



ЛАВ

ЖУРНАЛ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗ(А)ПИРЕНА В ПОЧВЕ

методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62



2 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДСТВЕННЫХ ПРИМЕСЕЙ В БИСОПРОЛОЛА ФУМАРАТЕ

методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62



4 стр.

ПРИМЕНЕНИЕ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРОВ СЕРИИ i-Red 7800 марки SILab

для контроля качества входного сырья и готовой продукции

6 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ХЛОРИСТОГО АММОНИЯ В РАСТВОРАХ ПРЕПАРАТОВ ХМХА

методом потенциометрического титрования с применением автоматического титратора AT50-P



8 стр.



ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ В СУБСТАНЦИЯХ АЛЬГИНАТА НАТРИЯ

12 стр.

ПРЯМОЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ПЛАЗМЫ КРОВИ И МОЧИ (БЕЗ РАЗЛОЖЕНИЯ)



14 стр.



КОМПАНИЯ ЛАБКОНЦЕПТ

Специалисты компании Лабконцепт не только прикладывают максимум усилий, чтобы обеспечивать пользователей качественным оборудованием и сервисом, но также готовы оказывать всестороннюю методическую поддержку. Именно поэтому на приборах в нашей лаборатории постоянно проводятся различные исследования и анализы: это и тестирование, и перенос методик, и штучный анализ проб, и проверка пригодности оборудования для реализации наиболее востребованных в нашей стране аналитических задач.

Результатами исследований, условиями проведения анализов, а также полезными советами по работе с приборами мы будем делиться с Вами на страницах LAB Журнала.



Компания Лабконцепт — официальный дистрибьютор ведущих мировых и российских производителей аналитического, испытательного, общелабораторного оборудования, мебели и расходных материалов, а также производитель собственной серии высокоэффективных жидкостных хроматографов, широкой линейки весоизмерительной техники, оборудования для пробоподготовки. А также разработчик IT-решений в лабораторной области.

Коллектив компании состоит из опытных разнопрофильных специалистов, компетенции которых позволяют решать широкий ряд задач для лабораторий различной направленности. Все, чем бы мы не занимались, от подбора оборудования и подготовки коммерческого предложения до процесса пусконаладки и постановки методик на приборах в интересах заказчика, наша компания осуществляет профессионально и ответственно, также как и свои внутренние исследовательские и производственные процессы.

Обращаясь к нам, вы доверяете свою задачу надежному, нацеленному на совместный успех партнеру!

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗ(А)ПИРЕНА В ПОЧВЕ

методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62

Введение

Высокоэффективная жидкостная хроматография – одна из наиболее распространенных техник количественного анализа, применяемая для разделения сложных смесей органических соединений и высокочувствительного определения целевых компонентов. Для жидкостных хроматографов LicArt 62 доступен широкий спектр детекторов, что позволяет применять их практически в любой области.

Жидкостные хроматографы LicArt 62 – это высококачественные приборы, подходящие для проведения анализов любого уровня сложности.



LicArt 62 представляют собой гибкие модульные системы, обладающие ультранизким уровнем перекрестного загрязнения (всего 0,003 %). Эти особенности делают приборы одновременно как универсальными, так и отвечающими всем актуальным требованиям современных аналитических лабораторий. Продвинутое программное обеспечение на русском языке значительно облегчает обработку результатов анализа и обеспечивает высокий уровень безопасности данных.

Одной из наиболее часто встречающихся задач является определение бенз(а)пирена в различных объектах окружающей среды, в т.ч. в почвах.

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ), к которым относится бенз(а)пирен, образуются при неполном сгорании органических соединений и чаще всего встречаются в продуктах переработки угля и нефти, поэтому основными источниками загрязнения окружающей среды являются предприятия энергетического комплекса, транспорт, химическая и нефтеперерабатывающая промышленность. Бенз(а)пирен вместе с другими ПАУ оседает в частицах сажи на поверхности почвы; предельно допустимая концентрация бенз(а)пирена в почве составляет 0,02 мг/кг.

В качестве объектов анализа для данной статьи были взяты образцы почвы, отобранной на территории промышленного предприятия. Анализ производился по методу МУК 4.1.1255-4.1.1274-03.

Хроматографические условия

Температура термостата колонки, °C	35
Режим элюирования	Градиентный
Компонент А	Вода
Компонент В	Ацетонитрил
Скорость потока элюента, мл/мин	1,0
Продолжительность регистрации хроматограммы, мин	42
Объем вводимой дозы, мкл	20
Параметры флуориметрического детектора	
Длина волны возбуждающего излучения, нм	340
Длина волны детектирования, нм	425
Чувствительность детектора	medium
Усиление сигнала	1



Оборудование

Анализ образцов производился на жидкостном хроматографе LicArt 62 в следующей комплектации:

- четырехканальный насос QP-62d для создания градиента на стороне низкого давления;
- спектрофлуориметрический детектор RF-62E;
- термостат колонок T-85;
- автодозатор S-42d с модулем для дегазации промывочного раствора.



Подготовка пробы к анализу

- Пробу почвы массой 1 г, залили 15–20 см³ хлористого метилена и перемешивали в течение 30 мин.
- Полученный экстракт поместили в колбу для отгонки растворителя. Экстракцию повторили.
- Объединенные экстракты упарили до объема 1–2 см³, к остатку прилили 3–5 см³ гексана и вновь упарили до объема менее 0,5 см³. К полученному экстракту добавили 2 см³ гексана.
- Заполнили стеклянную колонку оксидом алюминия, нанесли на нее экстракт, промыли гексаном и провели элюирование ПАУ 40 см³ смесью гексан-хлористый метилен (80:20 % об.).
- Элюат упарили досуха, остаток растворили в 1 см³ ацетонитрила.
- После этого приступили к дозированию в хроматограф.



Проведение хроматографического анализа

Анализ производили на колонке Supelcosil PAK (длина 150 мм, диаметр 4,6 мм, размер частиц 5 мкм).

В результате анализа рассчитанная массовая доля бенз(а)пирена в почве составила 0,05 мг/кг, что превышает ПДК (0,02 мг/кг).

Градуировка производилась по 6 точкам.

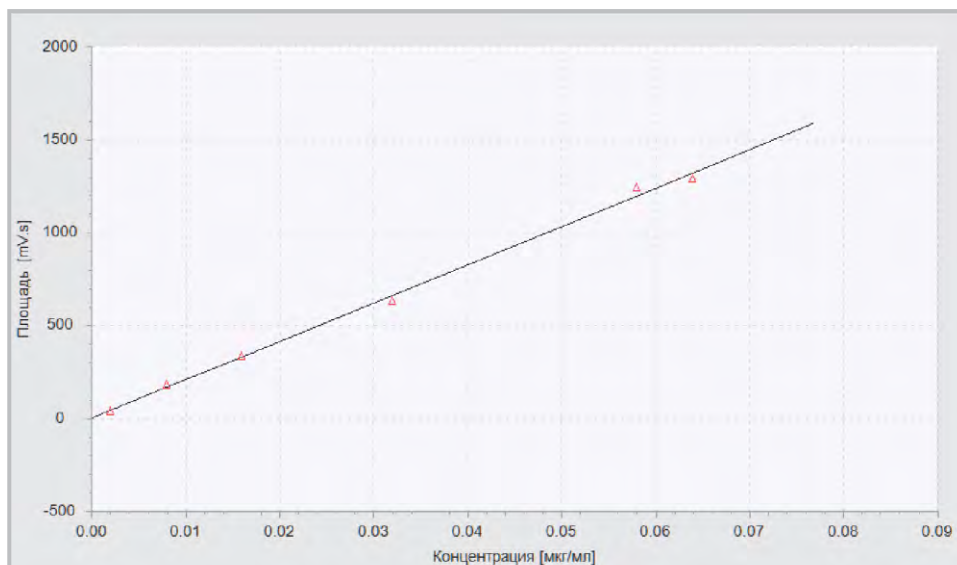


Рисунок 1 – Градуировочная зависимость для бенз(а)пирена ($r^2= 0.998$)

