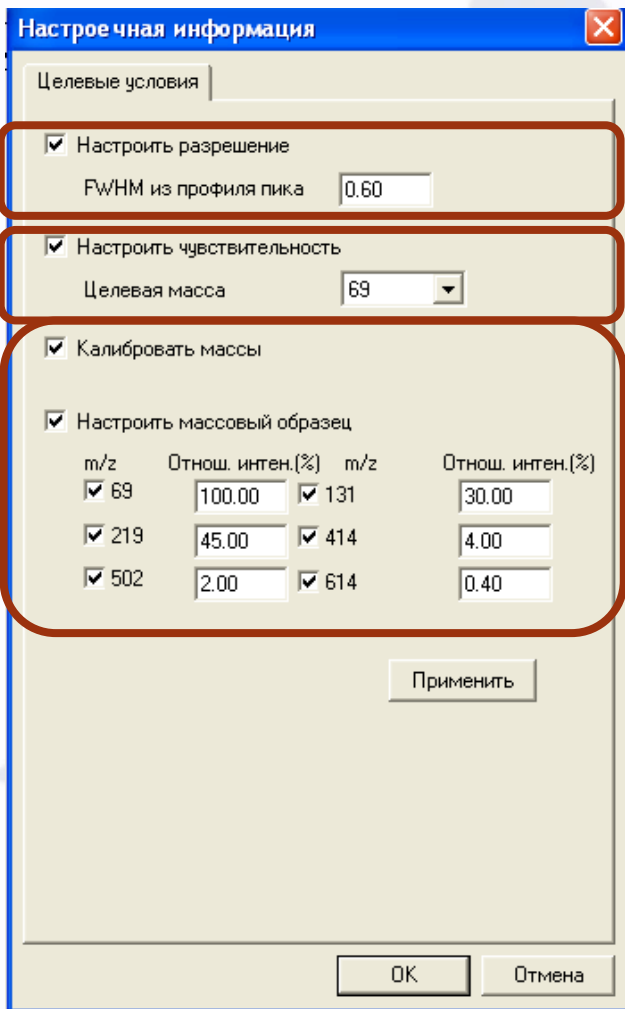


**ВОЗМОЖНОСТИ И КРИТЕРИИ ПРИГОДНОСТИ ГХ-МС К  
РАБОТЕ В РЕЖИМЕ АВТОМАТИЧЕСКОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ**

К.х.н., с.н.с. ИЛ УНПК «Аналит»  
ФГБОУ ВО КубГУ  
Темердашев А.З.

# ОШИБКИ ПРИ НАСТРОЙКЕ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА, КАК ИСТОЧНИК ЛОЖНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ



