

Thermo Scientific

Chromatography & Mass Spectrometry

ThermoFisher
SCIENTIFIC

The world leader in serving science

Мы представляем в России и странах СНГ
отделение хроматографии и масс-спектрометрии

- **Органический анализ:**

 - ГХ/МС и ГХ/МС/МС

 - ВЭЖХ/МС и ВЭЖХ/МС/МС

- **Элементный анализ**

- **Изотопный анализ**

Масс-спектрометры для органического анализа

DSQ II



ITQ



TSQ
Quantum GC



DFS



MSQ



LCQ Fleet



LTQ
Orbitrap



TSQ Quantum



LXQ



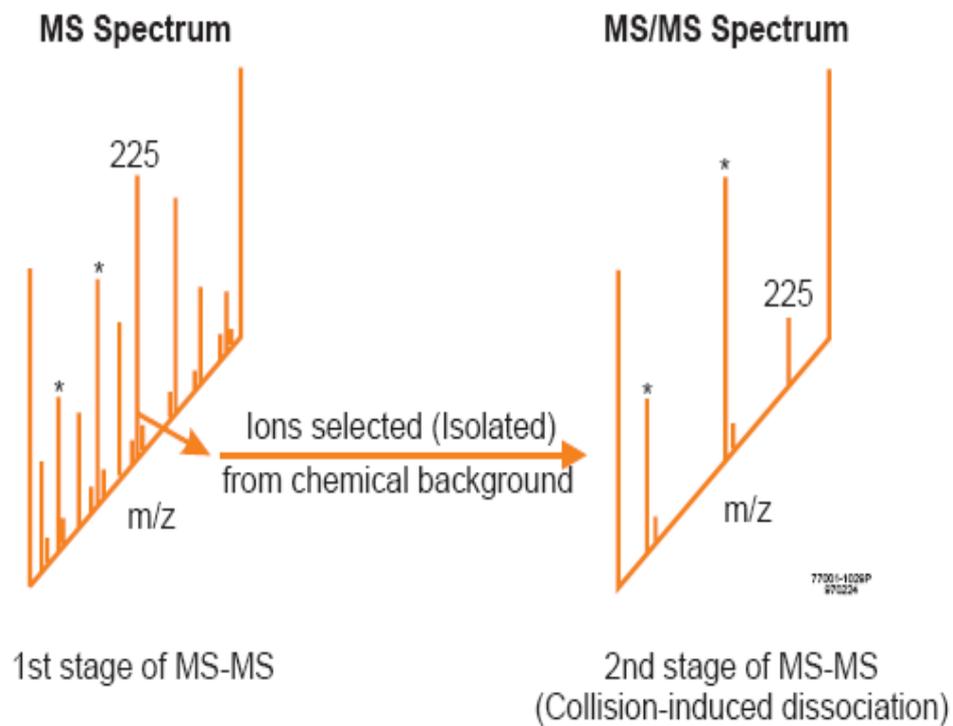
Exactive



LTQ FT



Принцип MS/MS



ГХ/МС приборы

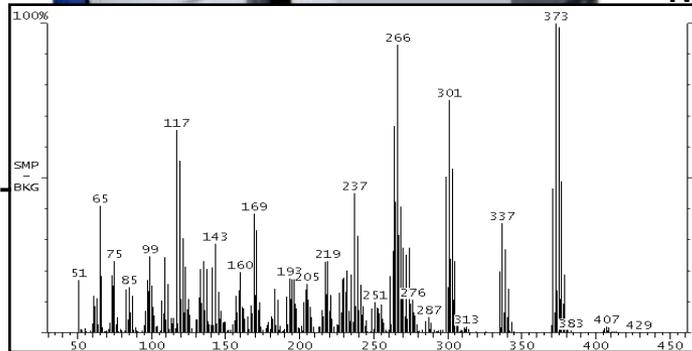
DSQ II квадрупольный ГХ/МС



ITQ 700, ITQ 900, ITQ 1100
новая серия приборов
типа ионная
ловушка



- Высокая чувствительность
- MSn, n=5

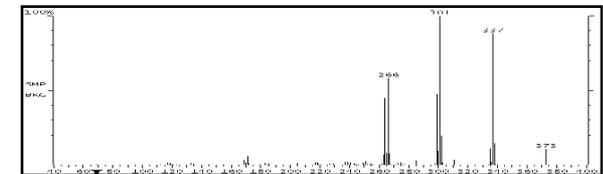
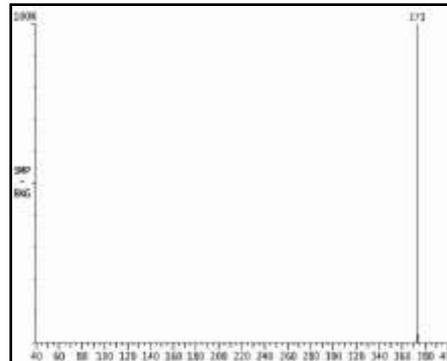


Автоматический выбор энергии соударений
однозначное определение в целевом анализе

DFS – магнитный МС
высокого разрешения с
двойной



Изоляция
родительского
иона



Фрагментация
родительского иона

ГХ/МС приборы

DSQ II квадрупольный ГХ/МС



Энергия ионизирующих электронов регулируется в пределах от 0 до 130 эВ, ток эмиссии катода до 850 мкА

Аналитические характеристики
Ионизация электронным ударом

1 пг октафторнафталина, m/z 272 а.е.м.
 Независимый контролируемый нагрев источника в диапазоне 50-300 а.е.м. для обеспечения стабильной работы и полной интегрированности с газовым хроматографом



TSQ Quantum GC тройной квадруполь



Химическая ионизация, положительно заряженные ионы
 Искрипленный квадрупольный префильтр

1 пг бензофенона, m/z 183 а.е.м.
 Единичное разделение по массам во всем диапазоне разрешения а.е.м.
 Full Scan 80-230 а.е.м.
 S/N 50:1

Скорость сканирования > 11 000 а.е.м./с
 фокусировкой

Химическая ионизация, отрицательно заряженные ионы
 18 часов стабильность шкалы

1 пг октафторнафталина, m/z 272 а.е.м.
 Полное сканирование, сегментированное сканирование, селективный мониторинг ионов (SIM), одновременное полное сканирование и SIM



ГХ/МС приборы

❑ Скорость сканирования до 5000 а.е.м./сек
DSQ II квадрупольный ГХ/МС

❑ Более чем 300 SRM в секунду



❑ Одновременный количественный анализ и структурная идентификация с QED-MS MS

❑ PPINICTM – ХИ с импульсной попеременной регистрацией положительных и отрицательных ионов для скрининга образцов

TSQ Quantum GC

ITQ 700, ITQ 900, ITQ 1100

новая серия приборов

типа ионная

ловушка



❑ Высочайшая селективность (H-SRM)

TSQ Quantum GC тройной квадруполь

❑ DFS – магнитный МС

❑ Источник ионов DuraBright - устойчивость к загрязнениям и высочайшую чувствительность с двойной

❑ Криобурионная ионизационная камера для автоматического переключения между способами ионизации EI/CI

❑ Переключение между ГХ/МС и ВЭЖХ/МС

❑ Два варианта прямого ввода (DEP и DIP)

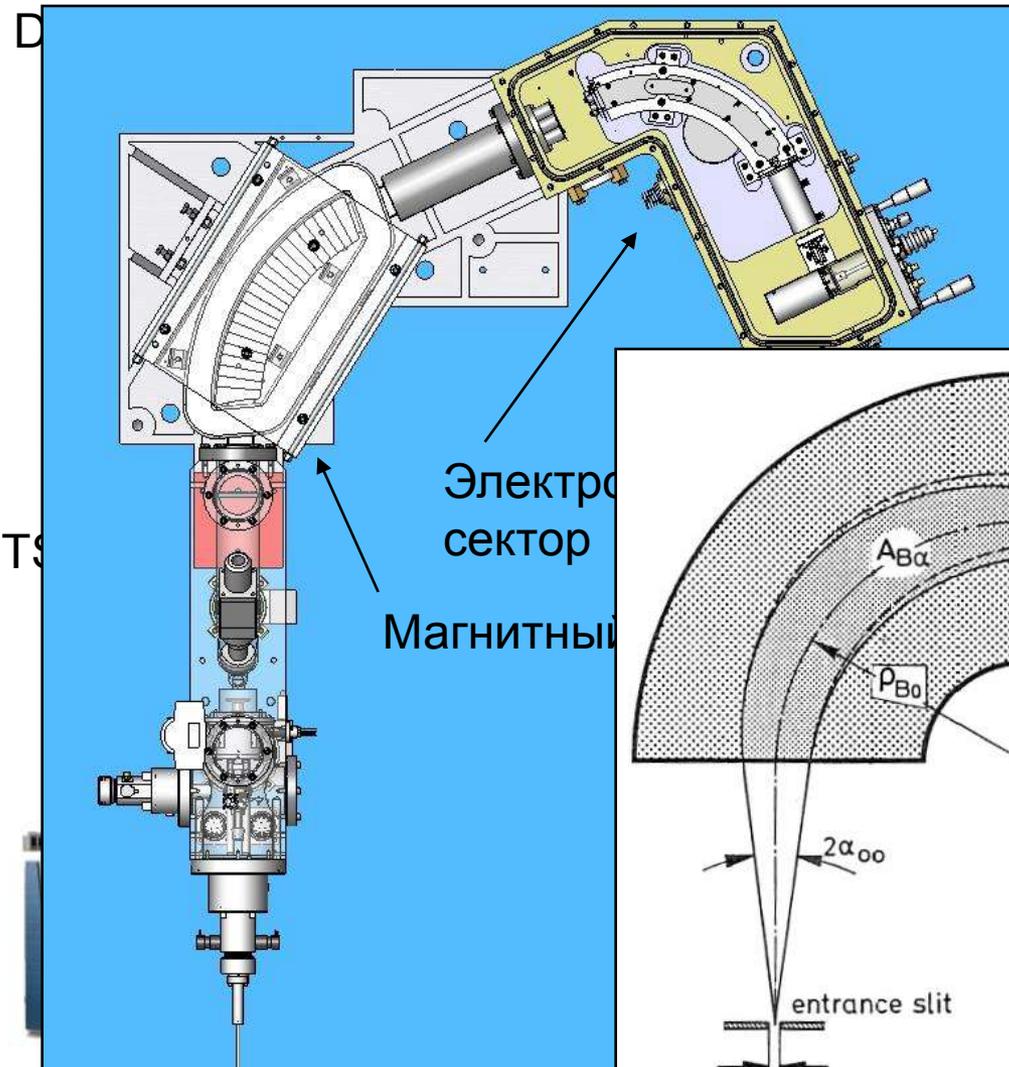


Спецификация TSQ Quantum GC

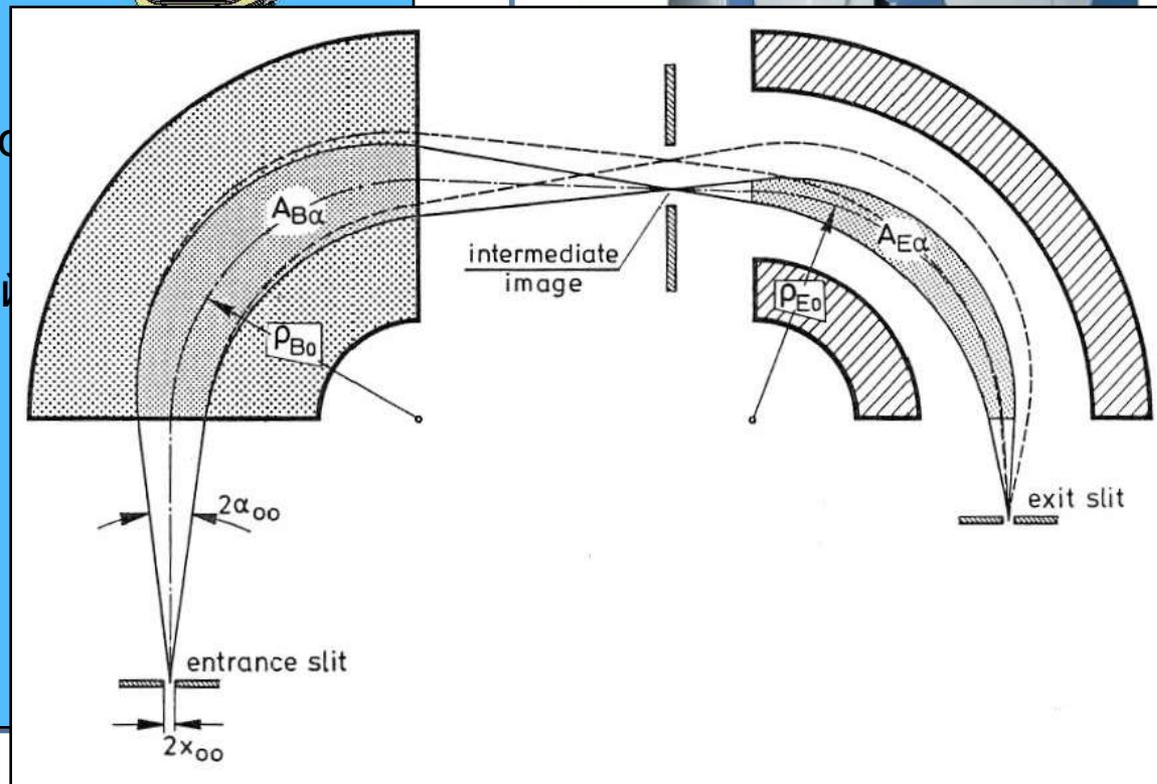
EI Scan (+)	1 pg OFN, S/N > 100, (m/z 272)
EI SIM (+)	50 fg OFN, S/N > 20
PCI Scan	10 pg BZP, S/N > 10, (m/z 183) 80-230 amu
NCI Scan	1 pg OFN, S/N > 1000, (m/z 272) 200-300 amu
NCI SIM	10 fg OFN, S/N > 50, (m/z 272)
PCI-SRM	2 pg BZP, S/N > 200 (m/z 183→105)