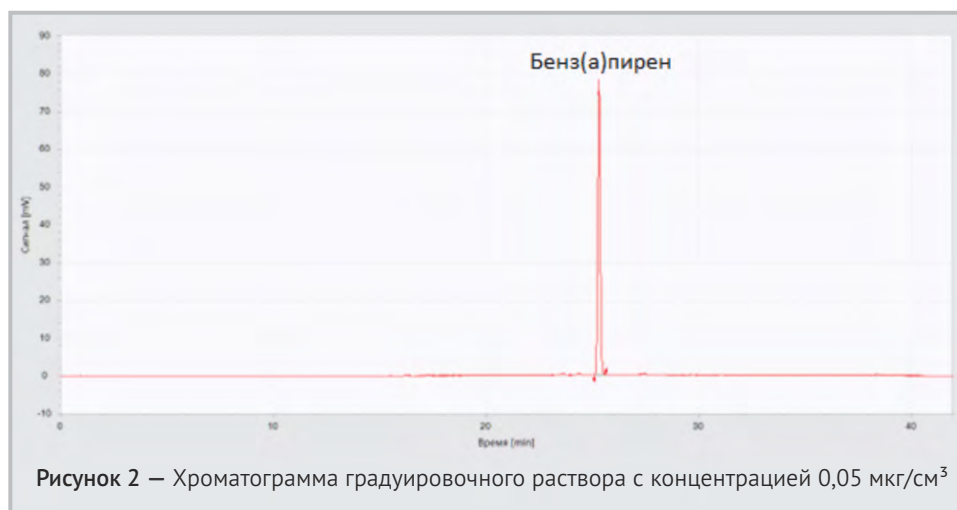


Рисунок 2 – Хроматограмма градуировочного раствора с концентрацией 0,05 мкг/см³



Рисунок 3 – Хроматограмма пробы почвы

Выводы

Высокоэффективные жидкостные хроматографы LicArt 62 могут успешно применяться для различных задач экологического мониторинга.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РОДСТВЕННЫХ ПРИМЕСЕЙ В БИСОПРОЛОЛА ФУМАРАТЕ

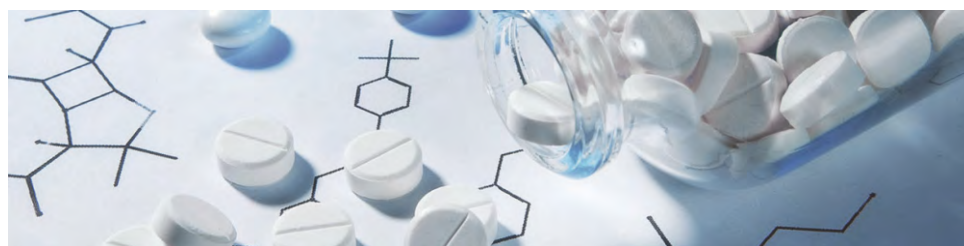
методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62

Введение

Жидкостные хроматографы LicArt 62 могут быть укомплектованы для решения самых разных аналитических задач. Максимальное рабочее давление системы – 62 МПа, что позволяет комфортно работать как в рамках традиционной ВЭЖХ, так и в области повышенных давлений, с более тонкими колонками зернением 1-2 мкм. В совокупности с широким выбором детекторов, такая аналитическая гибкость особенно актуальна для фармацевтических применений – как для анализа качества субстанций и фармпрепаратов, так и для предварительных исследований. Дополнительным плюсом для фармацевтических предприятий является наличие валидационной документации

(протоколы OQ/IQ) и полное соответствие программного обеспечения требованиям прослеживаемости и целостности данных (FDA 21 CFR Part 11).

В качестве варианта применения хроматографа LicArt 62 был выбран анализ таблеток бисопролола фумарата (действующее вещество бисопролол) с целью обнаружения родственных примесей. Бисопролол – средство, широко применяющееся кардиологами. Показанием для назначения бисопролола является целый ряд нарушений сердечной деятельности, в том числе сердечная недостаточность, нарушения сердечного ритма. Бисопролол входит в «Перечень важнейших лекарств ВОЗ», необходимых для системы здравоохранения.



Подготовка пробы к анализу

- 20 тщательно растертых таблеток поместили в мерную колбу вместимостью 20 мл, прибавили 15 мл растворителя (смесь ацетонитрил: вода 1:4) и обработали ультразвуком в течение 10 мин.
- После охлаждения суспензии до комнатной температуры ее объем довели
- растворителем до метки, перемешали, провели центрифугирование в течение 10 минут при скорости 5000 об/мин и отфильтровали надосадочную жидкость через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.
- После этого провели хроматографический анализ полученных проб.

Хроматографические условия

Температура термостата колонки, °C	20
Режим элюирования	Градиентный
Компонент А	Вода с добавкой фосфорной кислоты
Компонент В	Ацетонитрил с добавкой фосфорной кислоты
Скорость потока элюента, мл/мин	1,0
Продолжительность регистрации хроматограммы, мин	45
Объем вводимой дозы, мкл	10
Длина волны детектирования, нм	225



Оборудование

Анализ образцов проводился на высокоэффективном жидкостном хроматографе LicArt 62 в следующей комплектации:

- бинарный насос BP-62d для создания градиента на стороне высокого давления;
- диодно-матричный детектор DAD-62;
- термостат колонок с функцией охлаждения T-85C;
- автодозатор с модулем для дегазации промывочного раствора с функцией охлаждения S-42dc.

Проведение хроматографического анализа

Анализ производили на колонке YMC-Pack Pro C18 (длина 250 мм, диаметр 4,6 мм; размер частиц 5мкм).