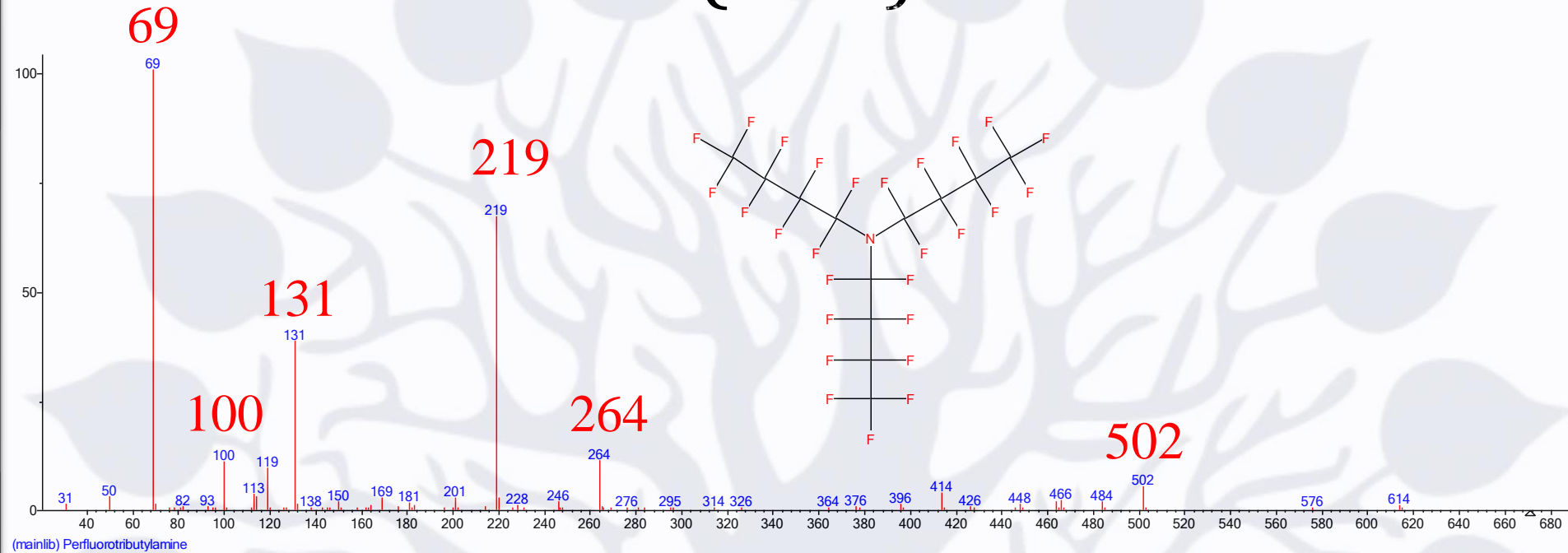
**Настройка разрешения** – параметр, указывающий на то, какая ширина пика на полувысоте (FWHM) будет достигнута. Значение 0.6 означает, что масс-спектрометр будет определять массу с точностью  $\pm 0.3$  Да.

**Настройка чувствительности** – относительно какой массы будет настраиваться напряжение на детекторе. 69 масса – доминантная.

**Калибровка масс** – проверка стабильности шкалы масс, подстройка шкалы масс в случае какого-либо сдвига.

**Настройка массового образца** – настройка вида масс-спектра, опция, позволяющая провести направленную дискриминацию масс, в том случае, если Вас интересует какой-либо диапазон больше, чем остальные. Чем сильнее параметры отклоняются от значений спектра РРТВА в библиотеке, тем хуже будет воспроизводиться масс-спектр из библиотеки и полученный экспериментально.

# БИБЛИОТЕЧНЫЙ СПЕКТР РФТВА (FC-43)



## 10 largest peaks:

69 - 99.9% | 219 - 66.4% | 131 - 38.3% | 264 - 11.1% | 100 - 11.0% |  
 119 - 9.5% | 502 - 5.1% | 414 - 3.7% | 113 - 3.6% | 114 - 3.1% |

# МЕТОДИКА ПОВЕРКИ SHIMADZU QR-2010, 2009 ГОД

## 3.2.4. Определение разрешения МСД

Определение разрешения выполняют, проводя процедуру автоматической настройки МСД по перфтортретбутиламину (PFTBA).

Измеряют ширину пиков (в усл.ед. или мм) с  $M/z$  69 и 502 на уровне, соответствующем 50 % высоты (пики с  $M/z$  70 и 503 должны быть зарегистрированы; перекрытие пиков допускается на уровне, не превышающем 10 % от высоты пиков с  $M/z$  69 и 502).

Определяют соотношение между массами:

пик  $m/z$  69 должен быть 100 %;

пик  $m/z$  219 должен быть в интервале  $(50 \pm 15)$  % по отношению к  $m/z$  69;