<u>Pesticide</u>	<u>TSQ Quantum GC LOQ</u>
Bromopropylate	0.1
Chlorpyrifos	0.1
Cypermethrin-1	2
Cypermethrin-2	2
Cypermethrin-3	2
Cypermethrin-4	2
Deltamethrin+Tralomethrin	0.2
Diazinon	0.1
Endosulfan-α	0.1
Fenpropathrin	0.1
Fenvalerate-1	0.1
Fenvarelate-2	0.1
Fipronil	0.1
Mevinphos	0.1

ГХ/МС приборы

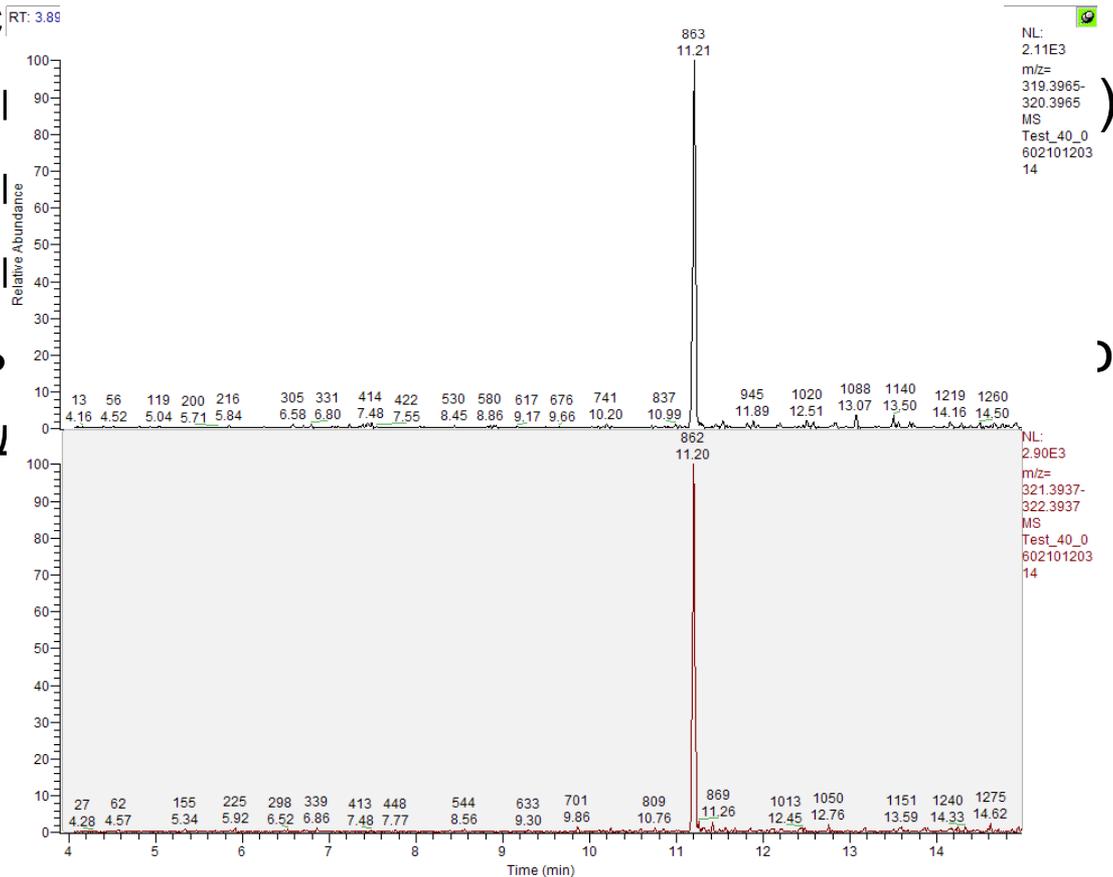


Q 700, ITQ 900, ITQ 1100
 DFS – масс
 новая серия приборов
 для ионная
 вышка
 разрешение с
 двойной



100 fg Dioxin S/N > 800:1

- Чувствитель
- Динамичес
- Точность о
- Точность о
- Точность о
- Максималь
- Массовый



эты пика)

ЖХ/МС приборы



LCQ Fleet



LXQ
*High-throughput Linear
Ion Trap*



LTQ XL
Ultimate Platform



TSQ series



MSQ



EXACTIVE



LTQ Orbitrap XL



LTQ FT Ultra
Ultimate Performance

LCQ Fleet, LXQ, LTQ XL

- LCQ Fleet – новая генерация классических трехмерных ловушек
- LXQ – не сегментированная линейная ловушка
- LTQ XL - сегментированная линейная ловушка



Прибор	Концентрация	Инжек-ция	Кол-во	S/N
LTQ XL	125 fg/uL	2 uL	250 fg	100 : 1
LXQ	125 fg/uL	2 uL	250 fg	20 : 1
LCQ Fleet	1 pg/uL	2 uL	2 pg	100 : 1

Диапазон масс: 15 – 200 а.е.м.
50 – 2000 а.е.м
200 – 4000 а.е.м.

MCn, n=1-10

SURVEYOR MSQ Plus

Режимы ионизации	ESI, APCI
Диапазон масс	17 - 2000 а.е.м.
Чувствительность:	
Положительные ионы при ESI	5 пг (10 мкл x 0.5 пг/мкл) эритромицина, мобильная фаза - ацетонитрил/вода, 1 мл/мин, S/N = 100 / 1
Отрицательные ионы при ESI	2 пг (10 мкл x 0.2 пг/мкл) р- нитрофенола, мобильная фаза - метанол/вода, 1 мл/мин, S/N = 50 / 1
Положительные ионы при APCI	50 пг (10 мкл x 5 пг/мкл) эритромицина, мобильная фаза - ацетонитрил/вода, 1 мл/мин, S/N = 200 / 1
Отрицательные ионы при APCI	20 пг (10 мкл x 2 пг/мкл) р- нитрофенола, мобильная фаза - метанол/вода, 1 мл/мин, S/N = 50 / 1
Скорости потоков	2 мкл/мин - 2 мл/мин для ESI 0.2 мл/мин - 2 мл/мин для APCI

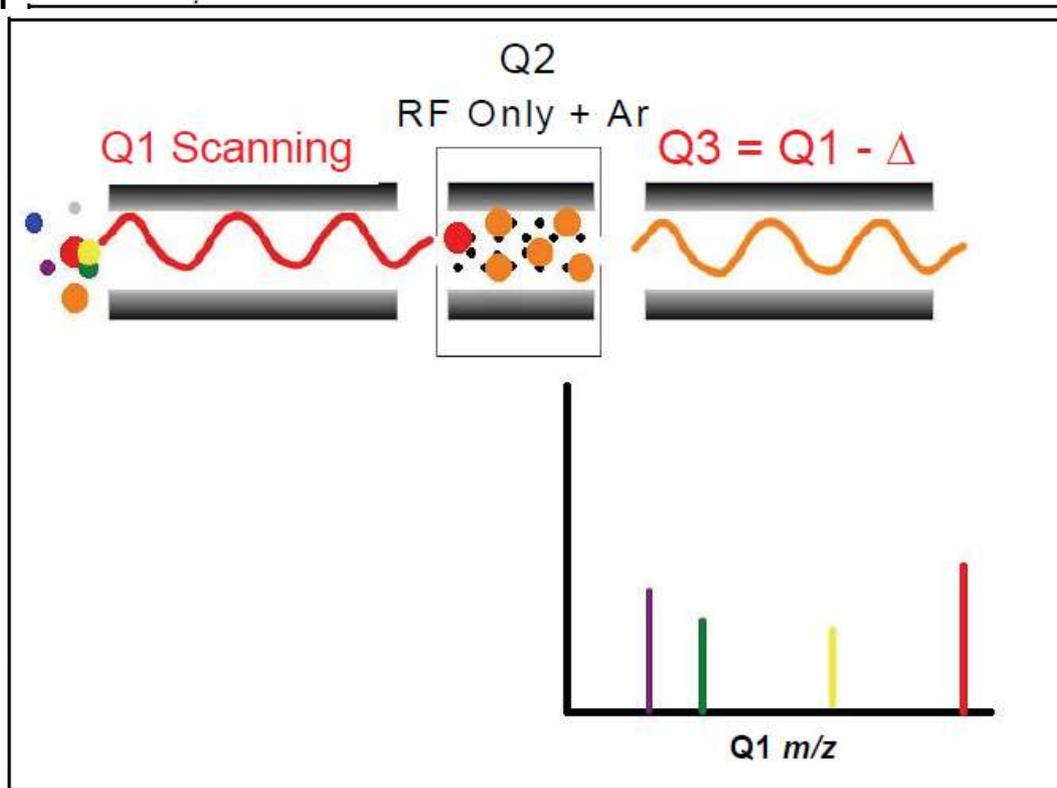
Одностадийный
квадрупольный
масс-анализатор



