

Применение программы фиксации времен удерживания при хромато-масс-спектрометрическом определении анализируемых веществ

С. А. Савчук, А. Н. Веденин

InterLab Inc, 127055 Москва, Тихвинский пер д 11, стр 2

Для обнаружения и количественного определения в моче наркотических средств (опиатов, фенилалкиламинов, кокаина и др), их производных и метаболитов, средств внутривенного наркоза (кетамин, промедол, трамадол, фентанил), их аналогов и сопутствующих веществ нами разработан хроматографический метод с использованием масс-селективного детектирования. Диапазон определяемых концентраций для метода хромато-масс-спектрометрии в режиме полного сканирования (SCAN) — 0,1–10000 нг/мл, в режиме селективного мониторинга выбранных ионов — 0,005–1000 нг/мл.

Для идентификации определяемых компонентов использована программа фиксации времен удерживания (Retention Time Locking, RTL), разработанная фирмой Agilent Technologies (США) для газовых хроматографов с электронным контролем потоков. Программа RTL позволяет производить настройку хроматографической системы таким образом, что времена удерживания определяемых соединений остаются постоянными не только при замене колонки, но и при переносе аналитического метода с одного прибора на другой, что создает дополнительные возможности для унификации аналитических методик, обмена данными между экспертными лабораториями и создания унифицированного банка данных аналитических методик.

RTL-библиотека масс-спектров и фиксированных времен удерживания. Впервые в практике современного хроматографического анализа фирмой InterLab Inc (США) разработана целевая RTL-библиотека масс-спектров исследуемой группы соединений. Основным отличием этой библиотеки от существующих является то, что при библиотечном поиске для идентификации используют совпадение двух аналитических параметров библиотечного и исследуемого соединения: фиксированного времени хроматографического удерживания и масс-спектра, что существенно повышает надежность идентификации определяемых веществ в сложных биологических матрицах. Библиотека содержит более 300 масс-спектров и фиксированных времен удерживания наркотических, сильнодействующих и психотропных веществ, а также их метаболитов. Разработанная нами RTL библиотека наркотических средств прошла апробацию в 7 лабораториях химико-токсикологического, криминалистического и судебно-химического профиля. Эта библиотека может использоваться для работы со всеми стандартными программами автоматической идентификации (AMDIS, NIST Search, и др). При автоматической идентификации также сравниваются два аналитических параметра: масс-спектр и фиксированное время удерживания определяемого и библиотечного вещества.

Хроматографический анализ равновесной паровой фазы без термостатирования с использованием RTL-библиотеки. Фирмой InterLab Inc (США) разработана методика хроматографического анализа с пламенно-

ионизационным и масс-спектрометрическим детектированием для обнаружения и количественного определения алкоголя, летучих ядов и компонентов технических жидкостей в крови, моче, слюне, включающая RTL-библиотеку масс-спектров и фиксированных времен удерживания, содержащую более 200 масс-спектров и фиксированных времен удерживания летучих ядов, технических жидкостей и компонентов алкоголя.

Для обнаружения летучих компонентов технических жидкостей применили новую разновидность парофазного анализа — анализ равновесной паровой фазы без термостатирования, который не требует применения дорогостоящего статического парофазного пробоотборника. Функции отбора пробы выполняет газоплотный шприц, установленный в стандартный автоинжектор. Относительная средняя квадратичная погрешность в методе анализа равновесной паровой фазы без термостатирования составляет 0,4% (при параллельном анализе из одного пробника). Предел определения при использовании пламенно-ионизационного детектора для этанола и метанола — 0,002% (об), для 1,2-дихлорэтана, ацетона, ацетонитрила, пиридина и хлорорганических соединений — 1-3 мкг/мл, для ароматических углеводородов (бензола, толуола, ксилолов, стирола) — 0,5 мкг/мл, при использовании масс-спектрометрического детектора предел определения (по 1,2-дихлорэтану) — 0,2 нг/мл.

Апробация метода проведена в шести лабораториях химико-токсикологического анализа и судебно-медицинской экспертизы, а также в Арбитражной лаборатории Института пивобезалкогольной и винодельческой промышленности. По предлагаемой методике можно проводить анализ любых субстанций органической и неорганической природы на содержание летучих компонентов. Так, метод анализа равновесной паровой фазы был применен для криминалистического исследования лаков, красок и суррогатов алкоголя, для технологического испытания устойчивости к воздействию факторов окружающей среды компонентов электронной техники, при судебно-химических исследованиях биологического материала, а также для определения diketоновых и серосодержащих соединений пива и выявления фальсификатов вин по составу летучих компонентов.

Аппаратура

Газовый хроматограф Agilent 6890 (или 6850) с автоинжектором, масс-селективный детектор Agilent 5973N или пламенно-ионизационный детектор, газоплотный шприц на 100 мкл (р/п 5183-2042), программа фиксации времен удерживания, RTL-библиотеки летучих веществ и ядов, технических жидкостей и компонентов алкоголя (InterLab Inc).