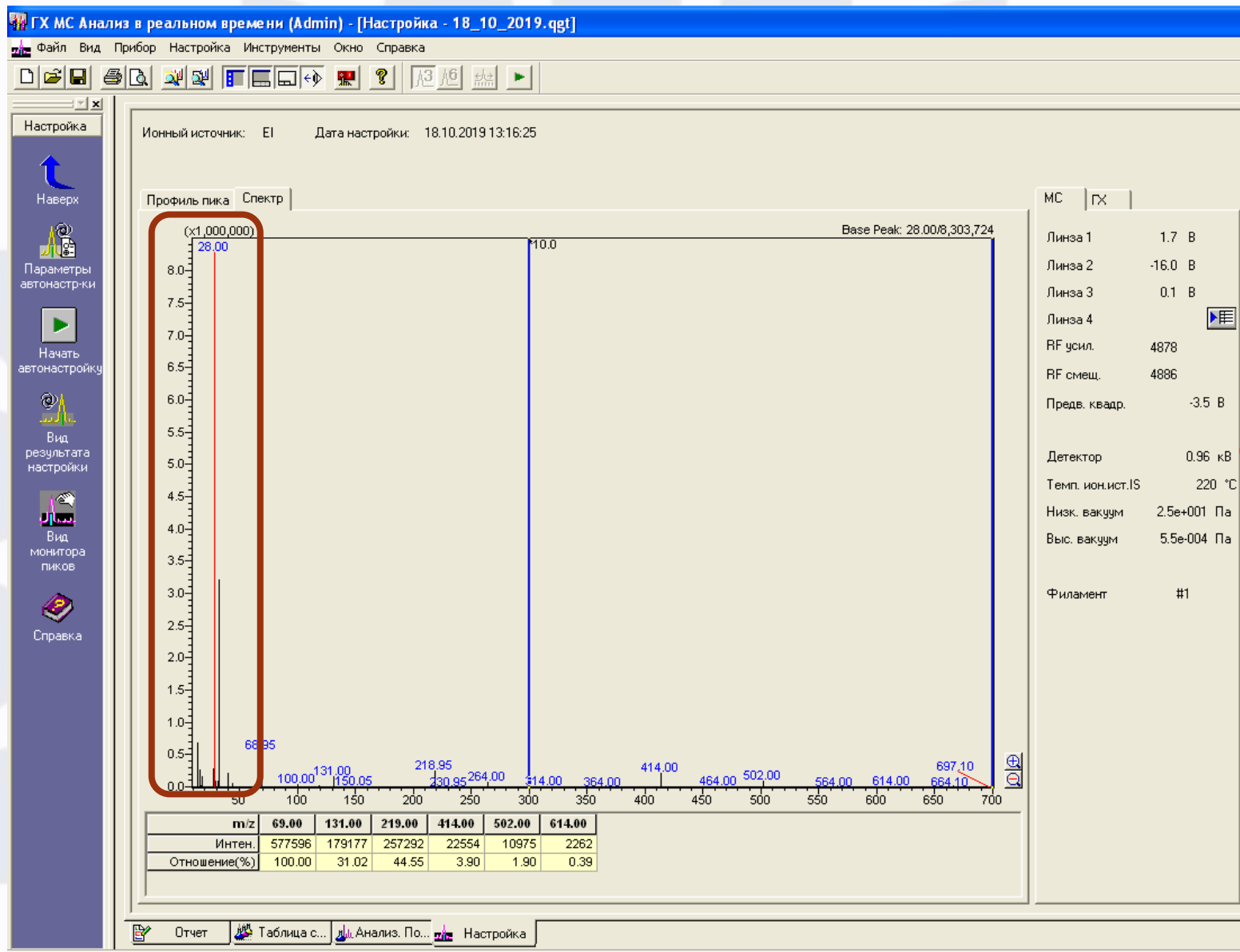
пик  $m/z$  502 должен быть  $> 2$  % по отношению к  $m/z$  69.

Результаты определения признают положительными, если полученные значения ширины пиков не превышают указанных в Приложении В.