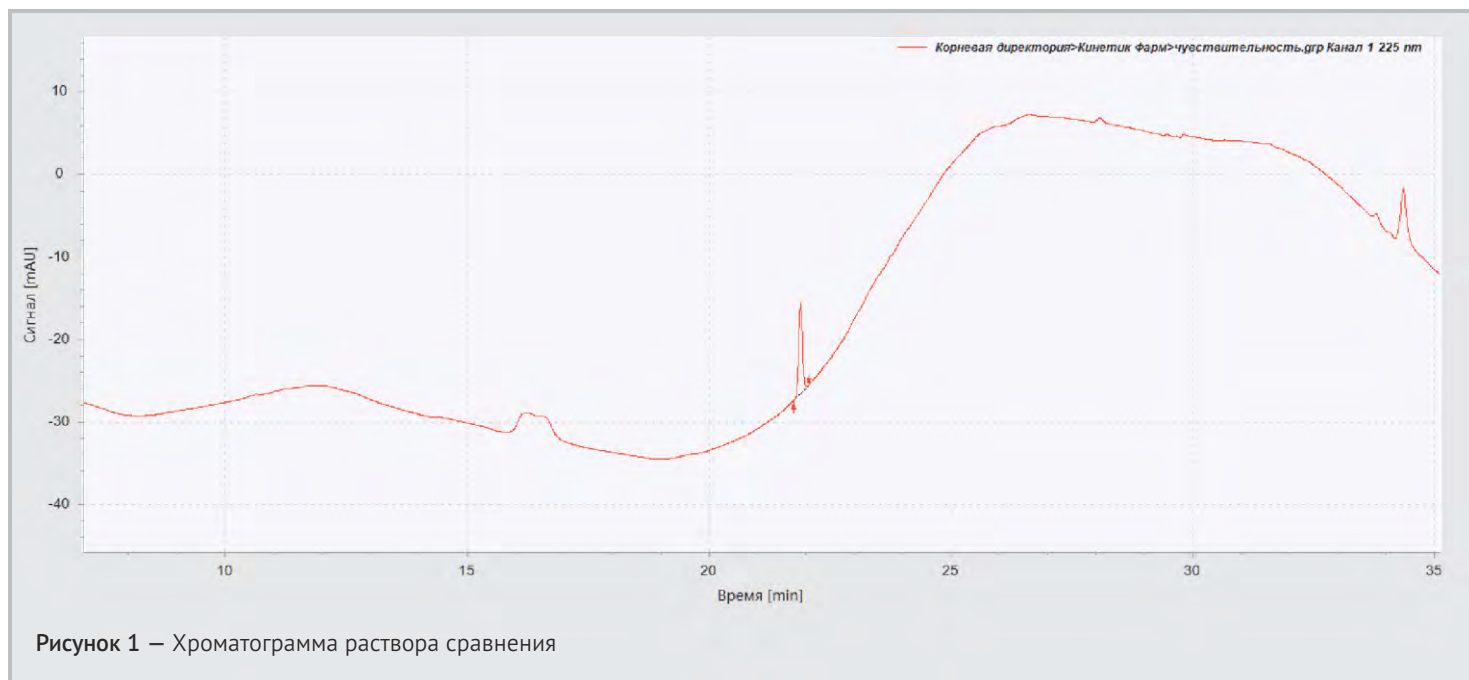


Рисунок 1 – Хроматограмма раствора сравнения

	Время удерж [min]	Площадь [mAU.s]	S/N	Кол-во теор. тарелок (EP)	Симметрия/Асиммет (EP)
▶ 1	21.908	58.320	53.219	381985.565	0.993
*Общий		58.320			

По нормативу требуется отношение сигнал/шум для пика биспролола не менее 10:1. Полученное соотношение: 53:1.

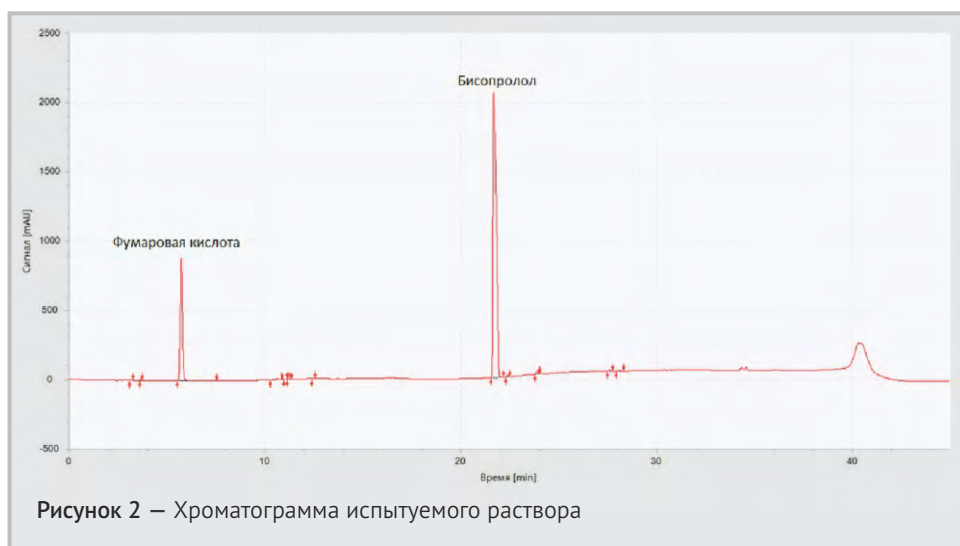


Рисунок 2 – Хроматограмма испытуемого раствора

В результате анализа содержание единичной неидентифицированной примеси в образце не превышает 0,1%. Суммарное содержание всех примесей не превышает 0,5%.



Заключение

Жидкостные хроматографы LicArt 62 подходят для применения на фармацевтических предприятиях. Приборы надежны и способны работать в режиме 24/7, удобны как в обслуживании, так и в эксплуатации:

- детекторы LicArt 62 обладают достаточной чувствительностью и скоростью, блоки термостата и автосамплеры доступны в исполнении с охлаждением;
- в насосах реализована динамическая промывка заплунжерного пространства, что значительно продлевает срок службы плунжеров, а также облегчает работу с буферными растворами, поскольку исключает кристаллизацию.

В программном обеспечении на русском языке возможна настройка прав доступа, а также поддерживается проведение расчетов по USP и EP.

ПРИМЕНЕНИЕ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРОВ СЕРИИ i-Red 7800 марки SILab

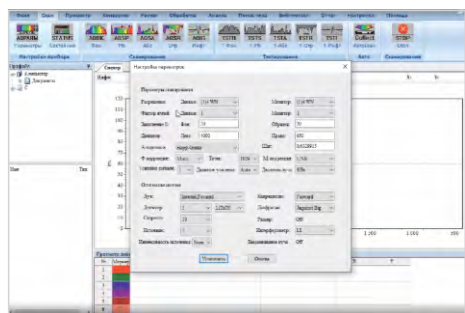
для контроля качества входного сырья и готовой продукции

Введение

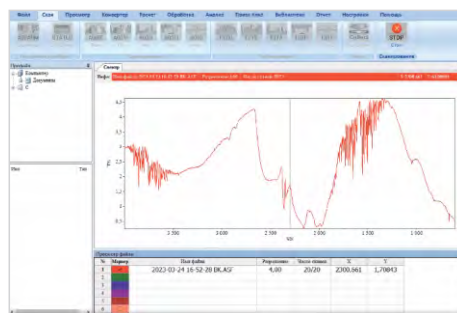
ИК-Фурье спектроскопия — это эффективная и одновременно несложная техника анализа, позволяющая получать данные о химическом составе веществ и различных материалов. Помимо качественного анализа, ИК-Фурье спектрометры серии i-Red 7800 могут использоваться и при количественном определении за счет усовершенствованного алгоритма статистического анализа и отличных технических и метрологических характеристик.

Широкий набор доступных приставок и принадлежностей упрощает или полностью устраняет необходимость пробоподготовки.

ИК-Фурье спектрометры серии i-Red 7800



гарантируют быстрый сбор данных, минимальную пробоподготовку или ее отсутствие, высокую точность данных, которая обеспечивается за счет внутренней калибровки длины волны. Приборы можно использовать для исследования газовых, жидких или твердых образцов благодаря высокому спектральному разрешению. Относительно невысокая стоимость ИК-Фурье спектрометров серии i-Red 7800, а также экспрессность метода обеспечивают популярность и признание приборов этой серии как аналитического инструмента, отвечающего потребностям лабораторий обеспечения и контроля качества (QA/QC) на производстве в различных отраслях промышленности (фармацевтической, химической, производстве полимеров и др.)



Регистрация и анализ спектров производились в программном обеспечении SILab WSI.

Входной контроль сырья

Основными задачами входного контроля сырья являются подтверждение идентичности, установление соответствия нормативным документам и контроль чистоты поступившего сырья. В случаях, когда сырье представляет собой продукт, состоящий из нескольких компонентов, или сополимер, необходимо убедиться, что соотношение компонентов в продукте или мономеров в сополимере варьируется в установленных границах.

Довольно часто контроль сырья с использованием ИК-Фурье спектроскопии осуществляется методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО), который значительно удобнее, чем метод измерения пропускания (в таблетке с бромидом калия, либо в жидкостной кювете). Образец (жидкость, порошок, паста, пленка,

волокно или готовое изделие) просто размещается на кристалле приставки НПВО и проводится регистрация спектра. Весь процесс подготовки перед измерением занимает несколько секунд и не требует подготовки пробы.

С помощью программного обеспечения осуществляется сравнение спектра образца и референтного спектра. Исследуемый образец и референтный образец (эталон) считаются идентичными, если полосы поглощения в спектре исследуемого образца соответствуют по положению полосам поглощения в спектре эталона и посторонние полосы поглощения отсутствуют.

Для первоначального отсеивания неверных результатов можно ориентироваться



Оборудование

ИК-Фурье спектрометр i-Red 7800u-L с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) с кристаллом из синтетического алмаза.

на степень корреляции, рассчитываемую программным обеспечением SILab WSI по заранее выбранному алгоритму.

