

**ОПТИМИЗАЦИЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ
ПРИ SP-ICP-MS-АНАЛИЗЕ НАНОЧАСТИЦ
ДИОКСИДА ТИТАНА**

Наноразмерный диоксид титана находит широкое применение в промышленности, в том числе в производстве потребительских товаров личного пользования, косметики, фармацевтических препаратов, продуктов питания и др [1]. Относящиеся к группе потенциальных канцерогенов наночастицы диоксида титана требуют контроля своего содержания в контактирующих с человеком товарах и продуктах, в том числе – контроля размеров частиц [2].

Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой в режиме детектирования отдельных частиц (SP-ICP-MS) при исследовании содержащих наночастицы диоксида титана образцов позволяет проводить единовременное определение содержания, концентрации, размеров частиц, распределения частиц по размерам в рамках одного анализа [3]. SP-ICP-MS – наиболее оптимальный метод определения размеров наночастиц диоксида титана в многокомпонентных матрицах, позволяющий проводить идентификацию и подсчет наночастиц с высокой производительностью и удовлетворительной воспроизводимостью.

Метод SP-ICP-MS позволяет регистрировать интенсивность сигнала каждой отдельной наночастицы диоксида титана после ее ионизации в плазме. Последовательный ввод наночастиц в систему в результате аспирации крайне разбавленной суспензии образца позволяет получить массив импульсных сигналов с пропорциональной массой ионизированной наночастицы интенсивностью [3]. С другой стороны, анализ отдельных частиц методом SP-ICP-MS осложнен наличием непрерывного фонового сигнала, обусловленного наличием растворенной формы элемента. Импульсные сигналы отдельных частиц малых размеров с низкой интенсивностью, близкой к интенсивности непрерывного фонового сигнала, экранируются в массиве сигналов фона. Тщательно подобранные операционные параметры при SP-ICP-MS-анализе наночастиц титана позволяют улучшить соотношение сигнал-шум, в большей степени разделяя сигналы частиц малых размеров и сигналы фона. Кроме того, принципы метода подразумевает

полную ионизацию исследуемой частицы в плазме, что также требует внимательного выбора параметров для соблюдения данного условия.

Регистрация сигналов отдельных частиц диоксида титана в SP-ICP-MS реализуется в ходе непрерывного последовательного измерения в течении заданного временного промежутка короткими интервалами накопления сигнала (микро- и миллисекунды) на постоянной массе. Ограничением квадрупольных масс-спектрометров с индуктивно-связанной плазмой при SP-ICP-MS-анализе является возможность вести измерение сигнала только для одного заданного изотопа, что, с другой стороны, позволяет провести тщательную оптимизацию параметров с целью улучшения чувствительности системы.

В данном исследовании содержащиеся в образцах косметики наночастицы диоксида титана исследовали на масс-спектрометре с индуктивно-связанной плазмой iCAP RQ (Thermo Fisher Scientific, США). Регистрацию сигнала проводили на массе 48 для изотопа ^{48}Ti с распространенностью 73,8%. Операционные параметры выбирали в соответствии с рекомендациями производителя, мощность генератора плазмы (Вт) и поток пробоподающего газа (л/мин) изменяли в диапазонах 1000-1500 Вт и 0,7-1,1 л/мин соответственно для выбора оптимального значения. В рамках предварительного исследования раствор с известным содержанием ионной формы титана анализировали в заданных условиях для определения оптимальных параметров с наилучшей чувствительностью системы.

На рис.1 приведены зависимости изменения интенсивности сигнала на массе 48 в условиях изменения мощности генератора плазмы (Вт) при постоянной величине скорости потока пробоподающего газа (л/мин) (рис. 1а) и скорости потока пробоподающего газа (л/мин) при постоянной величине мощности генератора плазмы (Вт) (рис. 1б).

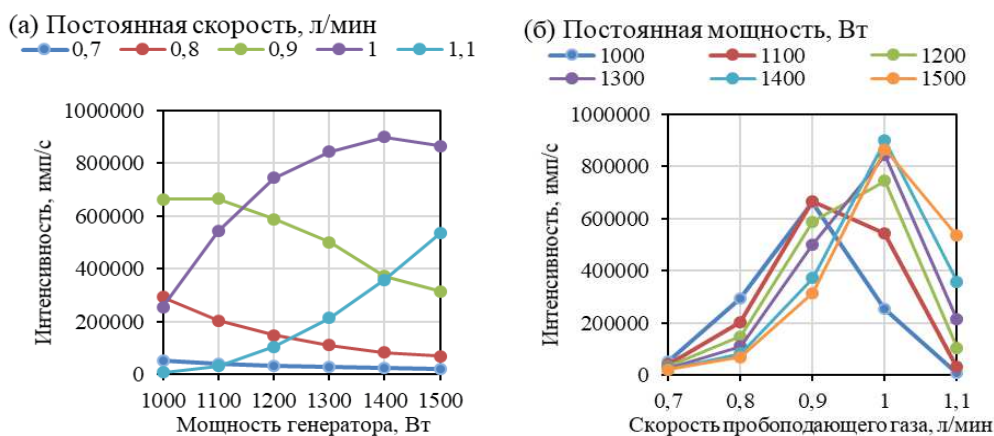


Рисунок 1 – Зависимости изменения интенсивности сигнала на массе 48 при изменении мощности генератора плазмы (а) и скорости потока пробоподающего газа (б)

Следует отметить, что в данном эксперименте параметр глубины пробоотбора оставался постоянным, как следствие – изменение интенсивности сигнала при изменении указанных параметров (принимая эффективность ионизации близкой к 100% в каждом случае) происходило предположительно в результате смещения зоны ионизации относительно положения конуса сэмплера.

На рис. 1а заметна тенденция к увеличению интенсивности сигнала с ростом мощности генератора плазмы при высокой скорости потока пробоподающего газа – зависимости при скорости 1 и 1,1 л/мин восходящие, хотя не во всех точках характеризуются наибольшими значениями интенсивности сигнала в рамках общей зависимости. Зависимости в диапазоне скорости потока пробоподающего газа 0,7-0,9 л/мин нисходящие, интенсивность сигнала с ростом мощности генератора плазмы падает.

На рис. 1б заметно, что меньшая скорость потока пробоподающего газа требует меньшей мощности генератора плазмы – зависимости при мощности генератора плазмы 1000 и 1100 Вт имеют максимум при скорости 0,9 л/мин, тогда как зависимости при мощности 1200 и более Вт – при скорости 1 л/мин.

Наивысшая точка зависимости с максимальной зарегистрированной интенсивностью при комбинации мощности генератора плазмы и скорости потока пробоподающего газа 1400 Вт и 1 л/мин соответственно позволяет предположить, что данные значения представляют наилучший выбор при SP-ICP-MS-анализе наночастиц диоксида титана малых размеров.

ЛИТЕРАТУРА

1. Séby F. Metal and metal oxide nanoparticles in cosmetics and skin care products // *Compr. Anal. Chem.* – 2021. – Vol. 93. – P. 381-427.
2. IARC Working Group on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. Carbon black, titanium dioxide, and talc // *IARC Monogr. Eval. Carcinog. Risks Hum.* – 2010. – Vol. 93. – P. 1-413.
3. Meermann, B. ICP-MS for the analysis at the nanoscale-a tutorial review / B. Meermann, V. Nischwitz // *J. Anal. At. Spectrom.* – 2018. – Vol. 33, № 9. – P. 1432–1468.