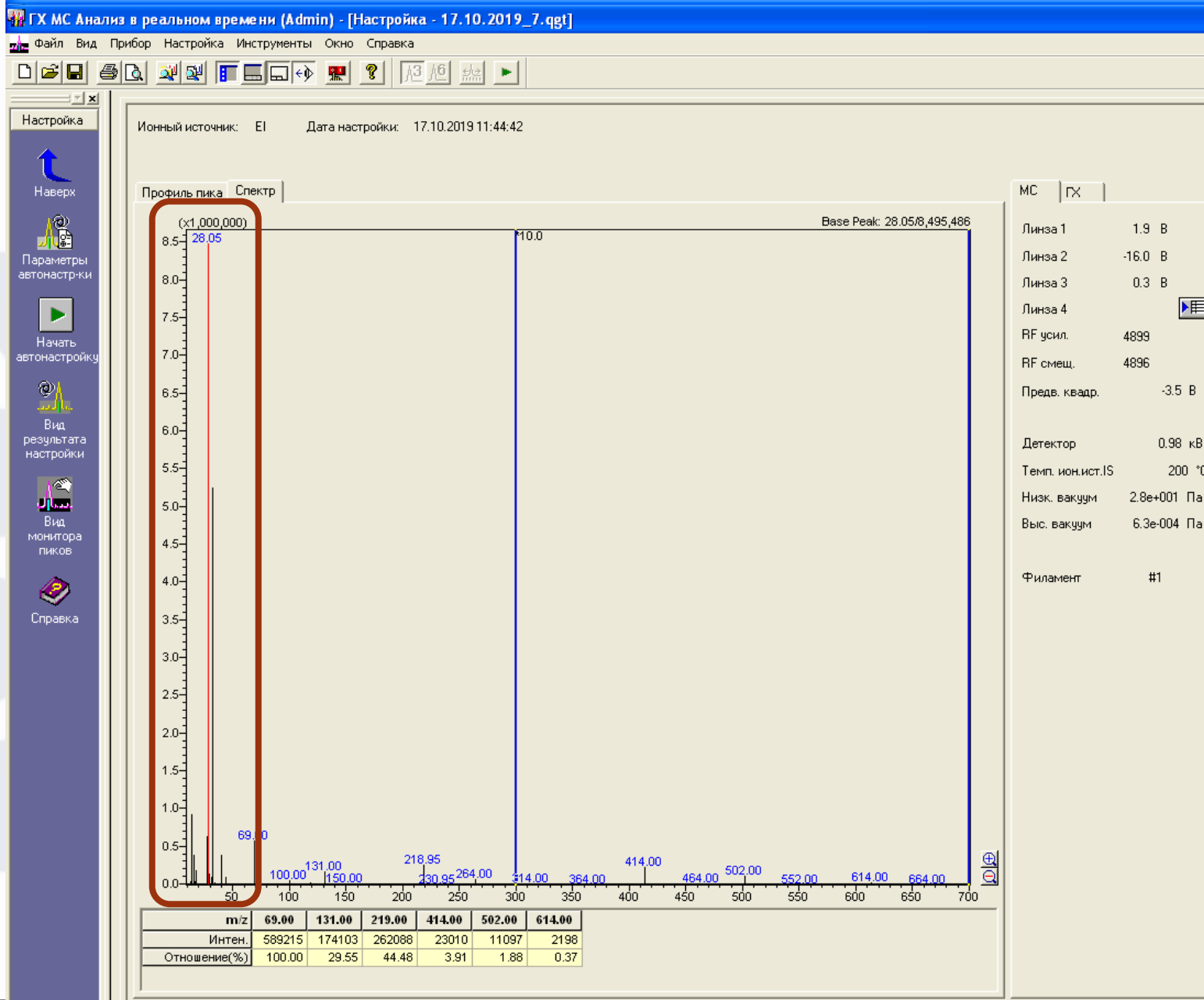




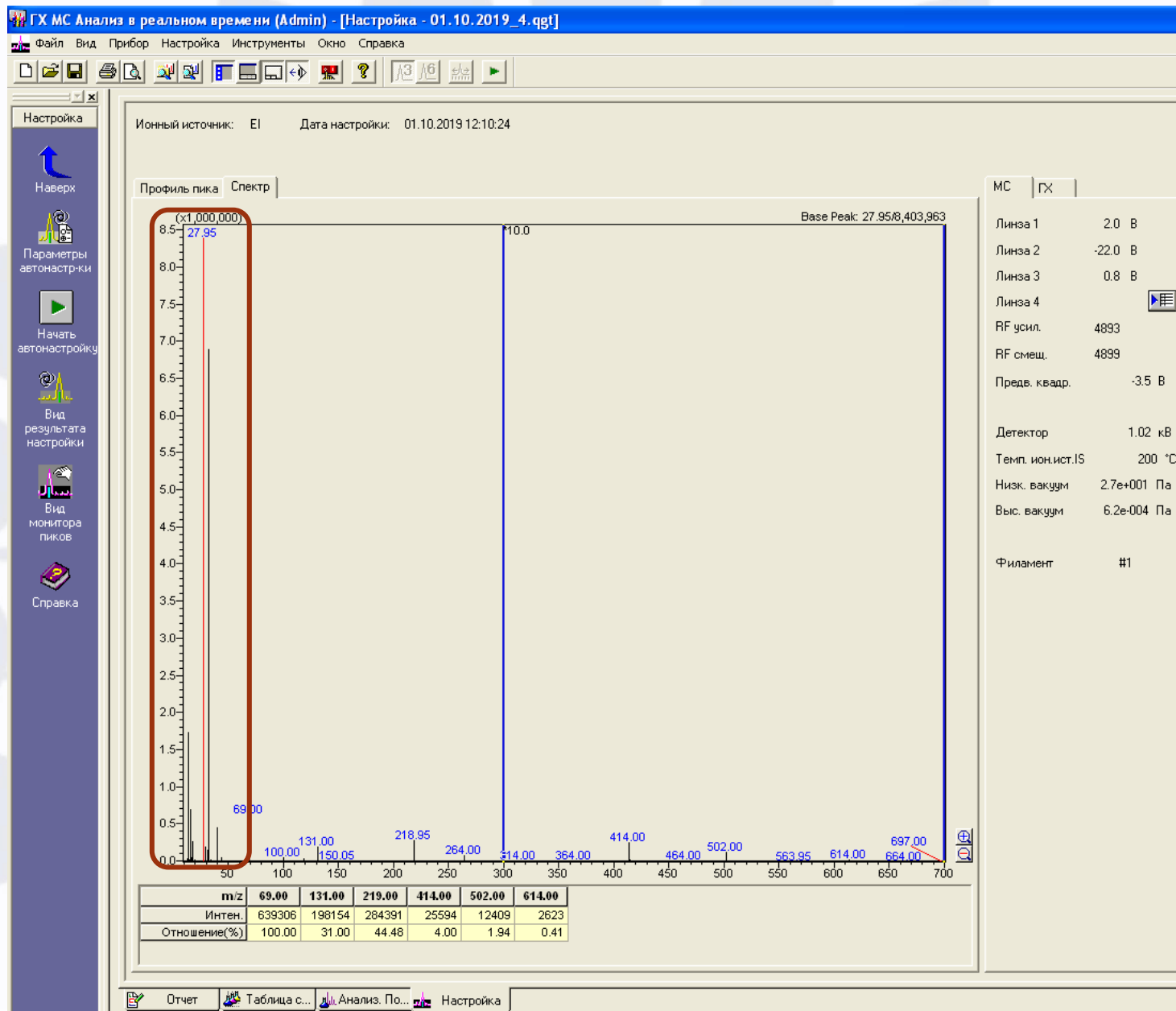
# ПРОБЛЕМЫ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ НАСТРОЙКИ МСД. СЛУЧАЙ 1 – ЗАКАНЧИВАЕТСЯ КАЛИБРАНТ