Для наибольшей сходимости (высокая степень корреляции) необходимо, чтобы спектры исследуемого образца сырья и референтного образца (эталона) были зарегистрированы одним и тем же методом.

Анализ ИК-спектра исследуемого образца может проводиться как с использованием встроенных в ПО библиотек стандартных спектров, так и с использованием заранее созданных пользовательских библиотек.

На **Рисунке 1** приведен ИК-спектр фармацевтической субстанции «Сульфаниламид».

Контроль качества готовой продукции

Основной целью контроля качества готовой продукции является подтверждение соответствия характеристик выпускаемого продукта предъявляемым к нему требованиям.

Анализ гидроксильного числа в полиэфирах

Для полиэфиров, используемых при производстве пенополиуретанов, гидроксильное число является важным парамет-

ром для прогнозирования функциональных характеристик продуктов, так как оно показывает количество активных реакционноспособных гидроксильных центров, которые могут вступить в реакцию с изоцианатами с образованием полиуретановой структуры. Для определения гидроксильного числа, как правило, применяется долгий и трудоемкий метод титрования.

Альтернативой является ИК-Фурье спектрометры серии i-Red 7800, с помощью

которого можно быстро определить гидроксильное число.

При анализе опираются на полосу поглощения в области 3200-3600 см⁻¹, характерную для валентных колебаний гидроксильной группы.

Ниже приведены ИК-спектры полипропиленгликоля с различными значениями гидроксильного числа.

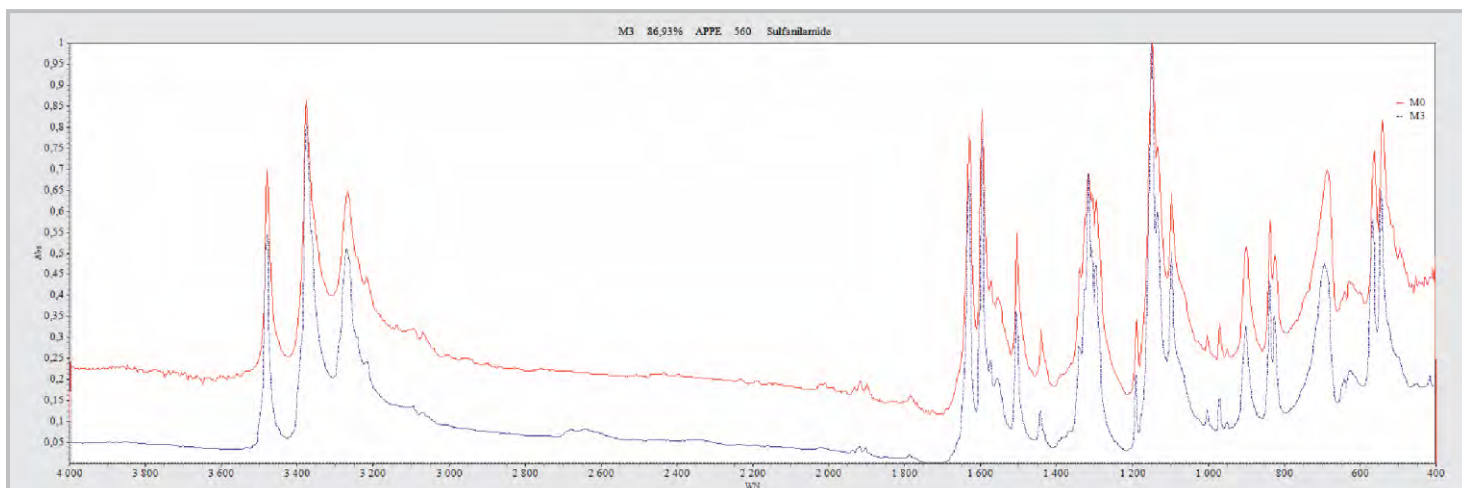


Рисунок 1 – ИК-спектр исследуемого образца - «Сульфаниламид» в сравнении с референтными спектрами из библиотек стандартных спектров

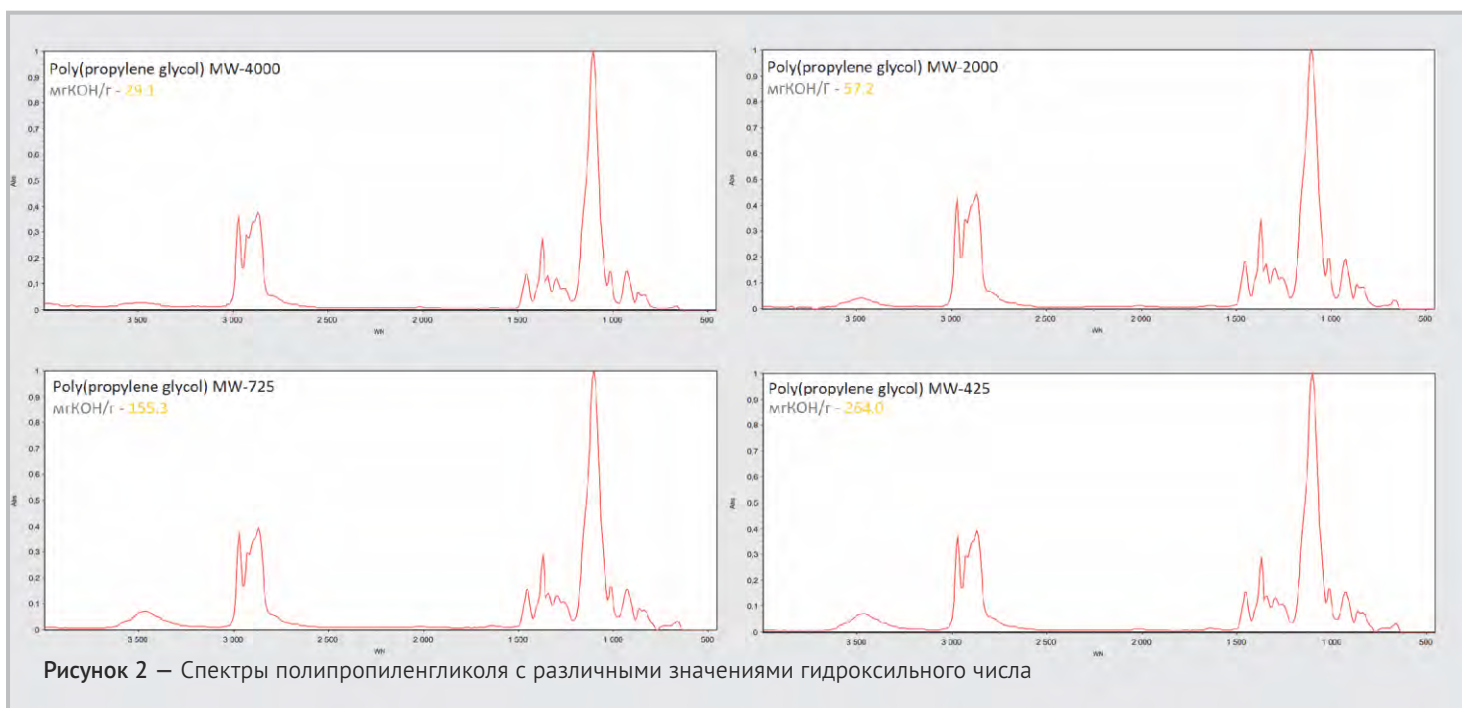


Рисунок 2 – Спектры полипропиленгликоля с различными значениями гидроксильного числа

Заключение

ИК-Фурье-спектрометры серии i-Red 7800 могут широко использоваться в лабораториях обеспечения и контроля качества (QA/QC). Экспрессность анализа, простота в эксплуатации и надежность прибора делают ИК-Фурье спектрометры незаменимыми помощниками при решении задач по контролю качества сырья и готовой продукции.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ХЛОРИСТОГО АММОНИЯ В РАСТВОРАХ ПРЕПАРАТОВ ХМХА

методом потенциометрического титрования с применением автоматического титратора AT50-P

Введение

Для продления сроков службы конструкционных материалов из древесины широко применяются пропитки различного состава, защищающие древесину от воздействия влаги, разнообразных грибков и насекомых, а также понижающие способность дерева к воспламенению.

