1,50 мин)
 90 %В (1,51–3,00 мин)
 60 %В (3,01–4,50 мин)
 Скорость потока подвижной фазы: 0,4 мл/мин

200 мкл образца плазмы

Добавить 200 мкл ацетонитрила, 50 мкл 50% водного раствора метанола и по 50 мкл стандартных растворов верапамила и варфарина. Перемешать на шейкере и центрифугировать (10000 об/мин, 3 мин), затем лиофилизировать.

Добавить 500 мкл раствора для разведения.

Перемешать на шейкере и центрифугировать (12 000 об/мин, 5 мин).

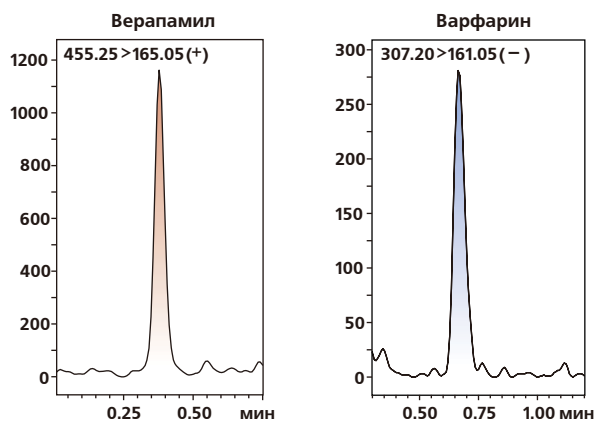


Предел детектирования на уровне фемтограммов и высокая скорость анализа

Образцы плазмы крови с добавленными верапамилем и варфарином (конечная концентрация 40 фг/мкл) были проанализированы на модели LCMS-8040 (условия анализа аналогичны описанным выше). При вводе в хроматографическую колонку 100 фг определяемого соединения было получено соотношение «сигнал/шум» 146 (RMS) для верапамила и 30 (RMS) для варфарина, соответственно.

Полученный нижний предел детектирования при соотношении «сигнал/шум» = 3 (RMS) соответствовал 2,05 фг верапамила и 9,88 фг варфарина.

Вещество	Верапамил	Варфарин
Соотношение «сигнал/шум»: 100 фг определяемого соединения на колонку (RMS)	146	30
Предел детектирования (фг) рассчитанный при соотношении «сигнал/шум» = 3	2.05	9.88



Хроматограммы, полученные при вводе в колонку 100 фг верапамила и варфарина.

Единое решение для управления хроматографами и масс-спектрометрами. Программное обеспечение LabSolutions, версия 5

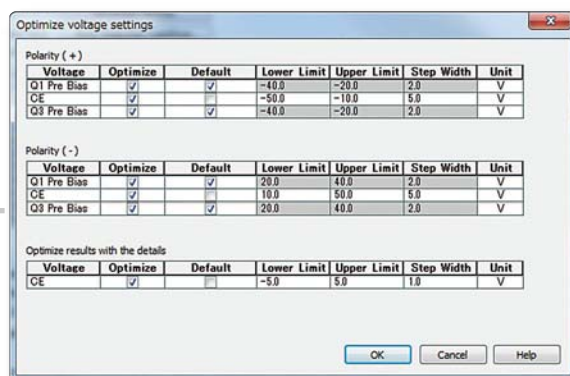
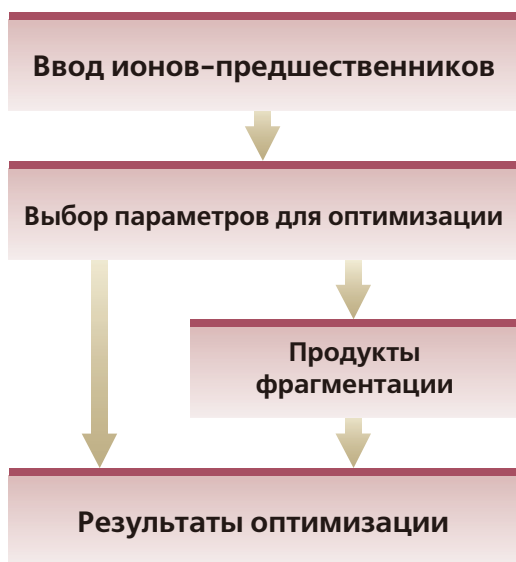
Пакет LabSolutions, версия 5, представляет собой интегрированное программное обеспечение для управления ВЭЖХ системами LC-VP и Prominence, УВЭЖХ системой Nexera и хроматомасс-спектрометрами LCMS-2020/8030/8040.