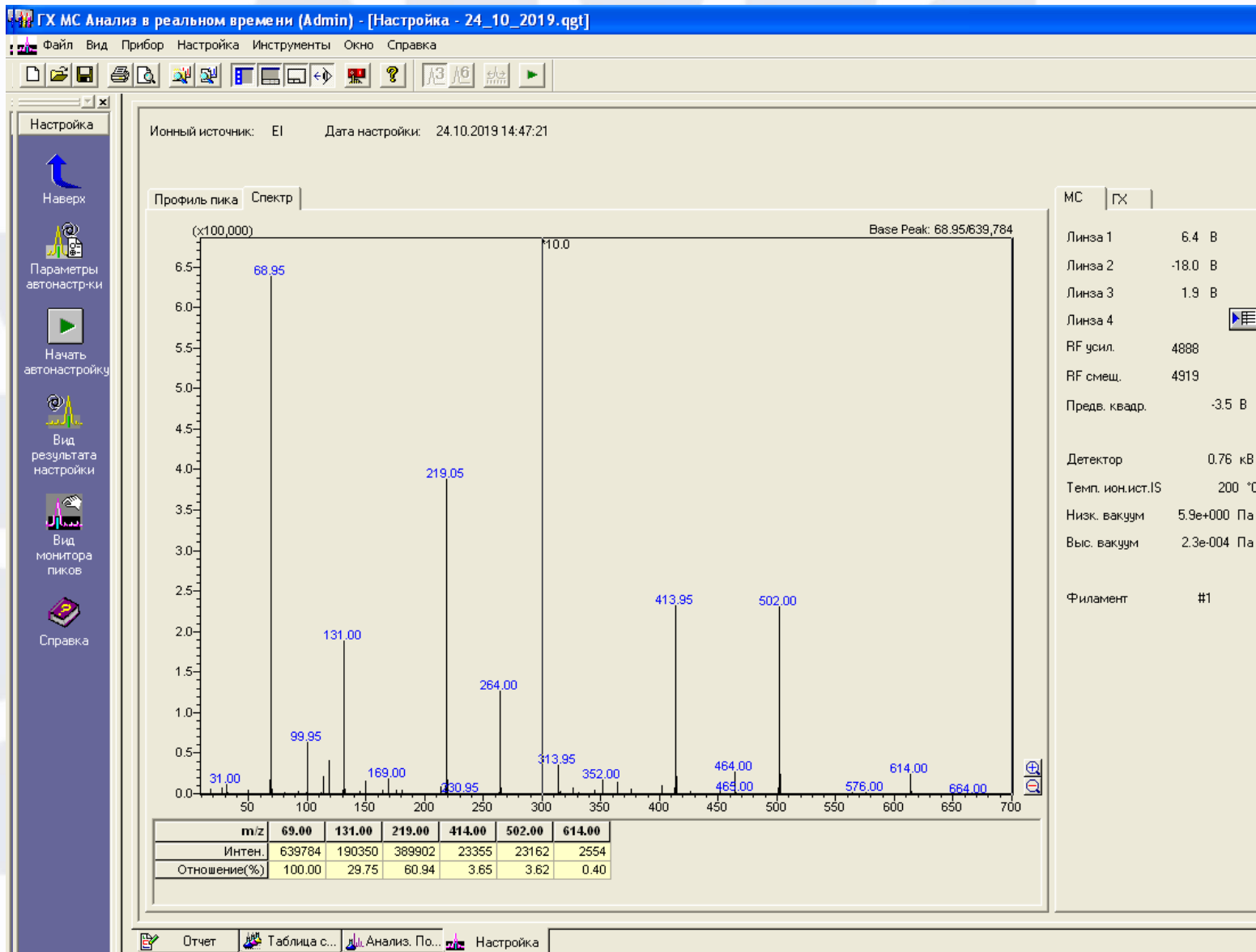
# ПРОБЛЕМЫ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ НАСТРОЙКИ МСД. СЛУЧАЙ 2 – ГРЯЗНЫЙ ГАЗ-НОСИТЕЛЬ (ГЕЛИЙ)



# ПРОБЛЕМЫ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ НАСТРОЙКИ МСД. СЛУЧАЙ 3 – ГРЯЗНЫЙ ИСТОЧНИК ИОНИЗАЦИИ + ЗАКАНЧИВАЕТСЯ КАЛИБРАНТ



# ПРОБЛЕМЫ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ НАСТРОЙКИ МСД. СЛУЧАЙ 4 – НОРМАЛЬНАЯ НАСТРОЙКА





# ПОРЯДОК РАБОТЫ В НАЧАЛЕ СЕРИИ

Холостой ввод пробы

Раствор стандарта для  
проверки чувствительности  
и стабильности параметров  
удерживания