В качестве последних применяют буру, хлористый аммоний, фосфорнокислые натрий и аммоний, серноокислый аммоний.

Огнезащитное действие бывает двух видов:

1. Защитные агенты при нагревании древесины создают оплавленную пленку, закрывая доступ кислорода к древесине.
2. Защитные агенты при высокой температу-

Метод

Потенциометрическое титрование является методом количественного анализа, при котором конечная точка титрования определяется по изменению потенциала индикаторного электрода в зависимости от количества прибавляемого титранта.

В качестве индикаторного электрода при кислотно-основном титровании используют стеклянный электрод, а в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный электрод. Существуют также комбинированные электроды, совмещающие в одном корпусе стеклянный и хлорсеребряный электрод.

При потенциометрическом титровании регистрируют потенциал индикаторного электрода относительно электрода сравнения в зависимости от количества прибавленного титранта, а титрование

ре выделяют негорючие газы, оттесняющие воздух от поверхности древесины и одновременно разбавляющие горючие газы, выделенные из самой древесины при нагревании.

Большинство антисептиков и прочих агентов, применяемых для защиты древесины, несут в себе серьезную угрозу для здоровья человека, способны вызвать отравление и ожоги. Обращаясь с этими средствами, необходимо придерживаться строгих правил охраны труда и техники безопасности. В связи с этим возникает потребность в тщательном контроле компонентов, входящих в состав защитных препаратов. Автоматический титратор AT50-P производства SILab представляет собой удобный инструмент для количественного контроля огнезащитных средств различной природы.

продолжают до достижения предполагаемой точки эквивалентности. Конечной точке титрования отвечает максимальное значение изменения потенциала (dE) к приращению объема прибавленного титранта (dV). Конечную точку титрования находят графически методом касательных по кривой зависимости потенциала индикаторного электрода от количества прибавленного титранта, или расчетным методом по максимальному значению dE/dV , или по точке разрыва (смене знака) второй производной $d(dE/dV)$.

Потенциометрическое титрование может быть автоматизировано с использованием автотитраторов, способных проводить математический анализ кривой титрования или останавливать прибавление титранта при достижении значения потенциала индикаторного электрода, отвечающего точке эквивалентности.

Проведение анализа

Проведение анализа осуществляется согласно ГОСТ 28815-2018 п. 4.7.2. В данной методике предложен метод кислотно-основного определения объема стандартного раствора гидроксида натрия (0.1 моль/ дм^3) с визуальным определением конечной точки титрования при помощи индикатора фенолфталеин. Однако для мутных растворов проб точное определение конечной точки титрования может быть затруднено. При использовании потенциометрического титрования воздействие данного фактора помехи исключается. Потенциометрический титратор SILab AT50-P уже в базовом комплекте поставки содержит необходимые датчики для анализа ХМХА методом потенциометрического титрования.

SILAB
Simply Intelligent



Подготовка к измерению

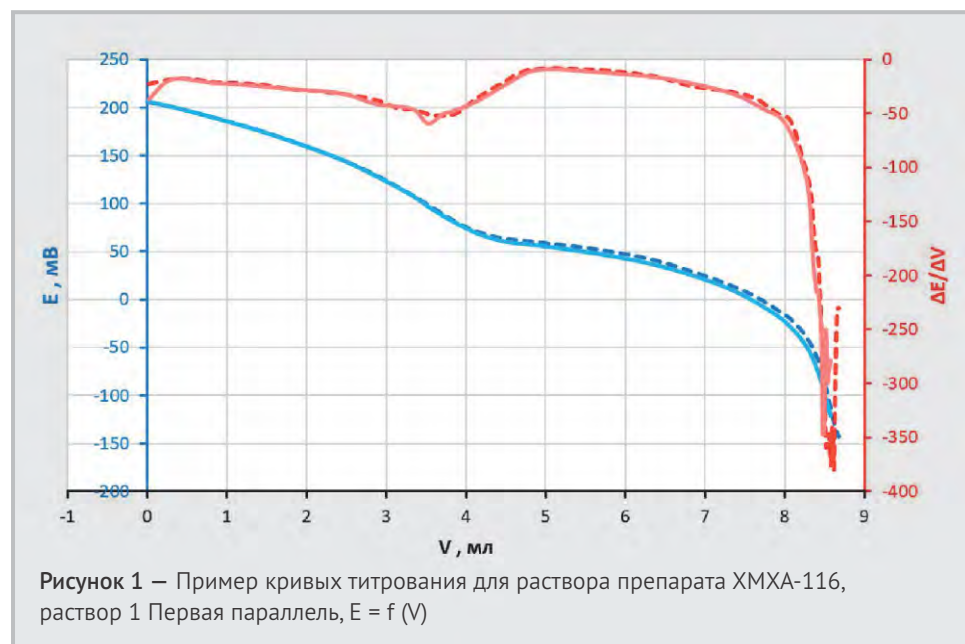
Настройки метода титрования

Программное обеспечение титратора SILab AT50-P позволяет указать в процедуре метода количество и характер точек эквивалентности (т.е. какой величины изменение $\Delta E/\Delta V$ будет считаться за конечную точку титрования), минимальный и максимальный объем титранта, расходуемый на титрование, время установки равновесия потенциала после приливания порции титранта, скорость вращения мешалки и т.д.



Из раствора препарата ХМХА для анализа отбирают пробу объёмом 1 см³ и переносят в коническую колбу, приливают 70-100 см³ воды и 10 см³ 20% раствора формалина и оставляют на 2–3 мин. Колбу с анализируемым раствором помещают на магнитную мешалку титратора, опускают в неё якорь для перемешивания, электроды и кончик бюретки титратора, затем запускают процесс титрования. Титрование прекращается после завершения скачка потенциала.

Пример кривых титрования для одной из проб приведён на **Рисунке 1**.



Вторая параллель, $E = f(V)$

Первая параллель, $\Delta E/\Delta V = f(V)$

Вторая параллель, $\Delta E/\Delta V = f(V)$

Данные для расчёта массовой доли хлористого аммония в препаратах представлены в **Таблице 1**.

Анализируемый раствор	V NaOH, см ³
ХМХА-116, раствор 1	8.4776
	8.5818
ХМХА-116, раствор 2	6.1630
	6.0671
ХМХА-112, раствор 1	3.3215
	3.3156
Формалин, 20%	2.7914

Таблица 1 – Первичные данные титрования

Результаты

Обработка результатов осуществляется согласно ГОСТ 28815-2018 п. 4.7.3.

Результаты определения содержания хлористого аммония в пробах препаратов ХМХА представлены в **Таблице 2**.

Наименование пробы	ХМХА-116, раствор 1	ХМХА-116, раствор 2	ХМХА-112, раствор 1
Содержание хлористого аммония, %	0.30	0.18	0.02
Норматив, согласно Приложению А ГОСТ 28815-2018, %	0.76		0.50

Таблица 2 – Результаты определения содержания хлористого аммония в препаратах ХМХА

Заключение

Титратор SI Lab AT50-P - удобное и эффективное решение для сложного и трудоемкого процесса титрования. Он позволяет устанавливать значения объема титранта с точностью до 0,001 мл, что недостижимо для обычных лабораторных бюреток. Кроме того, потенциометрические титраторы SI Lab позволяют анализировать мутные и окрашенные растворы, где использование цветных индикаторов затруднено, а также проводить реакции, для которых сложно подобрать индикатор с ярко выраженным цветовым переходом на точке эквивалентности. Благодаря наличию соответствующих электродов, AT50-P открывает возможности для ионселективного определения различных ионов в растворах, а также для окислительно-восстановительного, осадительного и комплексонометрического титрования. Приобретение титратора AT50-P станет эффективным решением для лабораторий, которым требуется высокая точность и эффективность в процессе анализа.