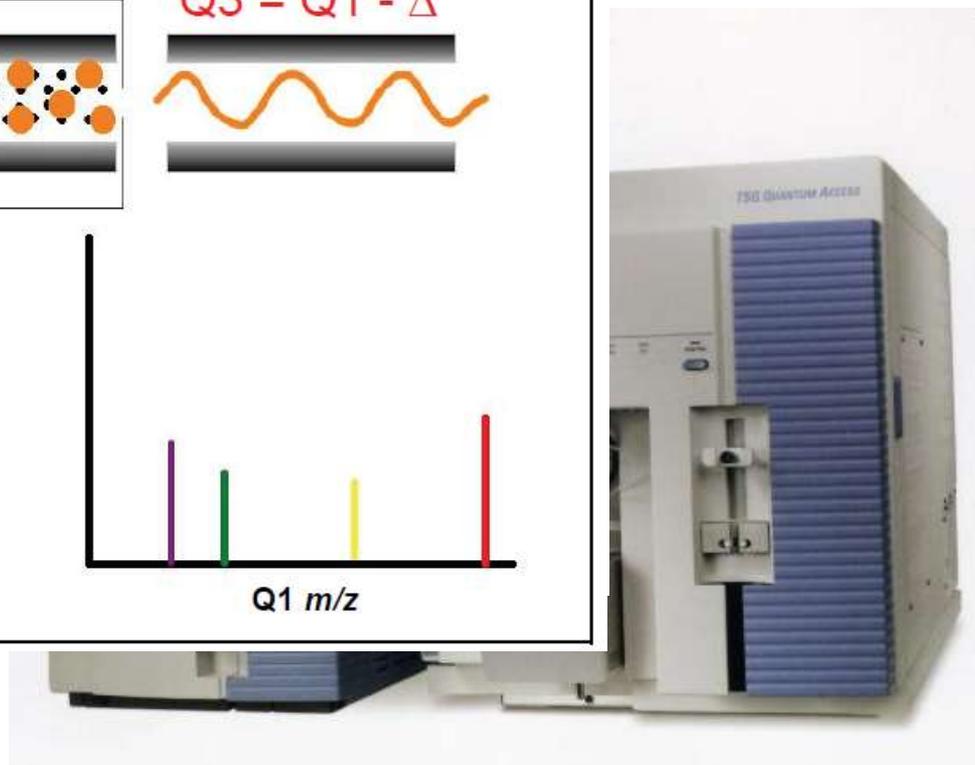
TSQ Finnigan Quantum

- TSQ Quantum Access
- TSQ Quantum I
- TSQ Quantum
- TSQ Quantum
- TSQ Quantum

Тройной квадрупольный

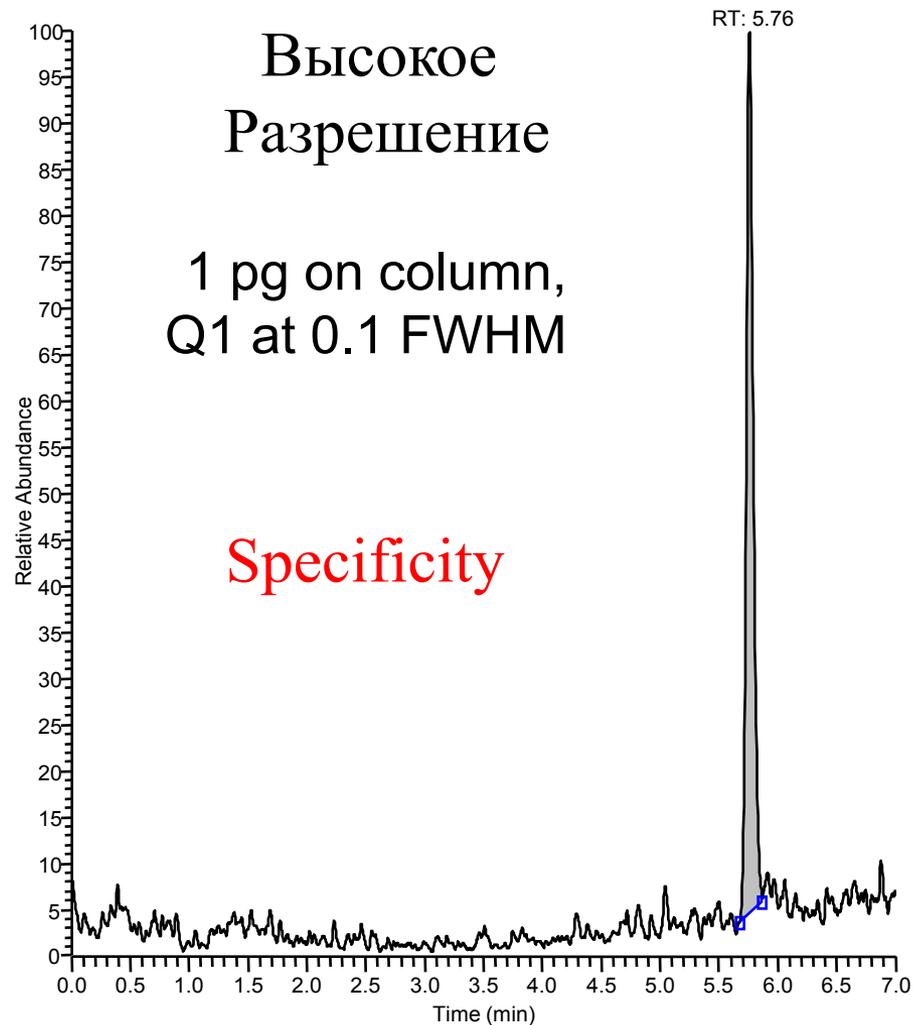
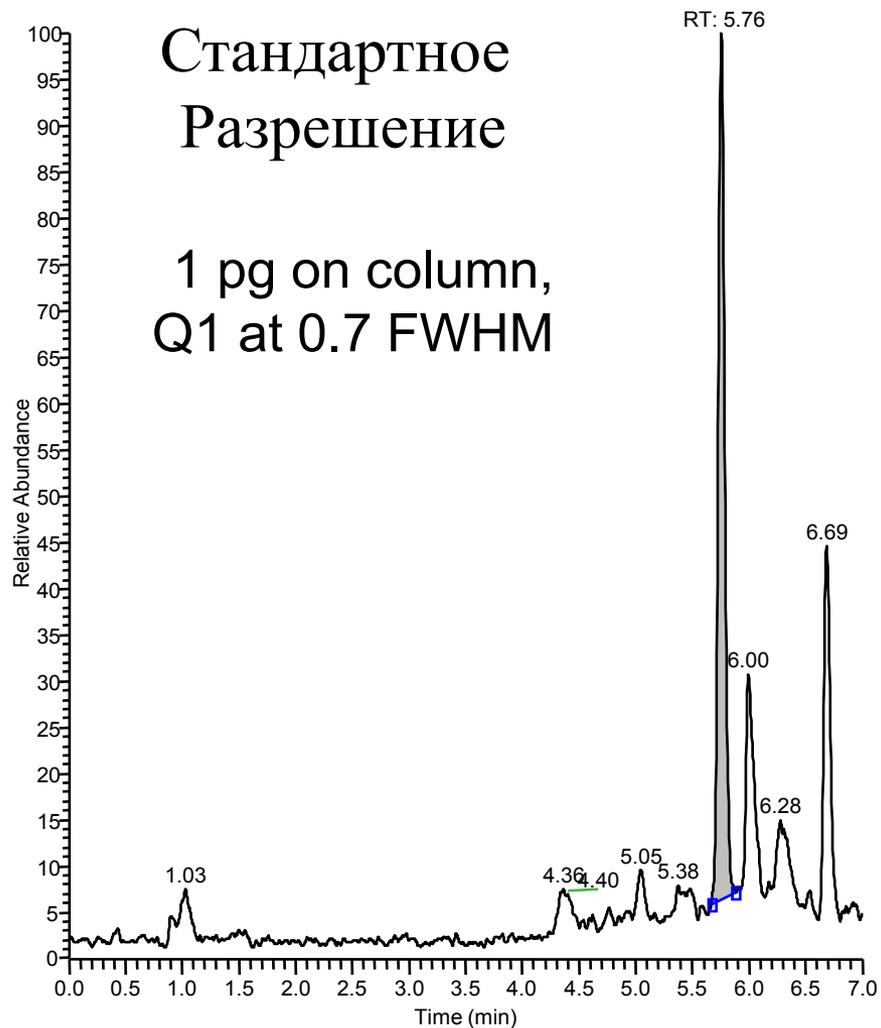


- Диапазон масс: 3
- Скорость сканирс
- MC/MC
- Сканирование по
- Сканирование по
- Сканирование нейтральных потерь



