



ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ С МАСС СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.

Сарвар Абдиманнонович Изатуллаев

Самаркандский государственный медицинский университет,

Самарканд, Узбекистан

**e- mail : sarvarbek020295@gmail.com*

«Масс-спектрометрия — это искусство измерения атомов и молекул с целью определения их молекулярного веса. Такая информация о массе или весе иногда достаточна, часто необходима, но всегда полезна для идентификации вещества. На практике такое искусство заключается в размещении заряда на молекуле анализируемого вещества и дальнейшем наблюдении за траекториями движения получаемых при этом ионов в вакууме под воздействием различных комбинаций электрических и магнитных полей.

Суть данного метода заключается в превращении нейтральной анализируемой молекулы к ионам. Для небольших и простых анализов такая ионизация может быть осуществлена в газовой фазе при взаимодействии их с электронами, фотонами или другими ионами. Метод масс-спектрометрии в сочетании с хроматографическими методами позволяет идентифицировать неизвестные вещества и проводить их количественное определение в широком диапазоне концентраций.

Масс-спектрометр — это прибор, осуществляющий измерение отношения массы фрагмента молекулы к его заряду. Попадая в масс-спектрометр, анализируемые молекулы последовательно ионизируются, получившиеся в результате этого ионы разделяются в зависимости от присущих им отношений массы к заряду и детектируются. Результатом этих процессов является масс-



спектр, который несет в себе информацию о молекулярной массе анализа и его структуре

Масс-спектр — совокупность данных об образующихся при определенных условиях ионизации в результате распада конкретного вещества ионах и их интенсивности. Характеристический ион — обычно молекулярный ион или его фрагмент, присутствие которого в масс-спектре способствует идентификации вещества.

Точность измерения массы — другая важная характеристика метода, связанная с разрешением. Измерение масс заряженных частиц позволяет определять брутто-формулу исследуемого вещества. Это возможно благодаря тому, что атомные массы элементов и их изотопов не являются целочисленными величинами, при этом установлено, что в природе соотношение изотопов. Методы ионизации. Ионизация — процесс, происходящий в ионизационной камере и приводящий к образованию ионов анализируемого вещества. Под методом ионизации понимается механизм ионизации и в то же время источник ионизации

Устройство, внутри которого она осуществляется. Все методы ионизации, применяемые в масс-спектрометрии, обычно можно разделить на группы * протонирование; депротонирование (депротопация); * катионизация; * перенос заряженных частиц из жидкой фазы в газовую; * захват или потеря электронов и др.

Протонирование — метод ионизации, при котором к анализируемой молекуле присоединяется протон или несколько протонов, сообщая молекуле каждый раз заряд +1. Перераспределение электронной плотности молекулы приводит к образованию стабильных катионов. Таким способом часто ионизируют пептиды. Этот вид ионизации характерен для ионизации лазерной десорбцией при содействии матрицы (MALDI), электроспрей-ионизации (ESI) и химической ионизации при атмосферном давлении (APCI). Депротонирование (депротопация)



Метод ионизации, при котором от молекулы отщепляется протон, в результате чего молекула приобретает заряд -1 . Этот вид ионизации характерен для MALDI, ESI и APCI при исследовании веществ кислотного характера, например, фенолов, карбоновых и сульфоновых кислот и др. Катионизация — метод ионизации, при котором положительно заряженные частицы образуются при взаимодействии с катионами щелочных металлов или алюминия. Этот вид ионизации оказался полезен для нестабильных при протонировании молекул и может быть реализован с применением MALDI, EST и A PCI

Электронный удар — метод ионизации, при котором осуществляется бомбардировка молекул анализируемых веществ пучком электронов определенной энергии. При этом молекула теряет электрон и получает заряд $+1$, который быстро перераспределяется, образуя радикалы и катионы. Этот вид ионизации наиболее подходит для относительно неполярных низкомолекулярных веществ, при этом обычно хорошо видна фрагментация исследуемой молекулы. Захват электронов — метод ионизации, при котором абсорбция или захват электронов приводит к ионизации молекулы, обладающей высоким сродством к электрону, например, молекул пол и ненасыщенных углеводородов, галогенсодержащих или металлоорганических веществ.

Источники ионизации только четверть века назад исследователи в области фармакологии, биохимии, токсикологии и судебной медицины начали использовать в своей работе масс-спектрометрическое оборудование. Его возможности были ограничены исследованием относительно низкомолекулярных веществ в газовой фазе, ионизация которых происходила при помощи электронного удара.

Однако сейчас ситуация значительно изменилась: недаром мировое научное сообщество присудило много самых престижных премий разработчикам, добившимся успехов в создании новых подходов к масс-спектральным исследованиям.