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ В СУБСТАНЦИЯХ АЛЬГИНАТА НАТРИЯ

методом ААС с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра Atom 3000 марки SILab

Введение

Альгинат натрия – натуральный природный полисахарид, получаемый из морских бурых и красных водорослей. Полисахарид активно применяют в медицине и фармацевтике для лечения заболеваний желудочно-кишечного тракта, кишечных инфекций, для изготовления мазей, таблеток.

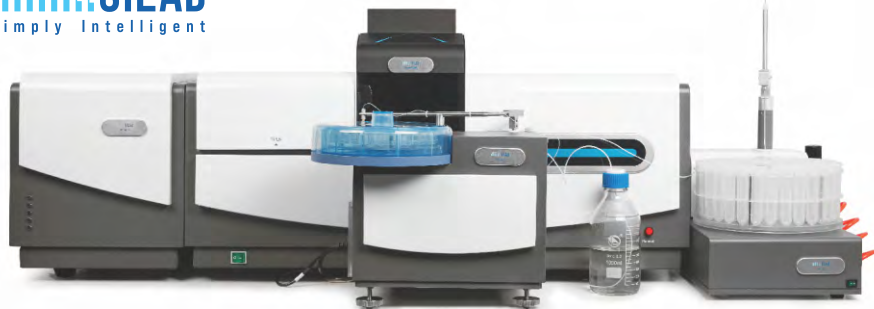
Альгинат натрия нашел широкое применение в пищевой промышленности в качестве загустителя при производстве альгинатной икры, изделий в желе, соусах, заливках, в сфере детского питания (пюре, муссы, соусы), в молочных, мясных и рыбных продуктах.

Контроль содержания распространенных и тяжелых элементов (кальций, ртуть, кадмий, свинец, мышьяк) в альгинате натрия является важным этапом контроля и оценки качества готового продукта.

Кальций, в качестве водорастворимой соли, используется для получения быстрорастворимого альгината натрия.

Ртуть, кадмий, свинец и мышьяк обладают

SILAB
Simply Intelligent



Атомно-абсорбционный спектрофотометр Atom 3000 марки SILab - модель с автоматической сменой и оптимизацией положения пламенного и электротермического атомизаторов, автодозаторами для пламени и печи.

сильно выраженными токсикологическими свойствами даже при самых низких концентрациях. Гигиенические требования к допустимому уровню содержания этих токсичных элементов предъявляются ко всем видам продовольственного сырья и пищевых продуктов.

В данной статье описаны методы пробоподготовки и анализа альгината натрия

методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Содержание элементов определяли с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра Atom 3000 марки SILab, оснащенного пламенным и электротермическим атомизаторами, а также приставкой для генерации гидридов Atom 3000.

Пробоподготовка

Пробоподготовка для анализа кальция осуществляется согласно статье Европейской фармакопеи Ph. Eur. 11.0, 0642 (01/2017).

Раствор аммиака R2: 14 г концентрированного раствора аммиака вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Навеску препарата 0.10 г растворяют в 50 мл раствора аммиака R2 и нагревают на водяной бане до растворения. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до 100 мл бидистиллированной водой (раствор А).

Для приготовления рабочего раствора пробы 3 мл раствора А вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Парал-

лельно с этим для каждой пробы готовятся по три раствора сравнения; для них к аликвоте раствора А добавляются 0.75, 1.0 и 1.5 мл стандартного раствора кальция концентрацией 100 мг/л. В качестве холостого раствора используется раствор раствора аммиака R2 в соотношении 1.5 объема раствора аммиака R2 к 98.5 объемам дистиллированной воды.

Пробоподготовка для анализа кадмия, свинца, мышьяка и ртути осуществляется согласно статье Фармакопеи Евразийского экономического союза 201040021-2019 2.1.4.21 Тяжелые металлы и мышьяк в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах.

Навеску препарата около 0.1 г вносят во фторопластовый сосуд системы микроволнового разложения.

Добавляют 3 мл воды, 3 мл HNO_3 и 2 мл H_2O_2 , выдерживают 20 минут сосуды открытыми, затем сосуды закрывают надлежащим образом и загружают в микроволновую систему разложения. Разложение осуществляется по программе, представленной в таблице.



После завершения программы разложения сосуды охлаждают и открывают, не допуская разбрызгивания раствора внутри. Этот раствор затем количественно переносят в мерную пробирку на 20 мл и доводят до метки бидистиллированной водой.

№п/п	1	2	3	4
Время нагрева, мин	15	10	10	10
Температура, °С	80	120	150	180
Время удерживания, мин	10	5	5	10

Таблица 1 – Температурная программа разложения проб альгината натрия в микроволновой системе разложения Anton Paar Multiwave Go

Условия анализа

Условия анализа приведены в **таблице 2**. Остальные параметры прибора настраиваются таким образом, чтобы достигалась максимальная чувствительность анализа.

Элемент	Ca	Hg	Cd	Pb	As
Длина волны, нм	422.67	253.70	228.80	283.31	193.70
Метод атомизации	Пламенный	Метод «холодного пара»	Электротермический		
Обработка сигнала	Среднее время		Высота пика		
Метод количественного анализа	Метод добавок	Метод градуировочного графика			
Рабочий ток ЛПК, мА	2.0	3.0	3.0	3.0	6.0
Коррекция фона	D2	Нет	D2	D2	D2
Ток лампы D2, мА	99.5	-	85.0	23.0	29.5
Ширина щели, нм	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2
Усиление на ФЭУ, В	248	184	296	250	420

Таблица 2 – Условия анализа

ПРОЦЕСС ИЗМЕРЕНИЯ

Анализ кальция

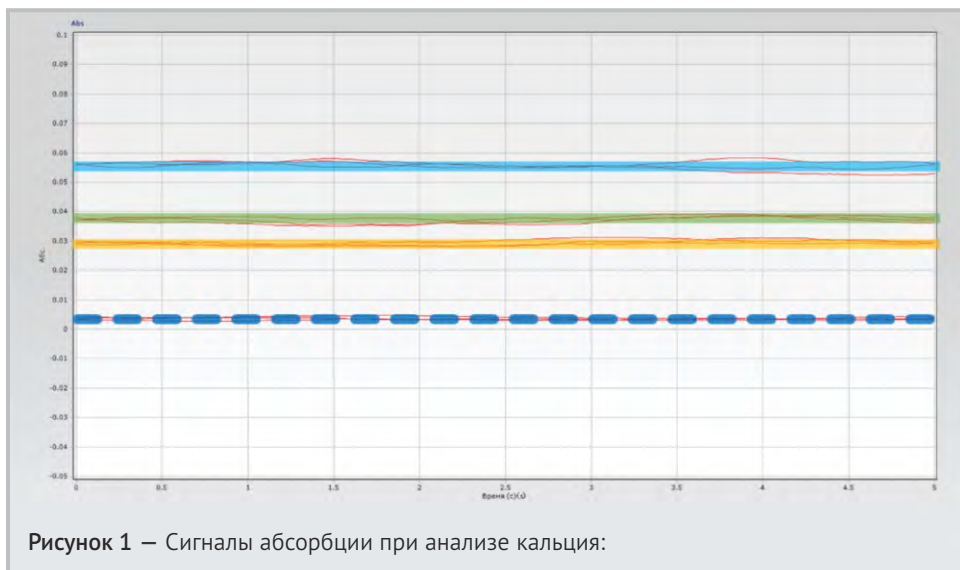


Рисунок 1 – Сигналы абсорбции при анализе кальция:

Рабочие растворы и соответствующие им растворы сравнения последовательно распыляются в пламя. Сигнал абсорбции регистрируется после его стабилизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и представляются в виде графиков (Рисунки 1-2).