Пакет включает «Навигатор количественных результатов» (Quantitation Browser), который используется для количественной обработки результатов, и «Навигатор данных» (Data Browser), который позволяет

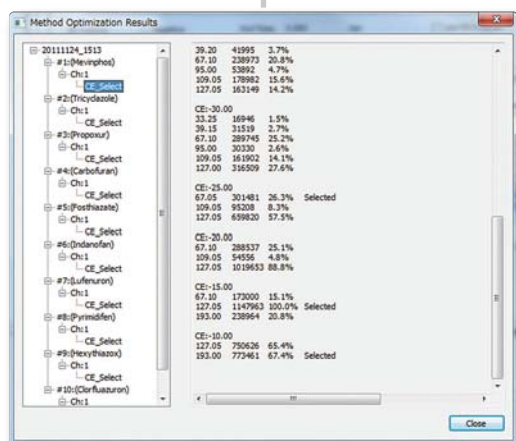
пользователю анализировать и сравнивать в одном окне несколько наборов данных, таких как хроматограммы и масс-спектры. Одновременное использование хроматографических данных (времена удерживания, величины УФ-поглощения, УФ-спектры) и данных, полученных масс-спектрометром, особенно полезно при поиске и идентификации веществ.

Автоматическая оптимизация параметров MRM

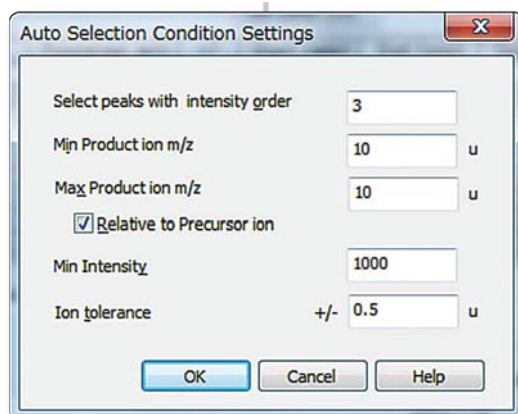
Оптимизация параметров MRM является необходимым этапом при разработке методик количественного анализа для тройных квадрупольных масс-спектрометров. В программном обеспечении LabSolutions предусмотрен режим автоматизированной оптимизации параметров MRM для моделей LCMS-8030/8040, что дает возможность пользователю легко разрабатывать собственные методики анализа.



Оптимизация параметров MRM включает выбор оптимальных напряжений на префильтрах первого и третьего квадрупольных и выбор оптимального режима работы соударительной ячейки. При этом оптимизация работы соударительной ячейки осуществляется в два этапа: сначала осуществляется поиск оптимальных значений в широком диапазоне напряжений с шагом 5 В, а затем поиск повторяется в диапазоне ± 5 В от найденной оптимальной величины с шагом 1 В. Оптимальными условиями MRM считаются те условия, которые обеспечивают максимально богатый спектр продуктов фрагментации с наивысшей интенсивностью. Поскольку процесс оптимизации выполняется в автоматическом режиме, хроматомасс-спектрометр может быть легко запрограммирован для выполнения оптимизации режима MRM для большого числа определяемых соединений.



Результаты оптимизации, автоматически добавленные в файл метода, показаны в окне выше. Значения, обозначенные как «Выбранные» (Select), представляют собой выбранные продукты фрагментации. Пользователь также может самостоятельно вносить изменения в файл метода.



Если продукт фрагментации неизвестен, программное обеспечение будет осуществлять его автоматический поиск.

Готовые решения для интенсификации работы аналитических лабораторий

Пакеты методик для LC/MS/MS

При проведении количественного анализа параметры режимов работы хроматомасс-спектрометра прежде всего должны быть оптимизированы. SHIMADZU предлагает готовые пакеты методик анализа (MethodPackages), которые избавляют пользователей от необходимости самостоятельно проводить процедуры оптимизации режимов MRM и выбора условий хроматографического разделения.

Анализ пестицидов

Содержит условия для определения остаточных количеств пестицидов в пищевой и сельскохозяйственной продукции. 167 определяемых компонентов.



Ветеринарные препараты

Набор методик содержит условия определения и базу данных препаратов, используемых в животноводстве. 42 определяемых компонента.



Анализ качества воды

Данная методика содержит условия, необходимые для LC/MS/MS анализа питьевой воды, и условия оптимизации MS параметров для каждого из целевых соединений. 76 определяемых компонентов.



Скрининг наркотических веществ

Методика, основанная на сверхбыстром сканировании спектров вторичных ионов и спектров нейтральных потерь для определения производных наркотических средств. 286 определяемых компонентов.