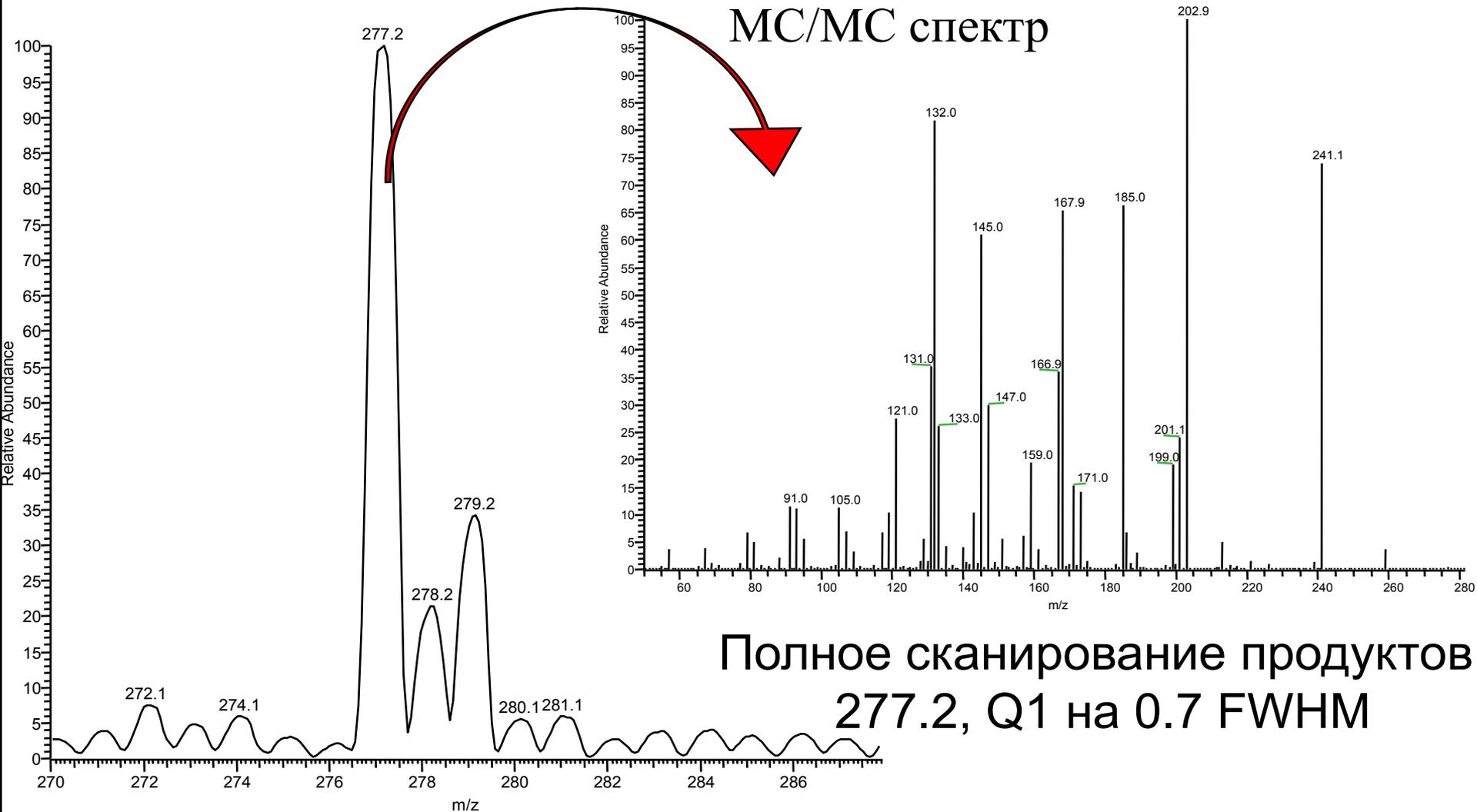
TSQ Quantum Ultra LC/ESI/SRM

Кленбутирол – Моча



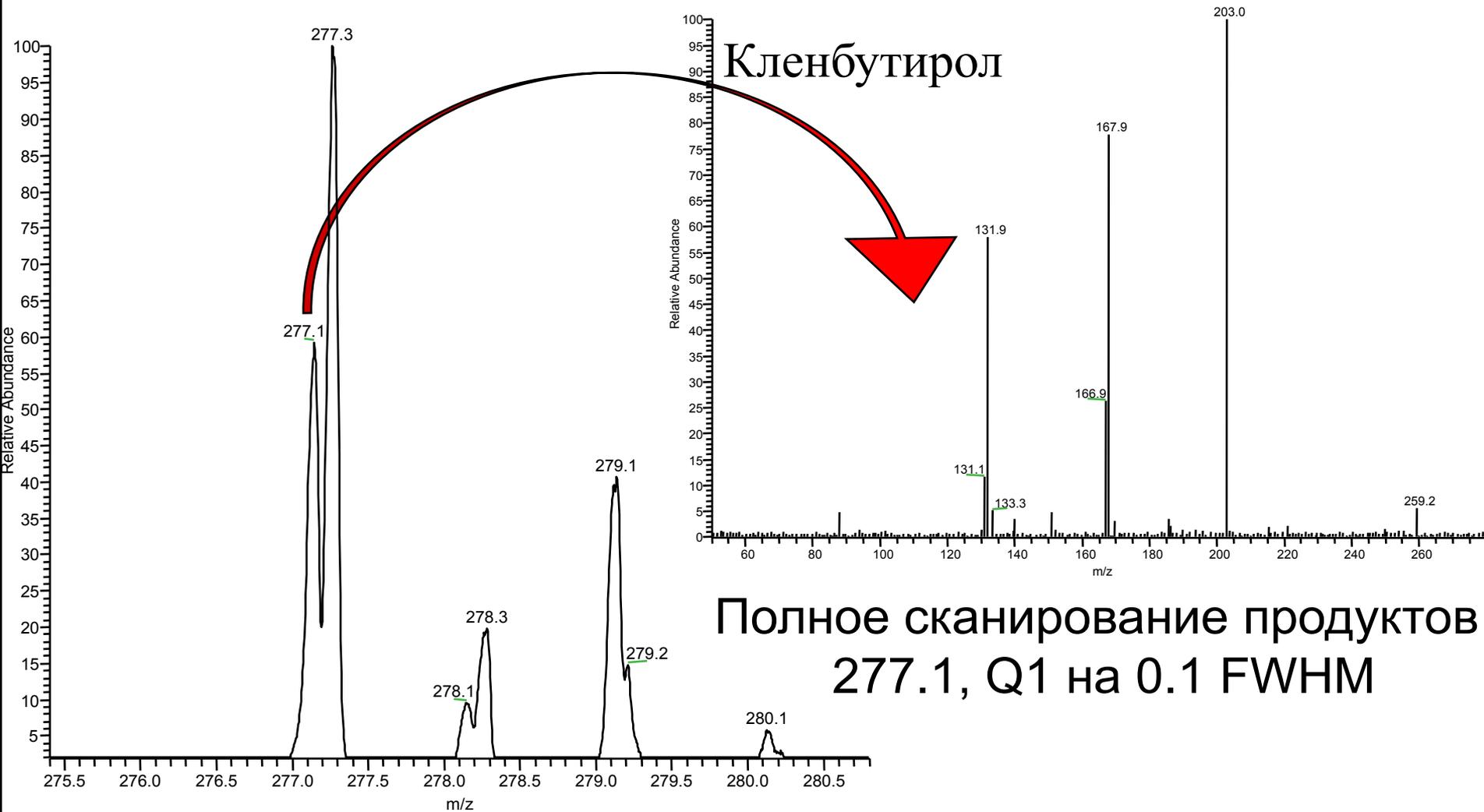
Anabolic Steroids : обычное разрешение

Смесь кленбутирола и 19-норандростерона



Anabolic Steroids : высокое разрешение

Смесь кленбутирола и 19-норандростерона



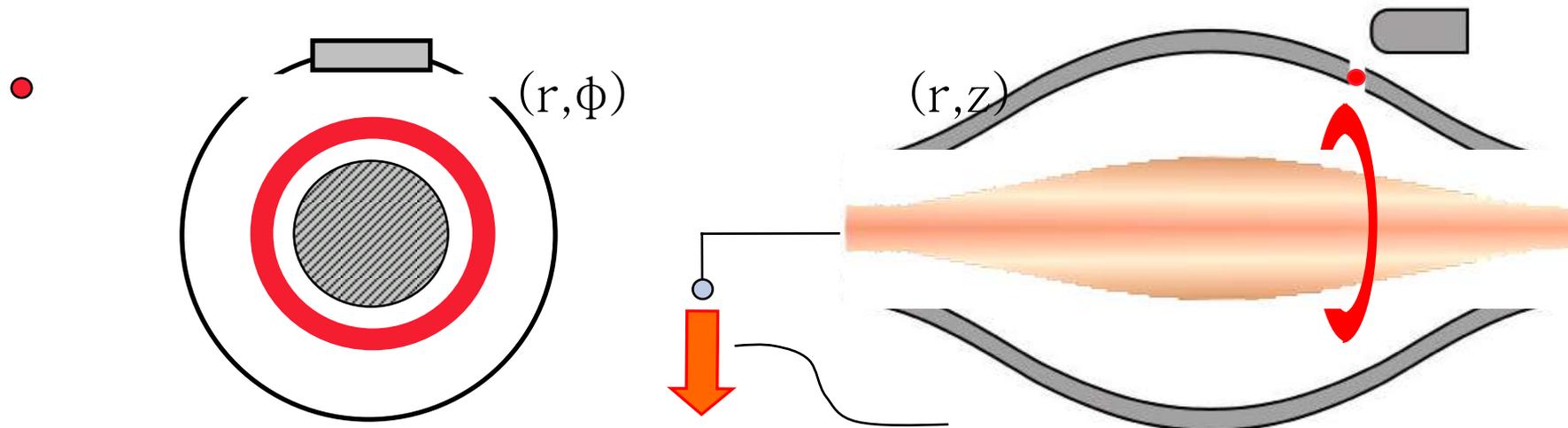
LTQ Orbitrap – Характеристики

- Точность определения масс
 - 5 ppm при внешней калибровке
 - 2 ppm при внешней калибровке
- Разрешение
 - 60,000 при m/z 400 с частотой сканирования 1 Гц
 - Максимальное разрешение >100,000
- Диапазон масс
 - 50-2000; 200-4000
- Чувствительность суб-фемтомоль образца на колонку
- MS/MS и MSⁿ
- Динамический диапазон
 - >2,500 внутри масс спектра

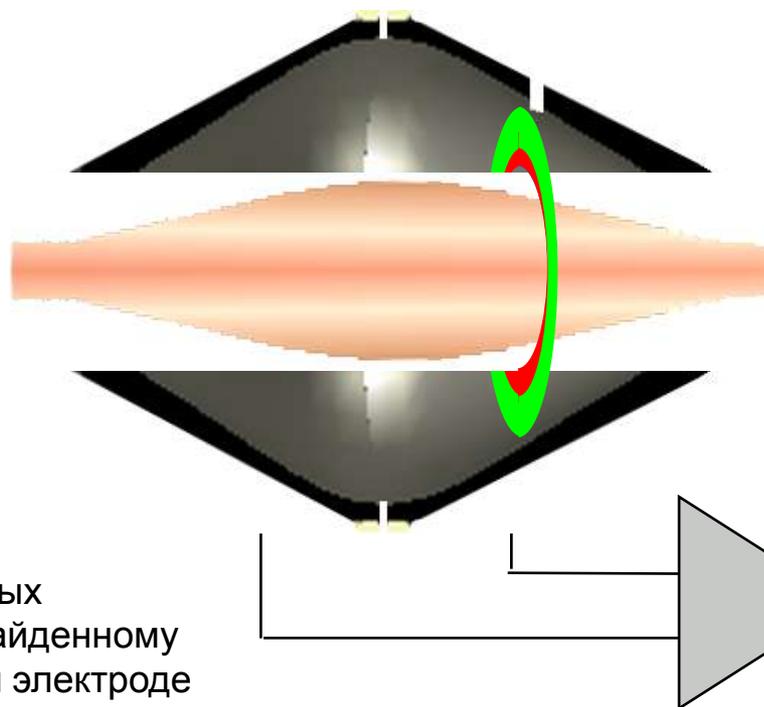


Lord of the Ion Rings: Part 1- Forging of the Ring

- Пакет ионов с одинаковым отношением m/z тангенциально влетает в ловушку в точке, отстоящей от ее центра
- Ионы закручиваются электрическим полем вокруг центрального электрода и начинают когерентно осциллировать вдоль оси ловушки без какого-либо дополнительного возбуждения
- Все ионы в орбитальной ловушке будут осциллировать с одинаковыми амплитудами, но частота осцилляций будет зависеть от отношения массы к заряду
- Из-за строгой зависимости частоты вращения от энергии иона, угла, под которым он влетел в ловушку, ионный пакет будет распределен по углам и будет выглядеть как вращающееся кольцо



Lord of the Ion Rings: Part 2- “Precious Ringing”



$$\omega = \sqrt{\frac{k}{m/z}}$$

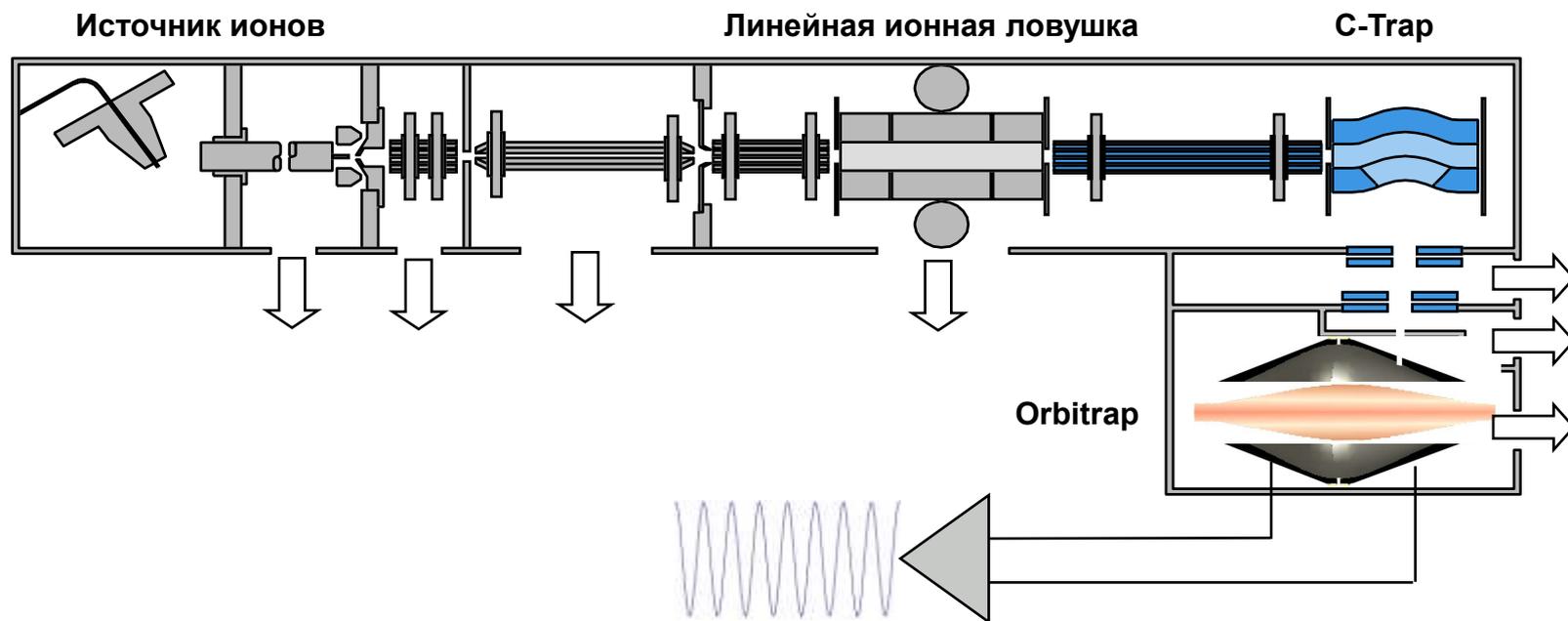
- Детектирование этих аксиальных осцилляций выполняется по найденному изображению тока на внешнем электроде орбитальной ловушки.
- Ионы с определенным отношением массы к заряду характеризуются определенной аксиальной частотой.
- Разделение частот различных ионов происходит с применением преобразования Фурье.