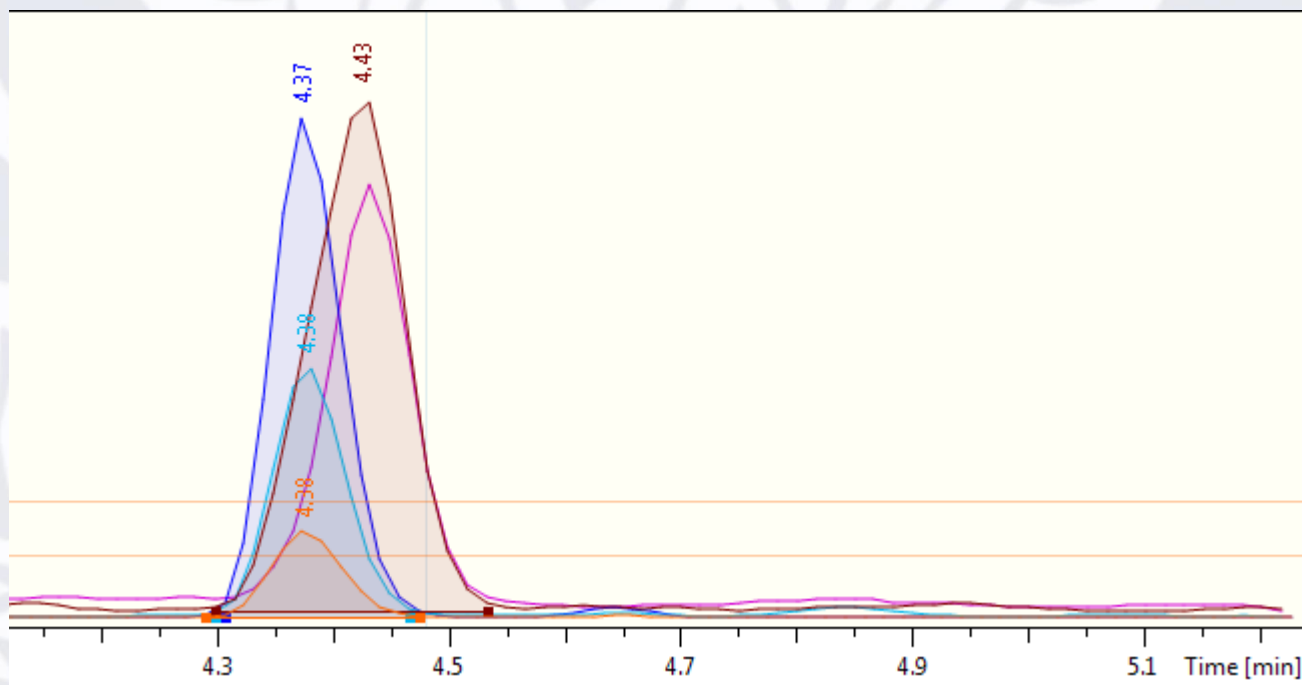
Пробы

## КРИТЕРИИ ВАДА К СООТНОШЕНИЯМ ИНТЕНСИВНОСТЕЙ (ДОПУСТИМЫЕ ОТЛИЧИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ ОТ БИБЛИОТЕЧНЫХ)

Relative Abundance in the reference specimen <sup>5</sup> (% of base peak)	Maximum Tolerance Windows for the Relative Abundance in the <i>Sample</i>	Examples	
		Relative Abundance (% of base peak)	Tolerance Window (% of base peak)
50 - 100	±10 (absolute)	60 95	50-70 85-105
25 - 50	± 20% (relative)	40	32-48
1 - 25	±5 (absolute) <sup>6</sup>	10 3	5-15 >0 <sup>6</sup> - 8