Токсикологический анализ

Содержит для проведения скринингового анализа для определения запрещенных препаратов, ядовитых и психоактивных веществ, спорных препаратов и др. 106 определяемых компонентов.



Липидные медиаторы

Методика позволяет проводить определение 130 соединений-медиаторов арахидонового каскада и их производных.



Первичные метаболиты

Включает условия одновременного анализа 55 основных метаболитов лекарственных средств (in vivo-исследования).

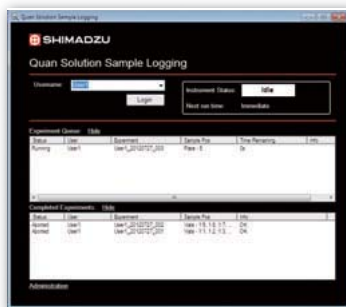


Пакеты методик для LC/MS/MS

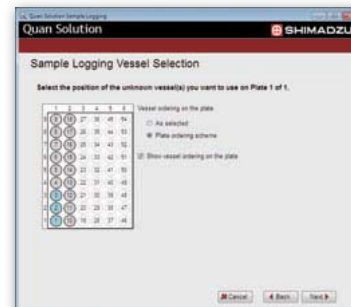
Программное обеспечение Quan Solution существенно упрощает работу с LC/MS/MS системами. Теперь, чтобы провести анализ и получить качественные и количественные результаты, не обязательно быть специалистом в области масс-спектрометрии.

Простые и понятные окна программы и предустановленные пакеты методик анализа позволяют начать работу с прибором практически без подготовки.

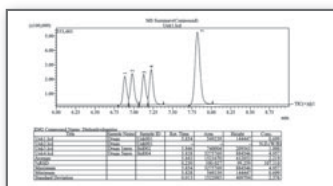
Вход в программу



Выбор образцов для анализа



Выбор анализируемых, стандартных и контрольных образцов и последовательности анализа.



Отправка отчета



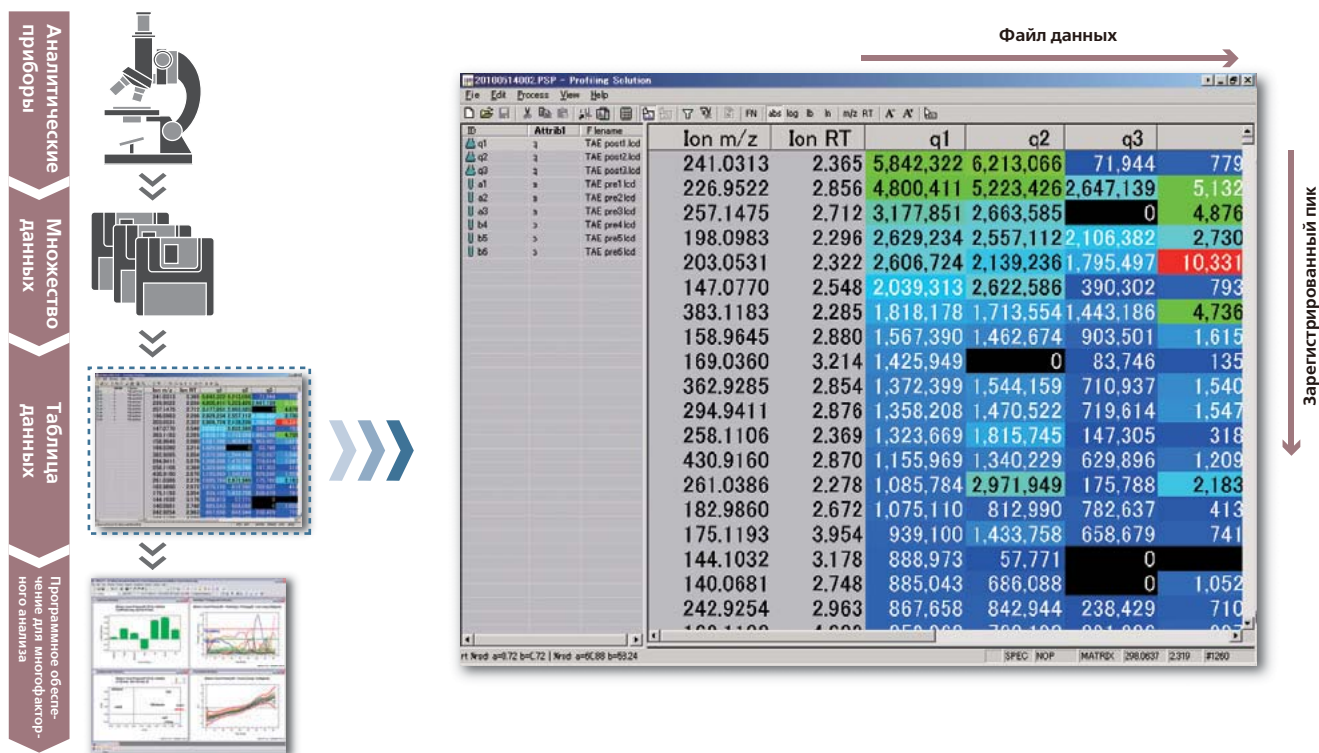
Отправка отчета с качественными и количественными результатами анализа по электронной почте