LTQ Orbitrap

Линейная ионная ловушка

- MS, MS/MS и MSⁿ
- **AGC** – автоматическая регулировка числа ионов в ловушке

Два детектора
Two Data Signals
One Instrument



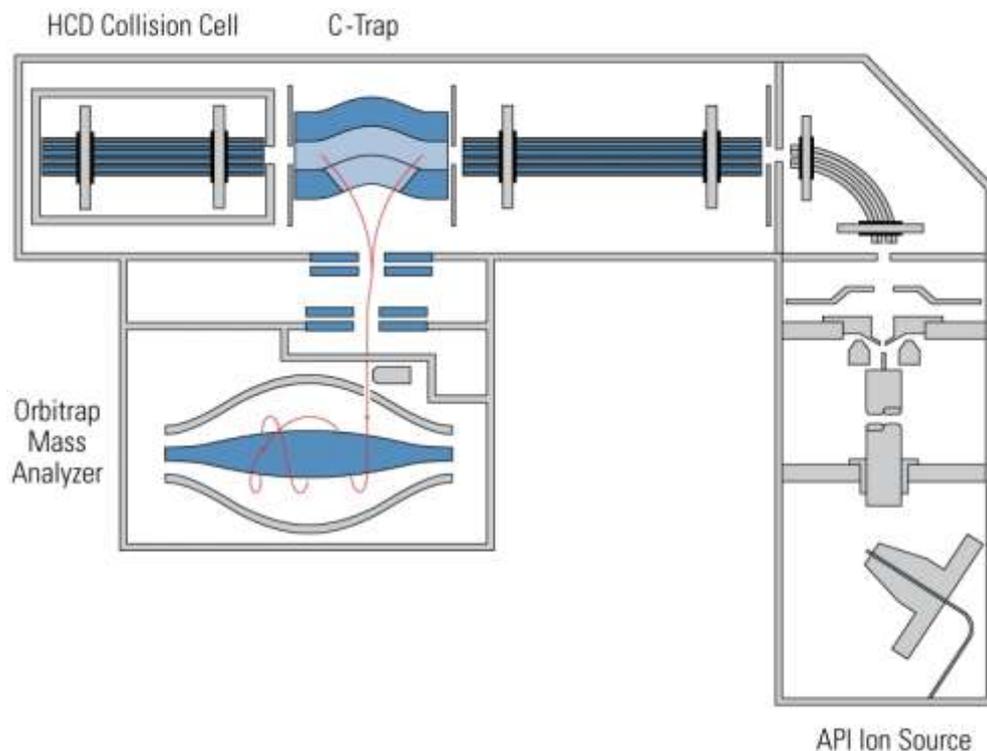
Exactive™ Настольный LC-MS



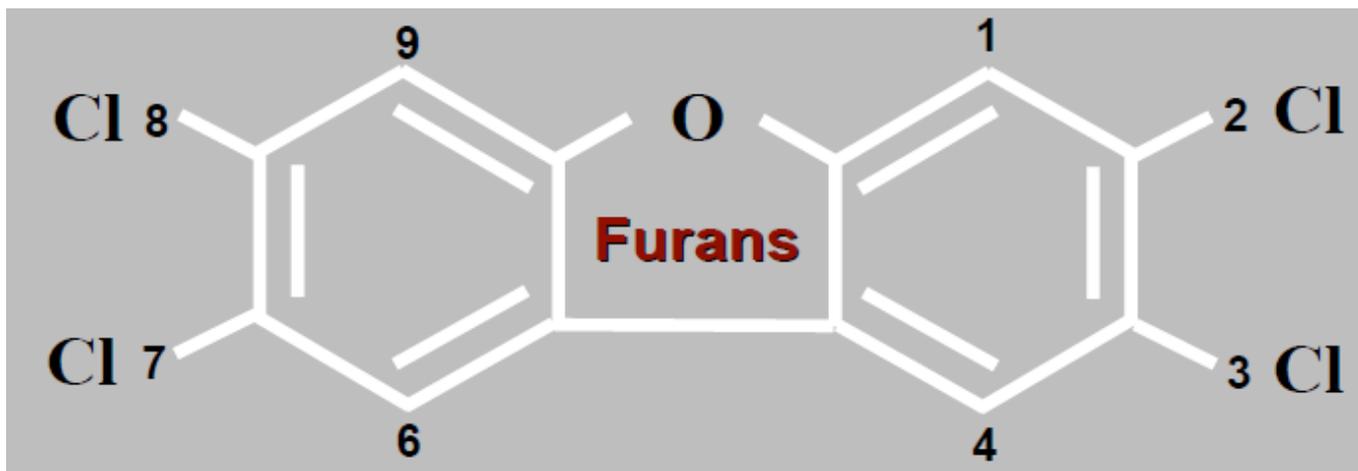
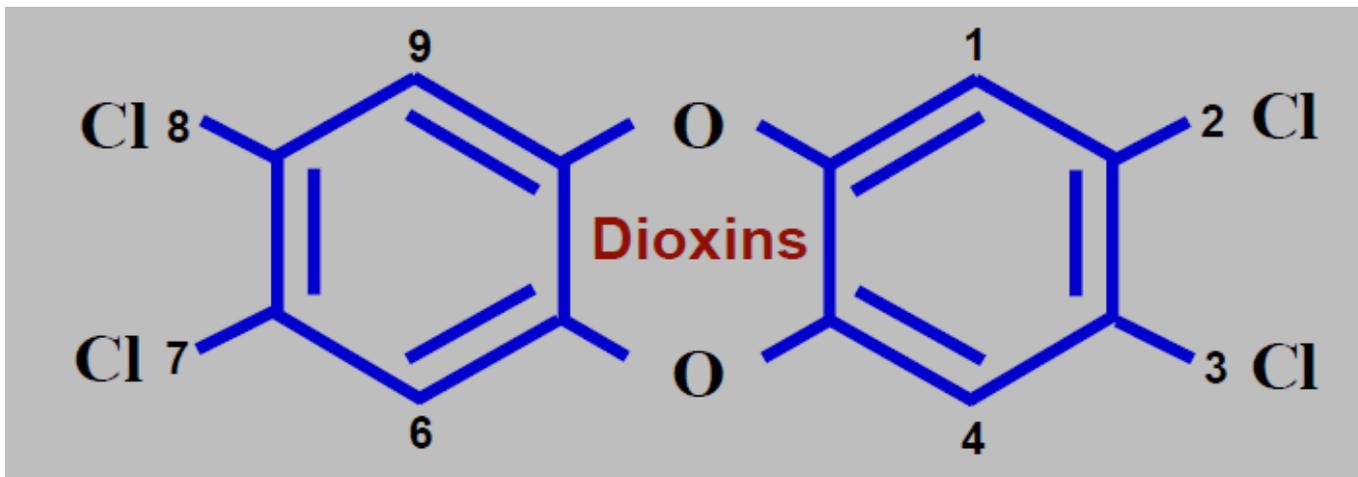
Exactive – это простая в использовании ВЭЖХ/МС система, позволяющая измерять точные массы ионов в каждом сканировании без прибегания к усреднению данных. Exactive полностью совместим с системами ЖХ сверхвысокого давления и обеспечивает точные измерения масс в любых применениях быстрой хроматографии.

Exactive

- Разрешение
100,000 при 1 сканировании в секунду
10,000 при 10 сканировании в секунду
- Точность определения масс
<2 ppm
- Динамический диапазон
>4000 внутри спектра
- Скорость сканирования
До 1 сканирования в секунду
- Диапазон измерения масс
 m/z 50 - 4000
- Смена полярности
1 цикл < 1 сек



Диоксины и бензофураны



- Целый класс веществ
- Крайне токсичные и канцерогенные вещества.
- Очень устойчивы к различным воздействиям
- Легко передаются по пищевой цепочке
- Необходимо детектирование на очень низком уровне (фемтограммы в золе)

6.8.2002

EN

Official Journal of the European Communities

L 209/15

COMMISSION DIRECTIVE 2002/70/EC

of 26 July 2002

establishing requirements for the determination of levels of dioxins and dioxin-like PCBs in
feedingstuffs

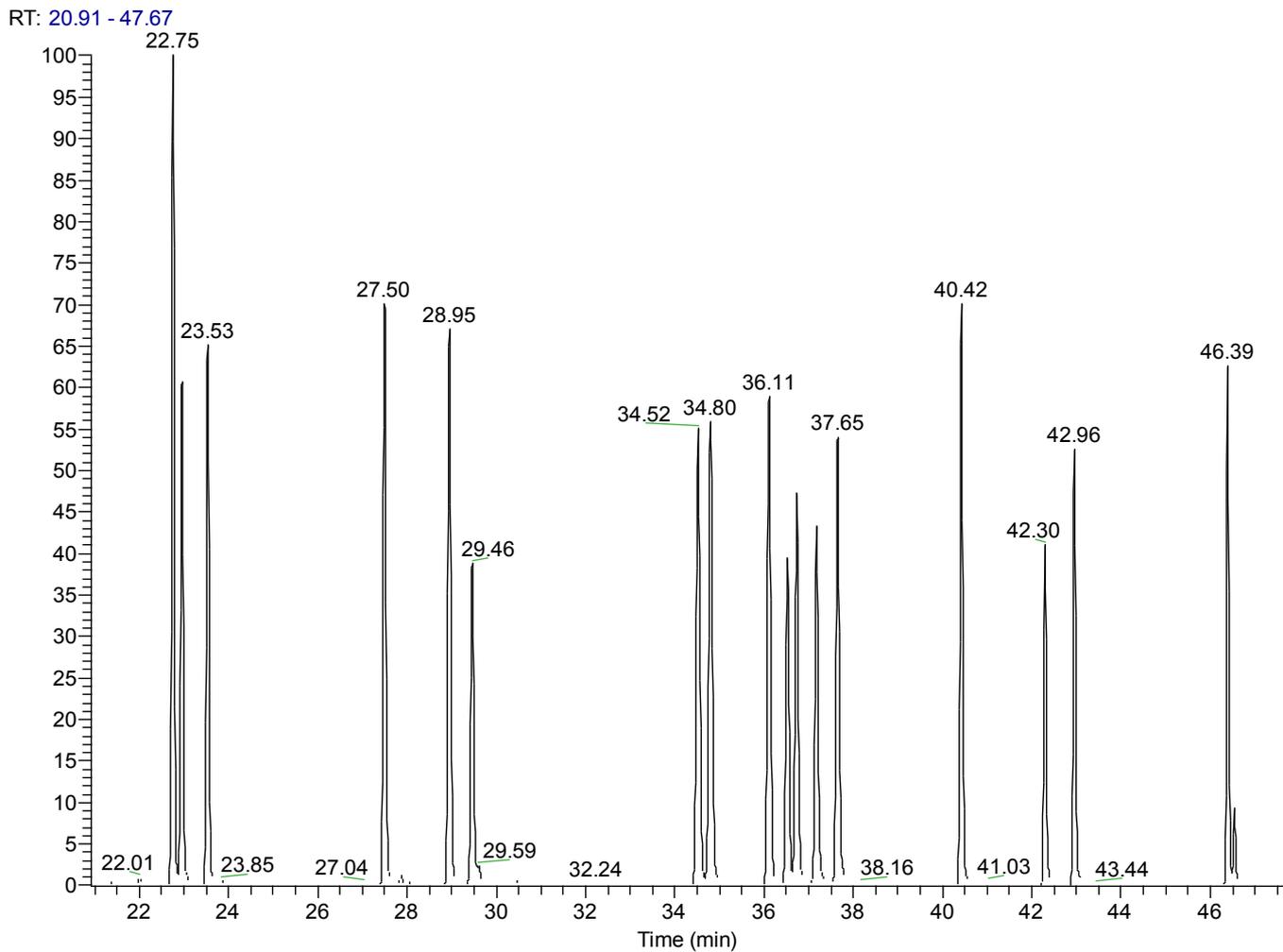
(Text with EEA relevance)

Method 1613

Tetra- through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope
Dilution HRGC/HRMS

October 1994

Хроматограмма тестового раствора



NL:
1.65E6
TIC MS
cs_test_unk
nown

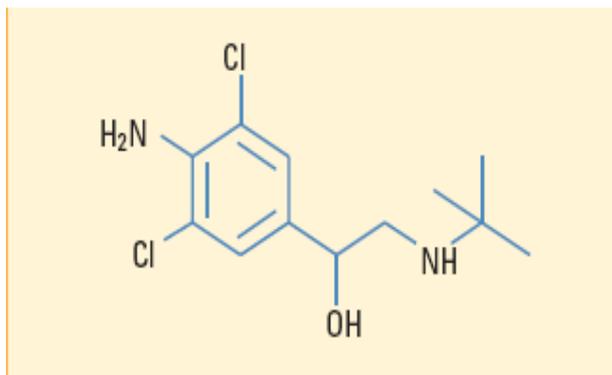
Multi-Pesticides: TSQ Quantum GC

pg on-column

<u>Pesticide</u>	<u>TSQ Quantum GC</u> <u>LOQ</u>
Bromopropylate	0.1
Chlorpyrifos	0.1
Cypermethrin-1	2
Cypermethrin-2	2
Cypermethrin-3	2
Cypermethrin-4	2
Deltamethrin+Tralomethrin	0.2
Diazinon	0.1
Endosulfan- α	0.1
Fenpropathrin	0.1
Fenvalerate-1	0.1
Fenvarelate-2	0.1
Fipronil	0.1
Mevinphos	0.1

Анаболики

- Due to Clenbuterol having these anabolic properties,
- it must be routinely monitored in biological samples
- by veterinary and human doping control laboratories.



Clenbuterol (C₁₂H₁₈Cl₂N₂O, molecular weight 276.08 amu) was infused, 0.1 ng/μL, into the ESI source and the four most abundant product ions for the MS/MS breakdown were determined using the automated compound optimization procedure on the TSQ Quantum .

Условия МС анализа

■ MS Conditions

- Mass spectrometer: TSQ Quantum
- Ionization mode: Electrospray (ESI), positive ion
- SRM: Clenbuterol 277.1 → 203.0 ± 0.3 Da, 22 eV
- Collision energy Resolution
- *Experiment 1*: 0.7 Da FWHM on Q1 and Q3
- *Experiment 2*: 0.1 Da FWHM on Q1, 0.7 Da FWHM on Q3
- Two separate quantitative analyses were performed at peak widths of 0.1 Da and 0.7 Da Full Width Half Maximum (FWHM) on Q1 in SRM mode. A peak width of 0.7 Da FWHM was used on Q3 for all analyses.