Масс-анализаторы после проведения ионизации образца одним из описанных выше методов сумма образовавшихся ионов попадает в масс-анализатор. За период существования масс-спектрометрии разработано несколько видов таких анализаторов. Каждый из них имеет свои преимущества, недостатки, а также свою стоимость, порой немалую. При выборе прибора необходимо четко представлять круг задач, которые планируется решать с его помощью, и насколько точны и адекватны поставленным задачам будут получаемые с их помощью результаты.

В основе качественных характеристик любого масс-анализатора лежат:

- быстроедействие;
- точность определения массы;
- диапазон измеряемых масс;
- разрешающая способность;
- скорость сканирования;
- возможность проведения многократного сканирования масс (МСМС). В

ХТА чаще всего используются:

- магнитные секторные анализаторы;
- квадрупольные анализаторы с квадрупольным фильтром;

Хроматографические методы определения токсикантов.

Точность масс-анализатора определяется стабильностью и разрешающей способностью прибора. Например, при заявленной точности 0,01% прибор надежно определяет молекулярную массу пептида 1000 Д с ошибкой $\pm 0,1$ Д или для пептида с молекулярной массой 10000 Д с ошибкой $\pm 1,0$ Д.

Диапазон масс масс-анализатора — один из основных параметров прибора. Например, для квадрупольного фильтра типичный диапазон составляет 3000 m/z , для магнитного секторного прибора — до 10000 m/z , а у времяпролетного диапазон практически не лимитируется. Возможность МС-МС-анализа — это возможность масс-анализатора проводить многократное циклическое



исследование выбранных ионов. Например, проводится исследование вещества, выбирается его характеристический ион, фрагментация которого исследуется, затем снова выбирается характеристический ион и исследуется его фрагментация с целью выбора нового характеристического иона и т. д. Под этим процессом подразумевается тандемная масс-спектрометрия, или МСп.

Указанной способностью обладают лишь некоторые масс анализаторы. Их характеристики будут рассмотрены ниже. Скорость сканирования — важная характеристика массанализатора. Многие из них обладают низкой скоростью, для сканирования полного диапазона требуется несколько секунд. Здесь необходимо отметить, что типичная ширина хроматографического пика в капиллярной хроматографии составляет 2 с. С другой стороны, времяпролетный анализатор способен провести полную развертку всему диапазону измеряемых масс за несколько миллисекунд и даже меньше.

На электронном носителе приведены основные характеристики масс-анализаторов (см. CD);

- магнитный секторный масс-спектрометр;
- квадрупольные анализаторы;
- квадрупольный анализатор ионная ловушка;
- времяпролетный анализатор (TOF);
- электростатическая ионная ловушка (LTQ Orbitrap).

Выводы Основные типы масс-детекторов Детектирование ионов является еще одним ключевым моментом успеха масс-спектрометрического исследования. Выбор соответствующего устройства для детектирования зависит от ряда условий и, главным образом, от поставленной аналитической задачи (см. CD).

Литература

1. Изатуллаев, С. А., & Ёрбекова, С. Ё. К. (2024). НОВЫЕ МЕТОДЫ СИНТЕЗА ГИДРАЗИДОВ ФОСФОРИЛИРОВАННЫХ МУРАВЬИНЫХ КИСЛОТ ТРЕТИЧНОГО ФОСФИНОКСИДНОГО СТРОЕНИЯ. *Research Focus*, 3(3), 11-15.