Анализ



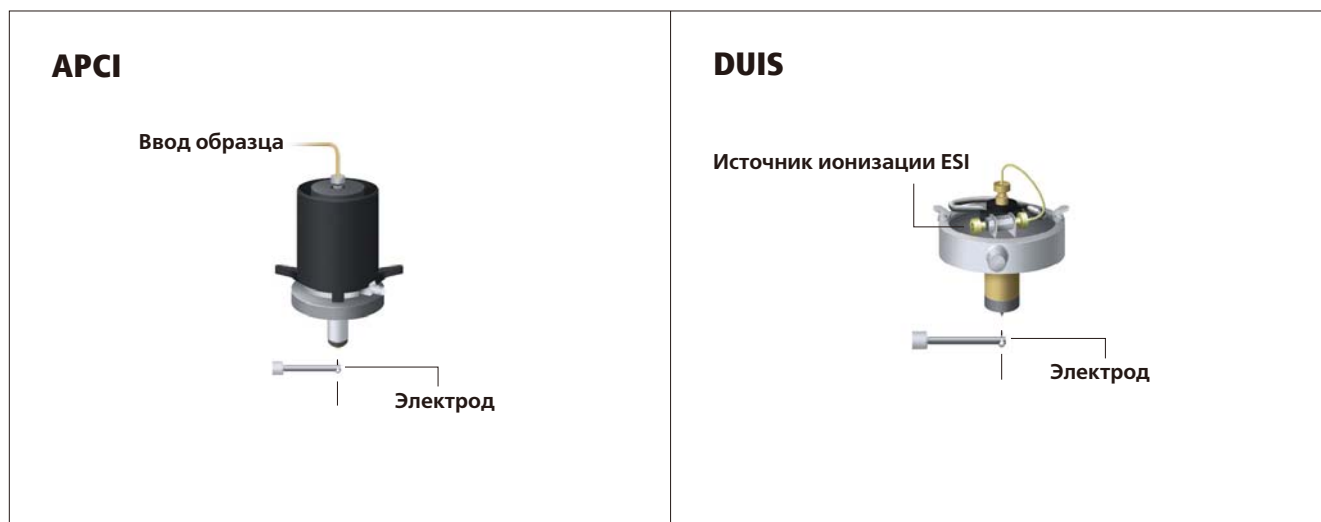
Программное обеспечение Profiling Solution, версия 1.1

Profiling Solution — это программное обеспечение для сравнения и сопоставления огромного количества данных, полученных с помощью различных хроматографических методов. Данная программа создает сводную таблицу хроматографических пиков, извлеченных из большого количества файлов данных для последующего многофакторного анализа. Программа совместима с ВЭЖХ, ВЭЖХ/МС, ВЭЖХ/МС/МС и ГХМС системами, что позволяет проводить многофакторный анализ с использованием широкого спектра различных аналитических методов.



Опциональный сдвоенный источник ионизации DUIS

Легкое переключение между режимами ионизации (ESI, APCI и DUIS) без замены источника ионизации





Shimadzu Corporation
www.shimadzu.com/an/

Наименования компании, наименования продуктов/услуг и логотипы, используемые в настоящей публикации, являются товарными знаками и наименованиями Корпорации Шимадзу или ее дочерних компаний вне зависимости от использования знаков «TM» или «®» с наименованием. Сторонние товарные знаки и товарные наименования могут использоваться в данной публикации для обозначения третьих лиц или их товаров/услуг. ШИМАДЗУ не предъявляет права собственности на какие-либо товарные марки и названия, кроме своих собственных.

Только для исследовательских целей. Не использовать для диагностических целей. Содержание данной публикации предоставляется без гарантий любого рода и может быть изменено без предварительного уведомления. ШИМАДЗУ не несет никакой ответственности за любой ущерб, будь то прямой или косвенный, связанный с использованием этой публикации.