Clenbuterol

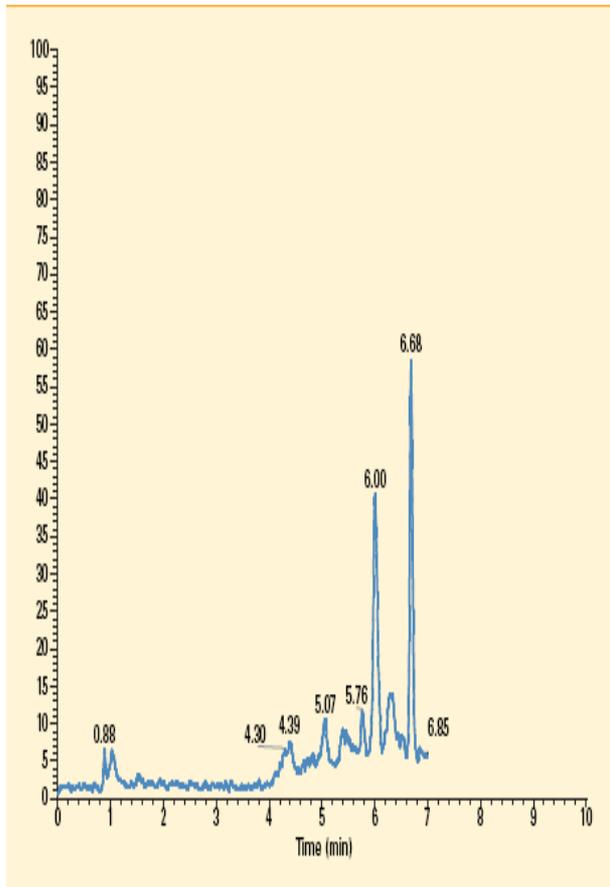


Figure 4: Urine blank, 0.7 Da FWHM

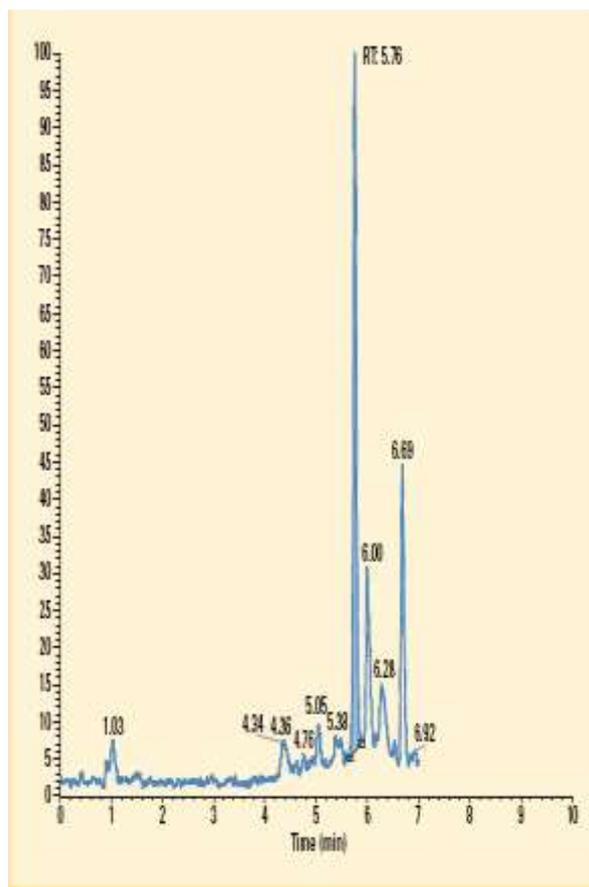


Figure 5: Clenbuterol, 0.1 pg/μL in urine, 0.7 Da FWHM

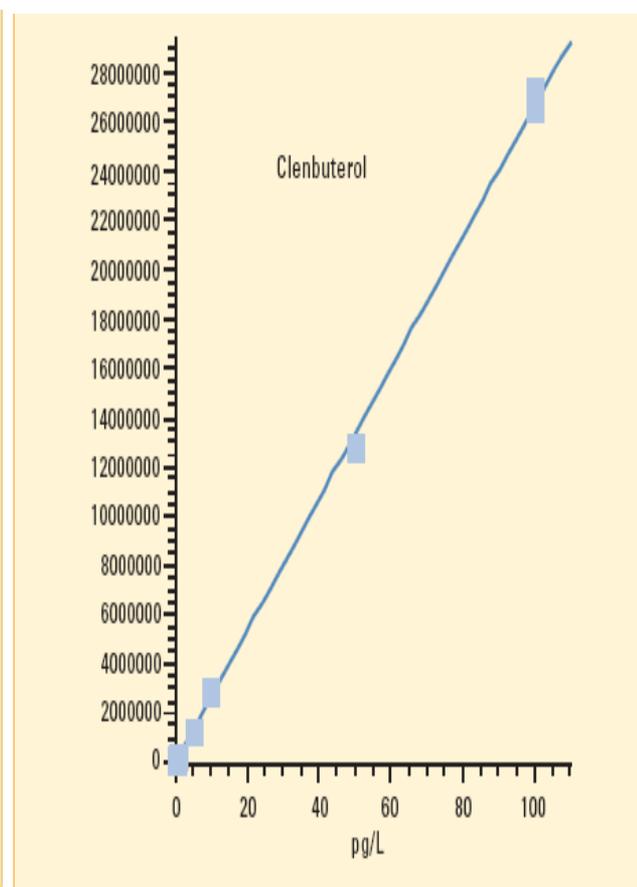


Figure 6: Clenbuterol curve at 0.7 Da FWHM

Clenbuterol



Figure 7: Urine blank, 0.1 Da FWHM

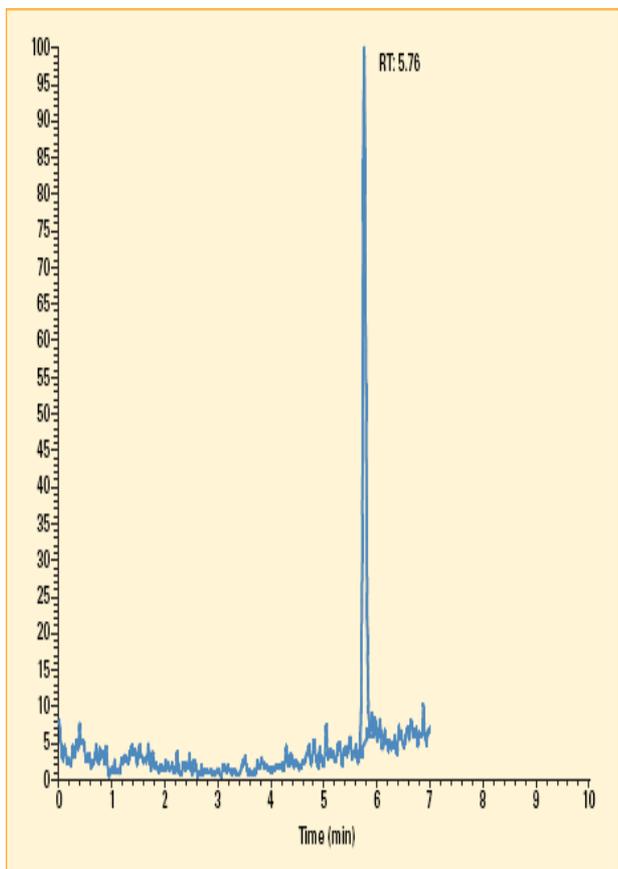


Figure 8: Clenbuterol, 0.1 pg/μL in urine, 0.1 Da FWHM

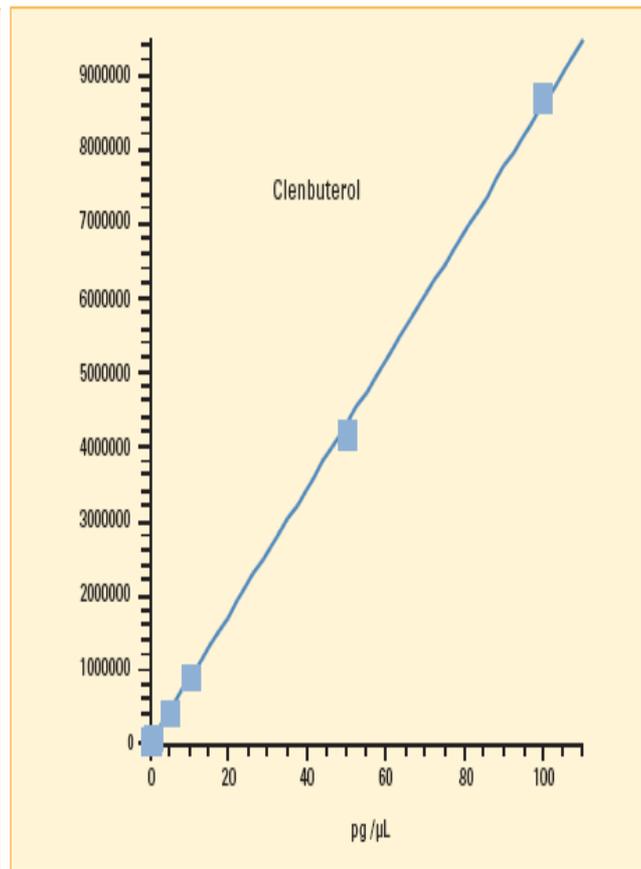


Figure 9: Clenbuterol curve at 0.1 Da FWHM

Clenbuterol

SAMPLE NAME	AREA	CALC AMT	UNITS	%RSD
Urine blank	0.00	0.00	pg/L	
Urine blank	0.00	0.00	pg/L	
Cal 0.1 pg/L	33516.83	0.09	pg/L	4.5%
Cal 0.1 pg/L	31977.14	0.09	pg/L	4.5%
Cal 0.5 pg/L	136967.28	0.48	pg/L	0.6%
Cal 0.5 pg/L	137996.57	0.49	pg/L	0.6%
Cal 1 pg/L	289917.16	1.05	pg/L	1.3%
Cal 1 pg/L	295117.95	1.07	pg/L	1.3%
Cal 5 pg/L	1353210.91	5.05	pg/L	0.8%
Cal 5 pg/L	1338935.79	4.99	pg/L	0.8%
Cal 10 pg/L	2856289.00	10.70	pg/L	0.5%
Cal 10 pg/L	2877525.09	10.78	pg/L	0.5%
Cal 50 pg/L	12837781.41	48.20	pg/L	0.2%
Cal 50 pg/L	12797548.82	48.05	pg/L	0.2%
Cal 100 pg/L	27232776.65	102.29	pg/L	1.7%
Cal 100 pg/L	26578332.48	99.83	pg/L	1.7%

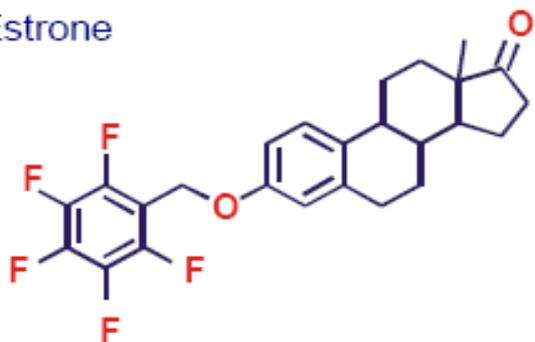
Table 1: Calculated standards at 0.7 Da FWHM

SAMPLE NAME	AREA	CALC AMT	UNITS	%RSD
Urine blank	0.00	0.00	pg/L	
Urine blank	0.00	0.00	pg/L	
Cal 0.1 pg/L	11245.02	0.10	pg/L	0.2%
Cal 0.1 pg/L	11272.54	0.10	pg/L	0.2%
Cal 0.5 pg/L	41960.02	0.46	pg/L	1.1%
Cal 0.5 pg/L	42592.84	0.46	pg/L	1.1%
Cal 1 pg/L	90353.60	1.02	pg/L	3.4%
Cal 1 pg/L	94633.92	1.07	pg/L	3.4%
Cal 5 pg/L	435920.49	5.04	pg/L	0.4%
Cal 5 pg/L	438538.32	5.07	pg/L	0.4%
Cal 10 pg/L	893656.24	10.36	pg/L	0.9%
Cal 10 pg/L	904758.00	10.49	pg/L	0.9%
Cal 50 pg/L	4120496.02	47.90	pg/L	1.3%
Cal 50 pg/L	4195902.58	48.78	pg/L	.3%
Cal 100 pg/L	8667429.70	100.81	pg/L	0.5%
Cal 100 pg/L	8727427.54	101.50	pg/L	0.5%

Table 2: Calculated standards at 0.1 Da FWHM

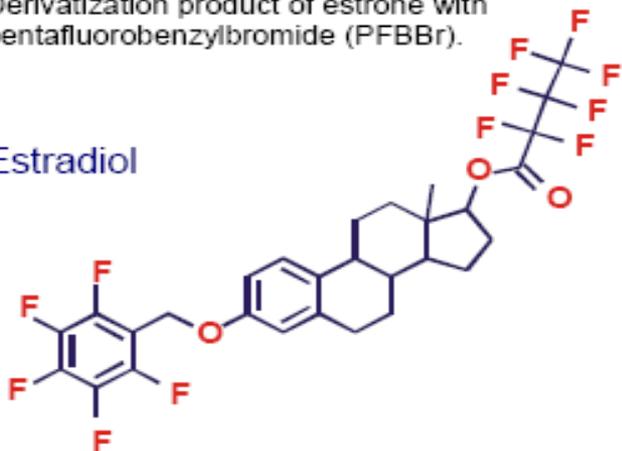
Дериватизация Estrona

Estrone



Derivatization product of estrone with pentafluorobenzylbromide (PFBBr).

Estradiol



Derivatization product of estradiol with pentafluorobenzylbromide (PFBBr) and heptafluorobutyric acid anhydride (HFBA).