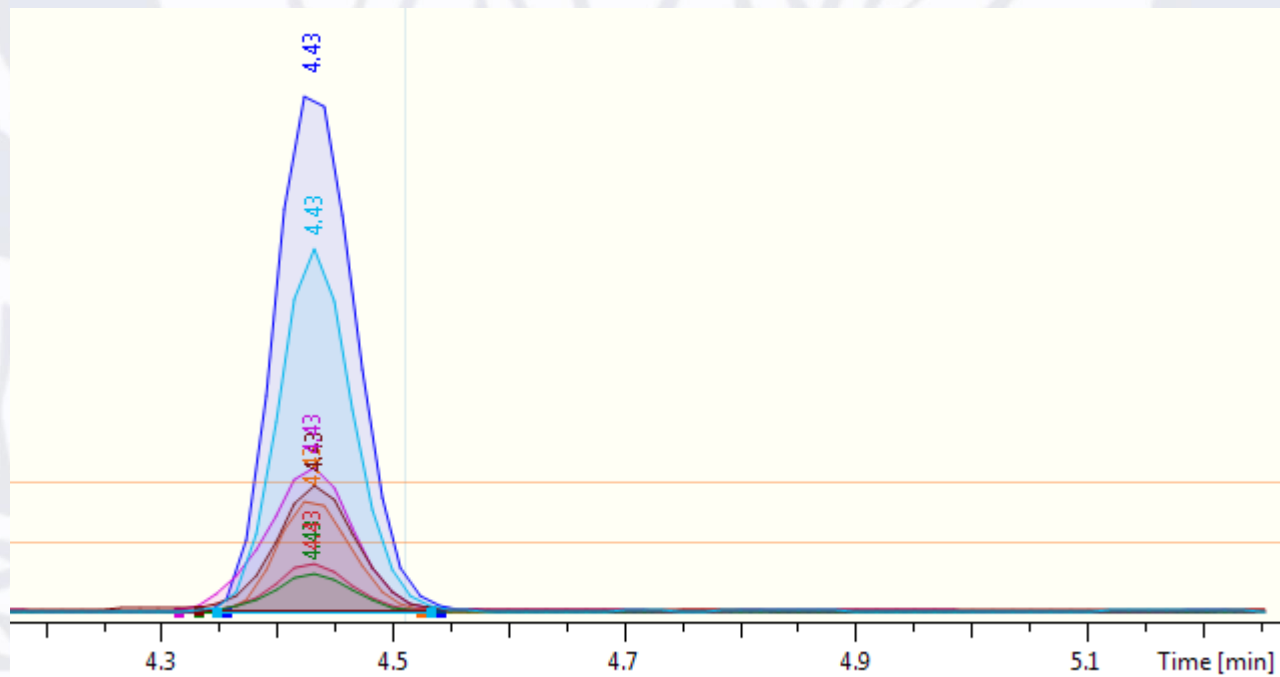
ВРЕМЯ УДЕРЖИВАНИЯ АНАЛИТА НЕ ДОЛЖНО ОТЛИЧАТЬСЯ ОТ ВРЕМЕНИ УДЕРЖИВАНИЯ СТАНДАРТА БОЛЕЕ, ЧЕМ НА 0.1 МИН. ИНДЕКСЫ УДЕРЖИВАНИЯ ДОЛЖНЫ ВОСПРОИЗВОДИТЬСЯ С ТОЧНОСТЬЮ ДО 2-3 ЕД.

# ЛОЖНОПОЛОЖИТЕЛЬНАЯ АВТОМАТИЧЕСКАЯ ИДЕНТИФИКАЦИЯ, КАК ПРОБЛЕМА ГОТОВЫХ РЕШЕНИЙ, РЕАЛИЗОВАННЫХ ПО ПРИНЦИПУ «ЧЕРНОГО ЯЩИКА» («BLACK BOX») НА ПРИМЕРЕ БЕНЗОИЛЭКГОНИНА



**ВСЕ ВЕРОЯТНО ПОЛОЖИТЕЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ДОЛЖНЫ БЫТЬ ПРОВЕРЕНЫ В РУЧНОМ РЕЖИМЕ!**

ПРИМЕР ПОЛОЖИТЕЛЬНОГО РЕЗУЛЬТАТА ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ  
АВТОМАТИЧЕСКОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ГОТОВЫХ  
РЕШЕНИЙ, РЕАЛИЗОВАННЫХ ПО ПРИНЦИПУ «ЧЕРНОГО ЯЩИКА» (“BLACK BOX”)  
НА ПРИМЕРЕ КОКАИНА





**БЛАГОДАРЮ ЗА ВНИМАНИЕ! 😊**