- Ca – 1.50 мг/л
- Ca – 1.00 мг/л
- Ca – 0.75 мг/л
- Ca – 0.00 мг/л

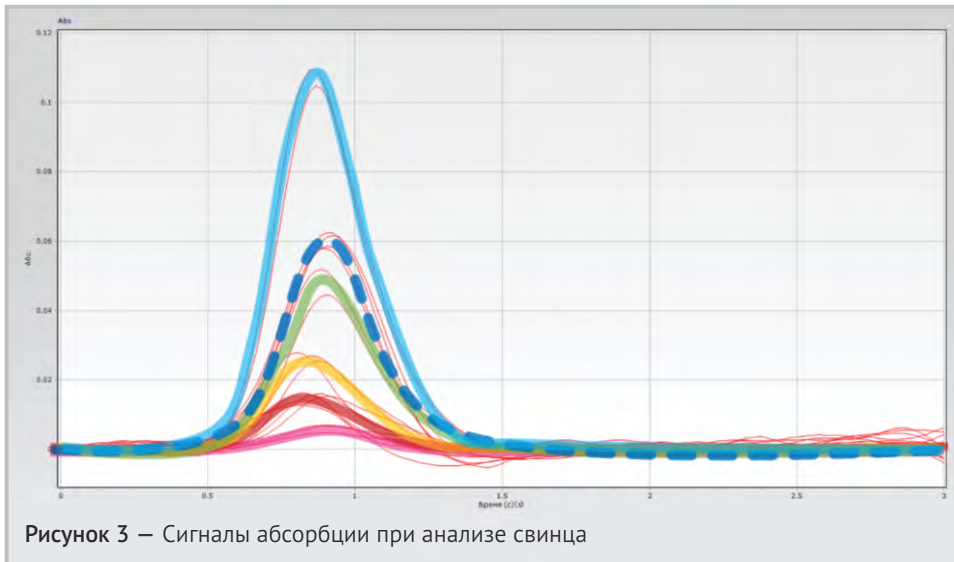


Рисунок 2 – Градуировочный график, построенный по методу добавок

Градуировочный график

Экстраполяция графика (по модулю). Точка пересечения с осью абсцисс показывает концентрацию кальция в пробе

Определение кадмия, свинца и мышьяка



Рабочие и градуировочные растворы последовательно дозируются в графитовую кювету при помощи автодозатора. Отдозированная капля затем высушивается, озоляется и атомизируется по температурной программе, индивидуальной для каждого элемента. Сигнал абсорбции регистрируется в форме пика в момент атомизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и представлены в виде графика (Рисунках 3-4). Примеры сигналов, получаемых при введении 20 мкл пробы и стандартных растворов (Рисунки 3 и 4).

Pb – 20.0 мкг/л

Pb – 10.0 мкг/л

Pb – 5.0 мкг/л

Pb – 2.0 мкг/л

Pb – 0.0 мкг/л

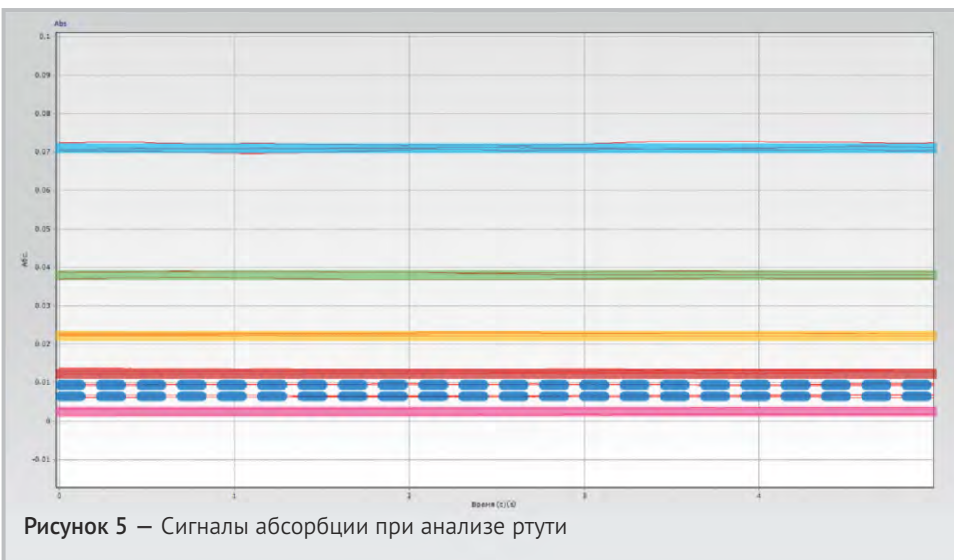
Натрия альгинат субстанция с. 22121902



Определение содержания ртути

Рабочие и градуировочные растворы при помощи приставки для генерации гидридов смешиваются с раствором боргидрида натрия 0.4% и раствором соляной кислоты в соотношении 3:2. При этом происходит реакция восстановления, и ртуть в виде свободных атомов выделяется из раствора.

На выходе из приставки жидкая часть пробы уходит в слив, а пары ртути доставляются по резиновому шлангу на оптический путь прибора. Сигнал абсорбции регистрируется после его стабилизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и предстают в виде графика (Рисунки 5 и 6).



Hg – 10.0 мкг/л

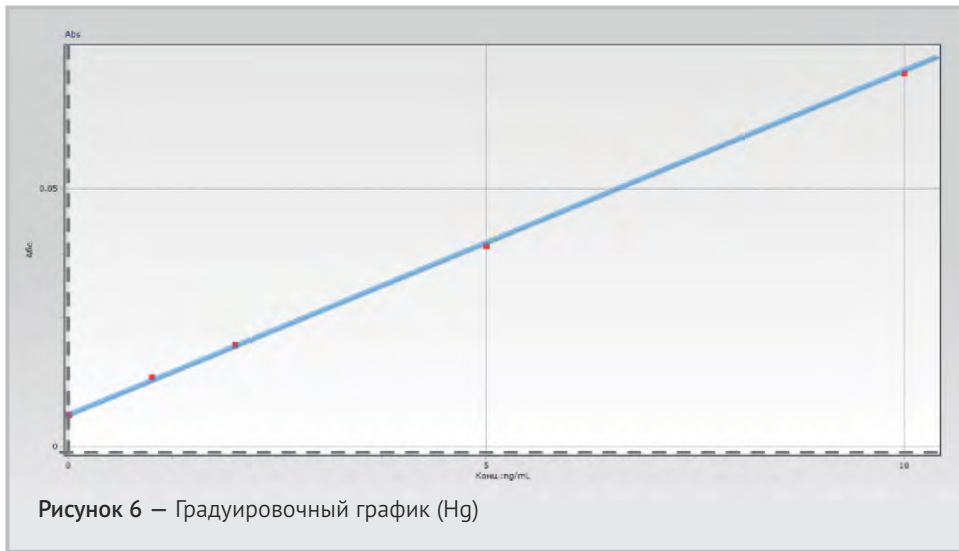
Hg – 5.0 мкг/л

Hg – 2.0 мкг/л

Hg – 1.0 мкг/л

Hg – 0.0 мкг/л

Натрия альгинат субстанция с. 22121902 (в параллелях)



Результаты измерений

В качестве пороговых значений были установлены:

- Содержание кальция в субстанции – не более 1.5%;
- Содержание свинца, кадмия, мышьяка и ртути – не более 10.0, 1.0, 1.5 и 1.0 ppm (мг/кг) соответственно.