Extractive Alkylation

The 1 mL extracted urine was added to 1 mL tetrabutylammonium hydrogen sulfate, 50 μ L of pentafluorobenzylbromide, and approximately 1 mL of 0.2M KOH to obtain a pH of between 8 and 10. The mixture was shaken for 20 minutes, then allowed to separate. The organic layer was collected, evaporated to dryness with nitrogen, and dissolved in 0.5 mL benzene.

Acylation of Estradiol

The benzene extract was added to 100 μ L of 5% triethylamine/benzene(v:v) solution, and 50 μ L heptafluorobutyric acid anhydride. Mixture was heated at 65°C for 15 minutes, and then the reaction was quenched with 1 mL of 5% ammonia solution. After the emulsion was allowed to settle out, the benzene layer was collected, evaporated to dryness with nitrogen, and redissolved in 1 mL toluene/dichloromethane (7:3) mix for analysis.

Определение гормонов

Negative CI MS - Juvenile urine spiked at 20 pg/ μ L

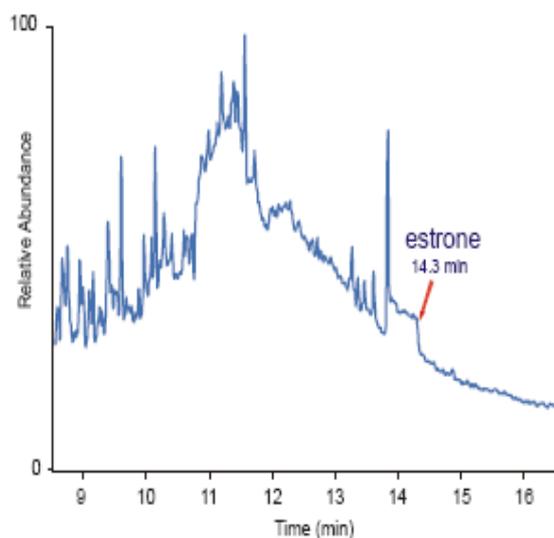


Figure 1. TIC of derivatized estrone in Full Scan Negative CI

Negative CI MS/MS - Juvenile urine spiked at 20 pg/ μ L

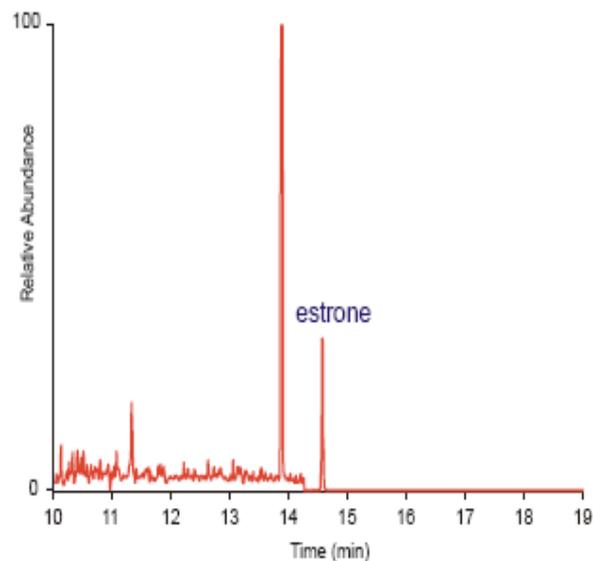


Figure 3. TIC of derivatized estrone in Full Scan Negative CI-MS/MS

Анализ гормонов NCI MS/MS

Estrogen Compounds in Urine

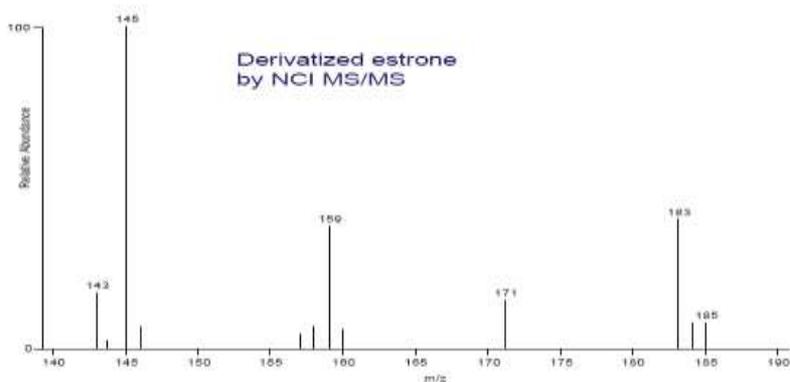


Figure 5. Mass spectrum, typical sensitivity, and linearity for derivatized estrone using Negative CI MS/MS.

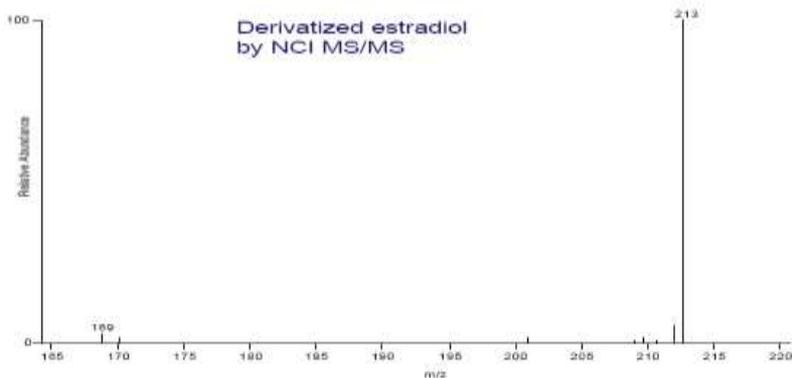
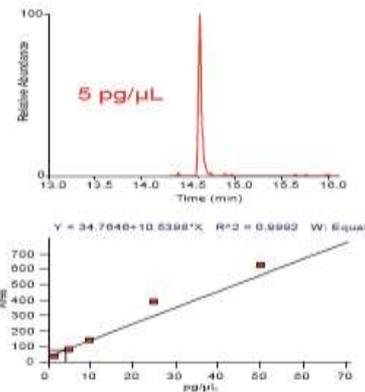
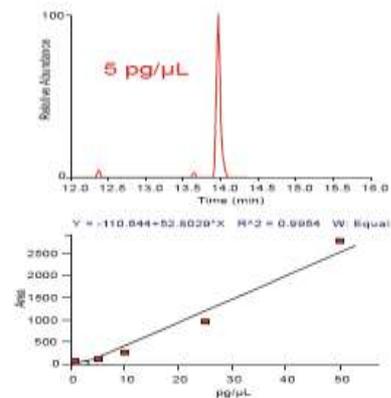


Figure 6. Mass spectrum, typical sensitivity, and linearity for derivatized estradiol using Negative CI MS/MS.



МС условия анализа Меламина

MS Conditions – Melamine

MS: Thermo Scientific TSQ Quantum Ultra

Source: Heated Electrospray (H-ESI)

Ionization: Positive ESI

Sheath Gas: 65 units

Auxiliary Gas: 35 units at 250°C

Ion Transfer Tube Temp: 350°C

Scan Time: 200 ms/transition

Q1/Q3 Resolution: 0.7 FWHM

SRM Transitions:

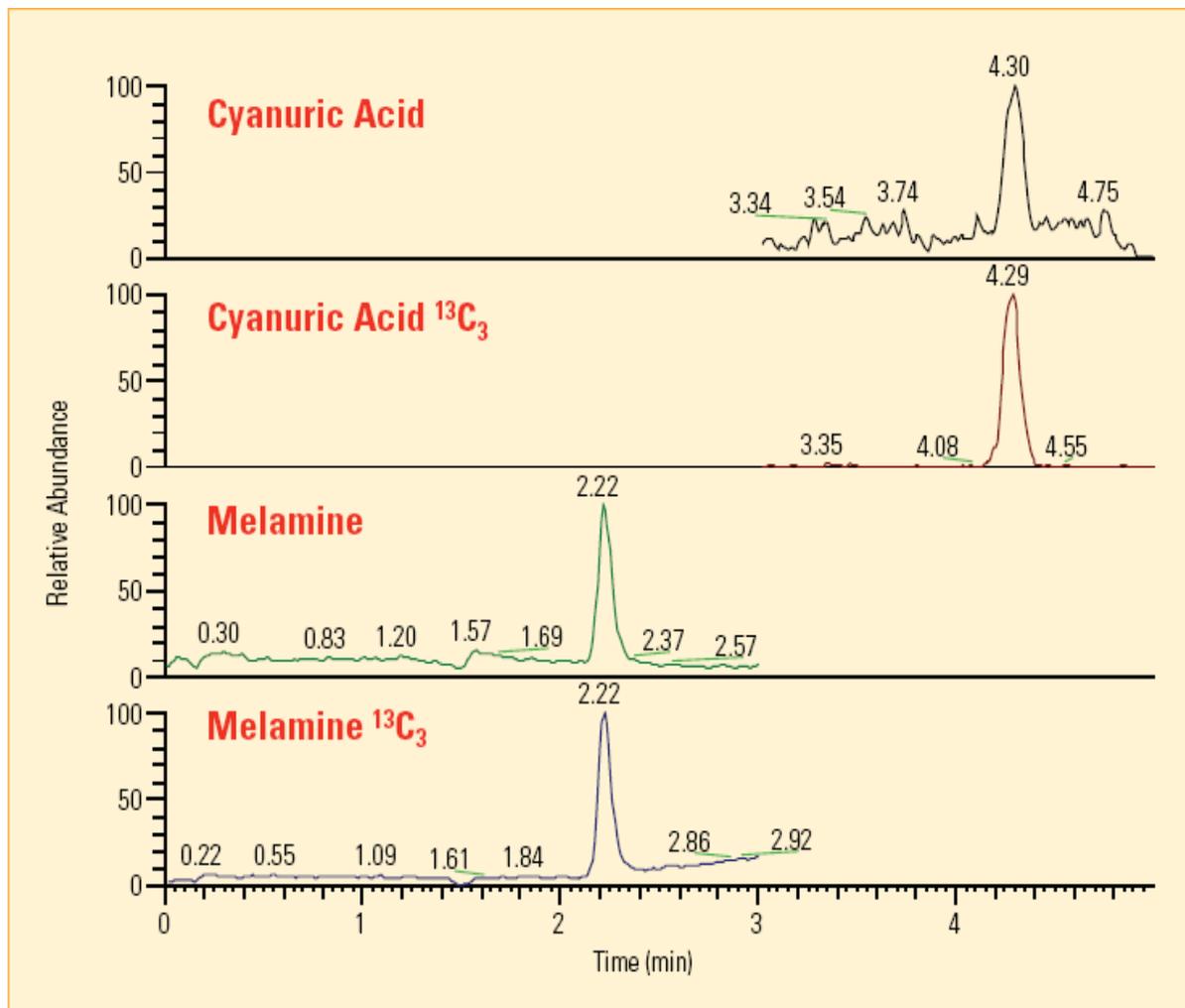
<i>Melamine:</i>	<i>Melamine ¹³C₃</i> <i>(Internal Standard):</i>
<i>m/z 127→68 @ 32 eV</i>	<i>m/z 130→70 @ 32 eV</i>
<i>m/z 127→85 @ 18 eV</i>	<i>m/z 130→87 @ 18 eV</i>

QED-MS/MS Conditions:

Collision Energy: 30 eV

Reverse Energy Ramp (RER): 50 eV

МС анализ Меламина



Калибровка Меламина

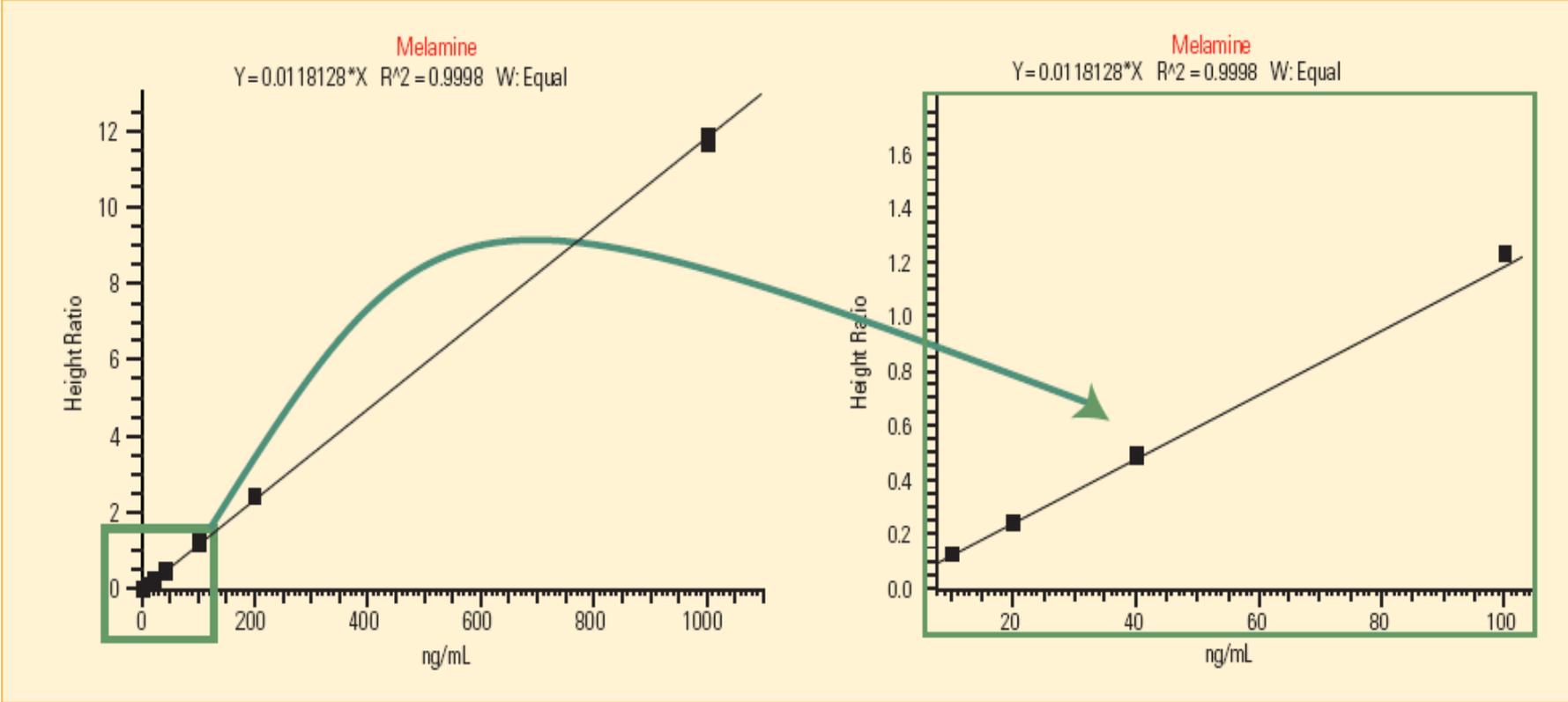
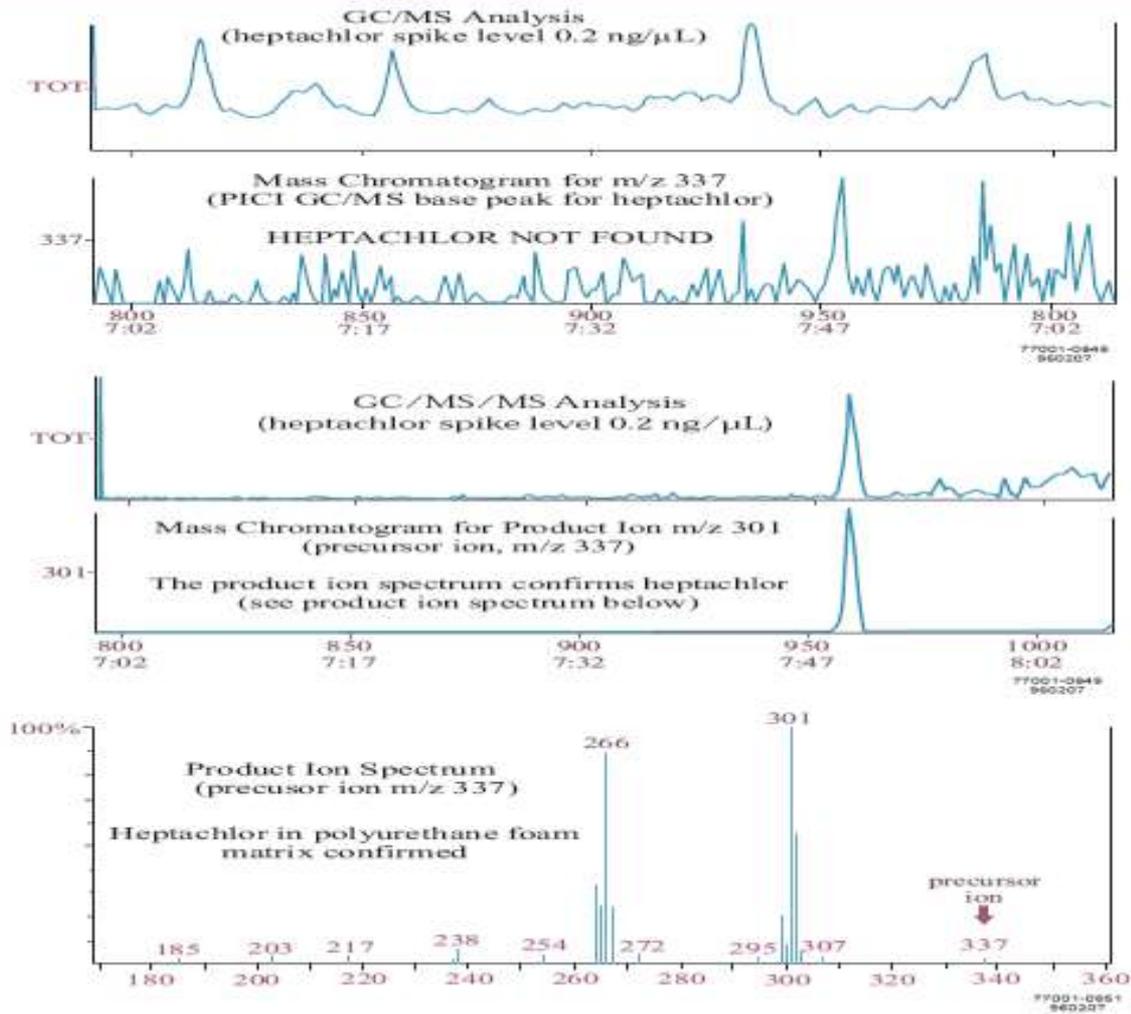


Figure 2. Calibration curve for melamine from 1-1000 ng/mL. The left figure shows the entire calibration range, while the right figure shows the expanded range from 10-100 ng/mL.

Определение хлорированных пестицидов ERA-8151

Compound	Spike (pg/ μ L)	Fit Std.	Grass (pg/ μ L : %RSD : Fit) N = 12			Pond Water (pg/ μ L : %RSD : Fit) N = 12			Soil (pg/ μ L : %RSD : Fit) N = 12		
Dicamba	35	987	31	3.2%	911	31	2.2%	922	32	4.3%	916
MCPP	6000	937	5034	4.6%	880	5367	3.5%	887	5292	5.1%	877
MCPA	6000	973	4809	2.6%	917	5131	3.5%	920	5024	5.4%	917
Dichlorprop	70	995	66	3.1%	902	64	3.5%	925	65	4.5%	914
2,4-D	70	987	69	2.5%	897	65	3.2%	896	66	4.4%	896
2,4,5-TP	17	992	17	3.5%	750	17	4.0%	853	17	6.0%	777
2,4,5-T	17	995	18	4.6%	690	18	4.9%	777	18	6.8%	695
2,4-DB	70	1000	68	3.7%	892	69	3.9%	918	69	5.1%	911
Dinoseb	17	979	28	8.0%	820	24	8.3%	921	27	13.7%	899

Анализ Пестицидов



Анализ MS рыбы.

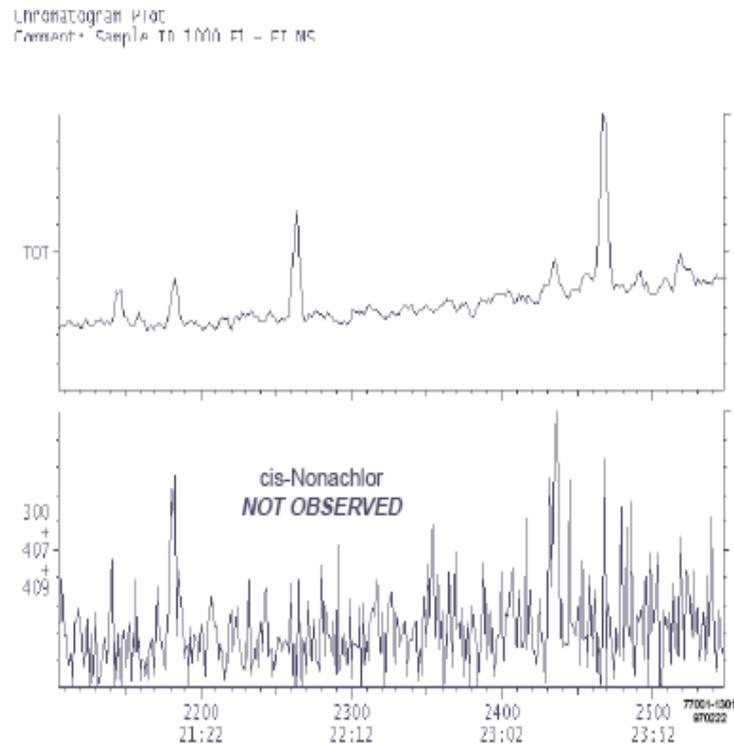
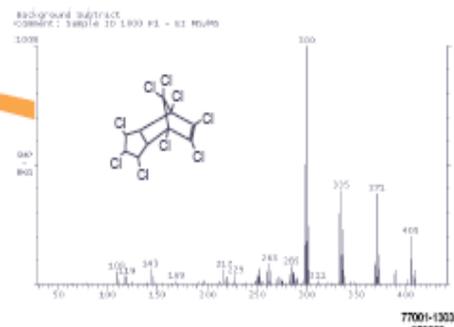
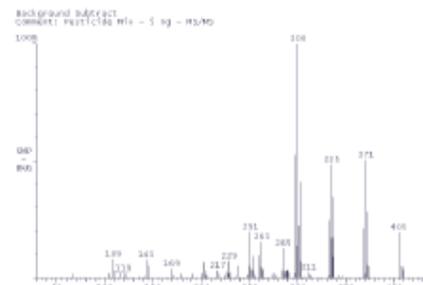
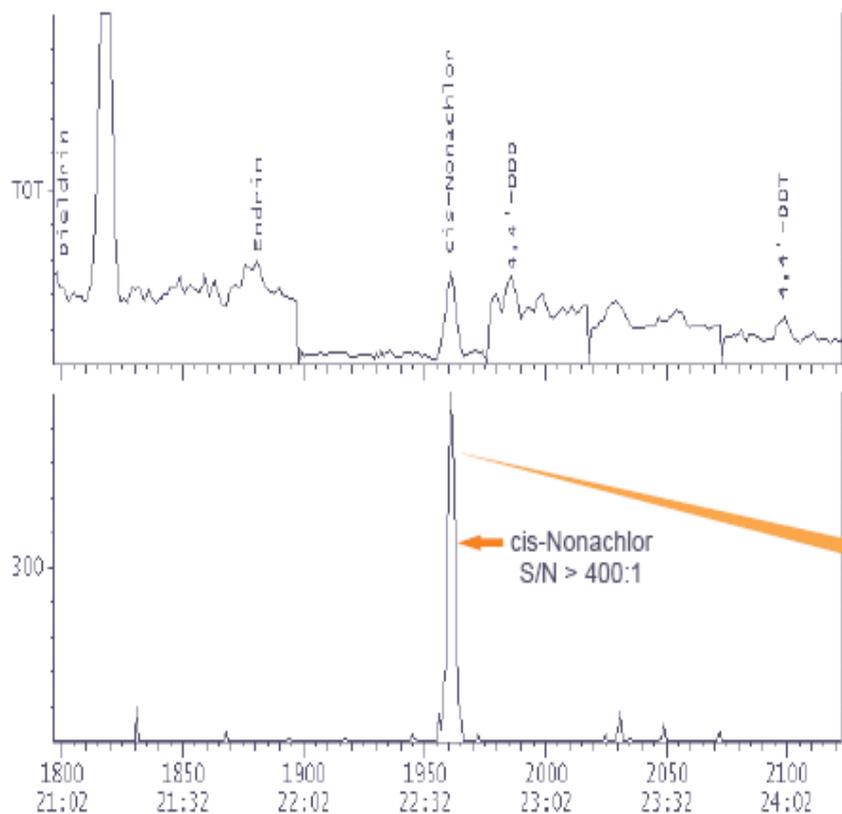


Figure 10. Single Stage MS Analysis of Fish Extract 1000 F1

Анализ MS/MS рыбы.

Chromatogram Plot
Comment: Sample ID 1000 F1 - EI MS/MS



← cis-Nonachlor
S/N > 400:1

По всем вопросам обращаться в ООО «Химмед»
Адрес: 115230, г.Москва, Каширское шоссе, д.9, корп.3

Тел.: (495) 728-4192, 742-8265/66, (499) 613-2964,

Факс: (495) 742-8341

E-mail : mail@chimmed.ru

www.chimmed.ru

Спасибо за внимание!