2. Иззатуллаев, С. А., Эшмаматова, З. Г., & Эшкобилова, М. Э. (2024). СИНТЕЗ НОВЫХ АНАЛОГОВ КАПАХА. *Research Focus*, 3(2), 260-265.
3. Nizomiddinovich, Toshboyev Feruz, Izatullayev Sarvar Abdimannonovich, and Akhmadov Javokhir Zoirovich. "Of organic substances by thin layer chromatographic method." *Ta'lim innovatsiyasi va integratsiyasi* 14.1 (2024): 70-72.
4. Тошбоев, Феруз Низомиддинович, Тахир Откирович Анваров, and Сарвар Абдиманнонович Иззатуллаев. "ОПРЕДЕЛЕНИЕ pH СРЕДЫ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ." *World of Scientific news in Science* 1.1 (2023): 166-169.
5. Дониёрова, С. О., Байкулов, А. К., Советов, К. Т., & Ташанов, О. С. (2023). ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ СОСТАВА ГРАНУЛ НА ОСНОВЕ СУХОГО ЭКСТРАКТА СОЛОДКИ. *PEDAGOGS*, 46(1), 140-142.
6. Ташанов, О. С., & Советов, К. Т. (2023). ЛЕКАРСТВЕННЫЕ РАСТЕНИЯ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В КАЧЕСТВЕ СРЕДСТВ ДЛЯ ЛЕЧЕНИЯ СЛИЗИСТОЙ ОБОЛОЧКИ РТА. *Research and Publications*, 1(1), 42-45.
7. Begmamat o'g'li, Odilov Javohir, Erkinov Feruzbek Asqarjon o'g'li, and Tashanov Odilboy Safarovich. "DORI VOSITALARINING ZAMONAVIY TAHLIL USULLARI." *Journal of new century innovations* 49.1 (2024): 75-77.
8. Safarovich, Tashanov Odilboy. "DORI VOSITALARINI TAHLIL QILISHNING ZAMONAVIY USULLARI." *Proceedings of International Conference on Educational Discoveries and Humanities*. Vol. 3. No. 5. 2024.
9. Ziyadullayev, A. O., M. Z. Eshtemirova, and O. S. Tashanov. "GIDROKSIL GURUHINI HIMOYALASH USULLARI." *Proceedings of International Conference on Educational Discoveries and Humanities*. Vol. 3. No. 5. 2024.
- 10.6. Абдураззокова, Х. Г., & Сюнова, М. О. (2024, April). MEDICINAL PLANTS USED AS REMEDIES FOR THE ORAL MUCOSA. In *Proceedings of International Conference on Educational Discoveries and Humanities* (Vol. 3, No. 5, pp. 29-32).
- 11.7. Хамдамкулов, Д. Х., Ибрагимов, А. А., Гиясов, Б. Б., & Ташанов, О. С. (2024, April). ПОЛУЧЕНИЕ ВЫТЯЖКИ ИЗ АИРА ОБЫКНОВЕННОГО (*Acorus calamus*, Linnaeus, 1753). In *Proceedings of International Conference on Educational Discoveries and Humanities* (Vol. 3, No. 5, pp. 21-24).
- 12.8. Anvarovich, Chorshambiev Abdimalik, Arsdlonova Rayxon Razhabboevnason, Tashanov Odilboy Safarovich. "Og'iz bo'shlig'i shilliq qavatini davolashda ishlatiladigan dorivor o'simliklar". *Amerika pediatriya tibbiyoti va sog'liqni saqlash fanlari jurnali* (2993-2149) 2.2 (2024): 491-494.



- 13.9. Toshboyev, F. N., Tashanov, O. S., & Izatullayev, S. A. (2023). OZIQA TARKIBIDAGI SPIRTLARNI OKSIDLANISH JARAYONINI MATIMATIK MODILASHTIRISH ORQALI XISOBLASH. GOLDEN BRAIN, 1(28), 117-120.
- 14.10. Нурбаев, Х. И., Советов, К. Т., Рузиев, Э. А., & Ураков, Д. М. УДК547. 854. РЕАКЦИЯ АЛКИЛИРОВАНИЯ 2-Х ЗАМЕЩЕННЫХ ПИРИМИДИНОВ-4. ILMİY AXBOROTNOMA, 51.
- 15.11. Savetov, KT va Varfolomeev, SD (1997). Limfotsitlar va trombotsitlarning a- va b-adrenoreseptorlariga ionlashtiruvchi nurlanishning ta'siri. Uzbekiston Biologiya jurnali , 2 , 72-76.
- 16.12. Байкулов, А. К., Советов, К. Т., & Рахмонов, Ф. Х. (2021). Заживление наружных ран термического ожога с использованием хитозана.
- 17.13. Sovetov, KT va S.Z.Abdujabborovalar. "O'tkir miokard infarkti bilan og'rigan bemorlarda limfotsitlar va trombotsitlarning A-va B-adrenoreseptorlarining kinetik parametrlarining o'zgarishi." FAN, TADQIQOT VA O'QITISH JURNALI 3.2 (2024): 4-6.
18. Abdumannonovich, I. S., Qizi, Y. S. Y., & Qizi, A. F. A. (2024). THE EFFECT OF ALKALOIDS ON THE HUMAN BODY. *Research Focus*, 3(3), 83-87.
19. Изатуллаев, Сарвар Абдумоннонович, and Севинч Ёкубджан Кизи Ёрбекова. "НОВЫЕ МЕТОДЫ СИНТЕЗА ГИДРАЗИДОВ ФОСФОРИЛИРОВАННЫХ МУРАВЬИНЫХ КИСЛОТ ТРЕТИЧНОГО ФОСФИНОКСИДНОГО СТРОЕНИЯ." *Research Focus* 3.3 (2024): 11-15.