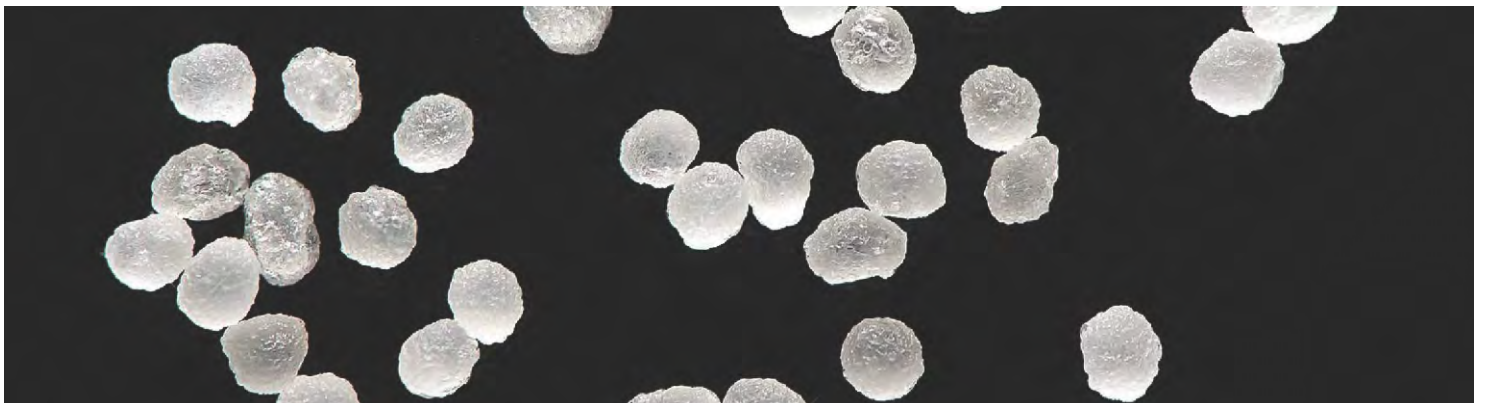
Подробные результаты измерений представлены в Таблице 3.

Показатель	Натрия альгинат субстанция с. 80112021	Натрия альгинат субстанция с. 22112628	Натрия альгинат субстанция с. 22121902	Натрия альгинат субстанция с. 22122222
Содержание Ca, %	0.350	0.420	0.390	0.330
Содержание Pb, ppm	0.360	0.710	1.770	2.190
Содержание Cd, ppm	0.022	0.022	0.020	0.024
Содержание As, ppm	0.064	0.471	0.115	0.339
Содержание Hg, ppm	0.831	0.329	0.099	0.225

Таблица 3 – Результаты измерений элементов

Заключение

Метод атомно-абсорбционной спектрофотометрии незаменим при проведении количественного элементного анализа. Атомно-абсорбционные спектрофотометры серии Atom 3000 марки SILLAB используются в лабораториях контроля качества как исходного сырья, так и готовой продукции, позволяют определять содержание элементов в широком диапазоне концентраций от десятков процентов до долей ppm. Возможность использования автодозатора позволяет не только автоматизировать процесс измерения и увеличить производительность анализа, но и повысить точность получаемых результатов.



ПРЯМОЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ПЛАЗМЫ КРОВИ И МОЧИ (БЕЗ РАЗЛОЖЕНИЯ)

методом ИСП-АЭС с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V фирмы EXPEC

Введение

Определение содержания макро- и микроэлементов в биологических образцах является актуальной задачей на протяжении долгого времени.

Качественные и количественные результаты элементного анализа биологических образцов дают возможность проводить диагностику общего состояния здоровья человека. При этом необходимо помнить, что нет каких-либо четких границ диапазона концентраций определяемых элементов в биологических образцах, так как каждый организм индивидуален.

В качестве образцов для анализа используют следующие биоматериалы: волосы, ногти, мочу, кровь, сыворотку, плазму и т.д.

Волосы и ногти могут накапливать элементы, что позволяет анализировать динамику содержания элементов за определенный период времени. Эти образцы удобны при отборе, транспортировке и хранении.

Биологические жидкости, такие как пробы мочи, крови (сыворотка и плазма), демонстрируют элементный состав на момент отбора. Содержание того или иного элемента может изменяться в широком

диапазоне в зависимости от постоянно происходящих биохимических процессов в организме, потребляемой пищи и т.д. Данные образцы имеют органическую матрицу и высокое содержание солей. Есть ряд требований и ограничений по транспортировке и хранению проб.

Сегодня для определения элементного состава биологических образцов используют следующие методы анализа: атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС), атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС), масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), рентгено-флуоресцентный анализ (РФА) и др. При необходимости проведения экспрессного многоэлементного анализа в широком диапазоне концентрация метод ИСП-АЭС является наиболее оптимальным.

Цель анализа:

одновременное определение содержания макро- и микроэлементов в образцах мочи и плазмы крови методом АЭС-ИСП.

Используемое оборудование:



1. Аналитические весы
ВЛА-225МА фирмы Госметр

ГОСМЕТР



2. Система очистки воды
GWB-1 фирмы Persee

PERSEE



3. Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой
EXPEC PlaAr AES V фирмы EXPEC

EXPEC
TECHNOLOGY

Пробоподготовка

Перед проведением измерений образцы плазмы крови и мочи разбавляли в 10 раз. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 см³ количественно отбирали 1,0 см³ плазмы крови/ мочи, добавляли 0,1 см³ HNO₃ конц, 0,10 см³ изопропанола и 0,1 см³ 10% раствора тритон X-100 (октоксинол 10), далее полученный раствор доводили до метки деионизованной водой и перемешивали.

Таким же образом готовили фоновый раствор, используемый при приготовлении стандартных растворов для построения градуировочной зависимости.



Подбор условий анализа

Измерения проводили на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAaG AES V.

Программное обеспечение PlAaG AES WS позволяет в автоматическом режиме подобрать оптимальные условия измерения для следующих параметров:

- скорость вращения насоса (pump speed of the analysis);
- мощность ВЧ-генератора (RF power);
- скорость потока газа носителя (nebulizer gas flow);
- скорость потока вспомогательного газа (auxiliary gas flow);
- скорость потока плазмообразующего газа (coolant gas flow).

Одним из основных параметров, который оказывает наибольшее влияние на интенсивность сигнала, является поток газа носителя. Для примера ниже приведен график зависимости интенсивности сигнала для цинка на длине волны $\lambda=213,856$ нм от скорости газа носителя (Рисунок 1).

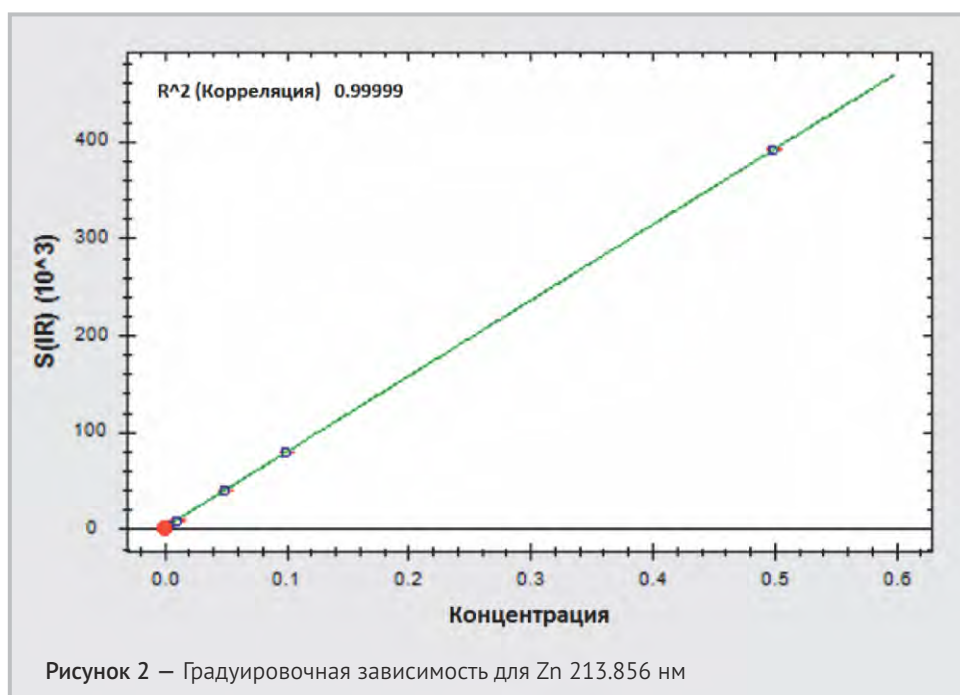


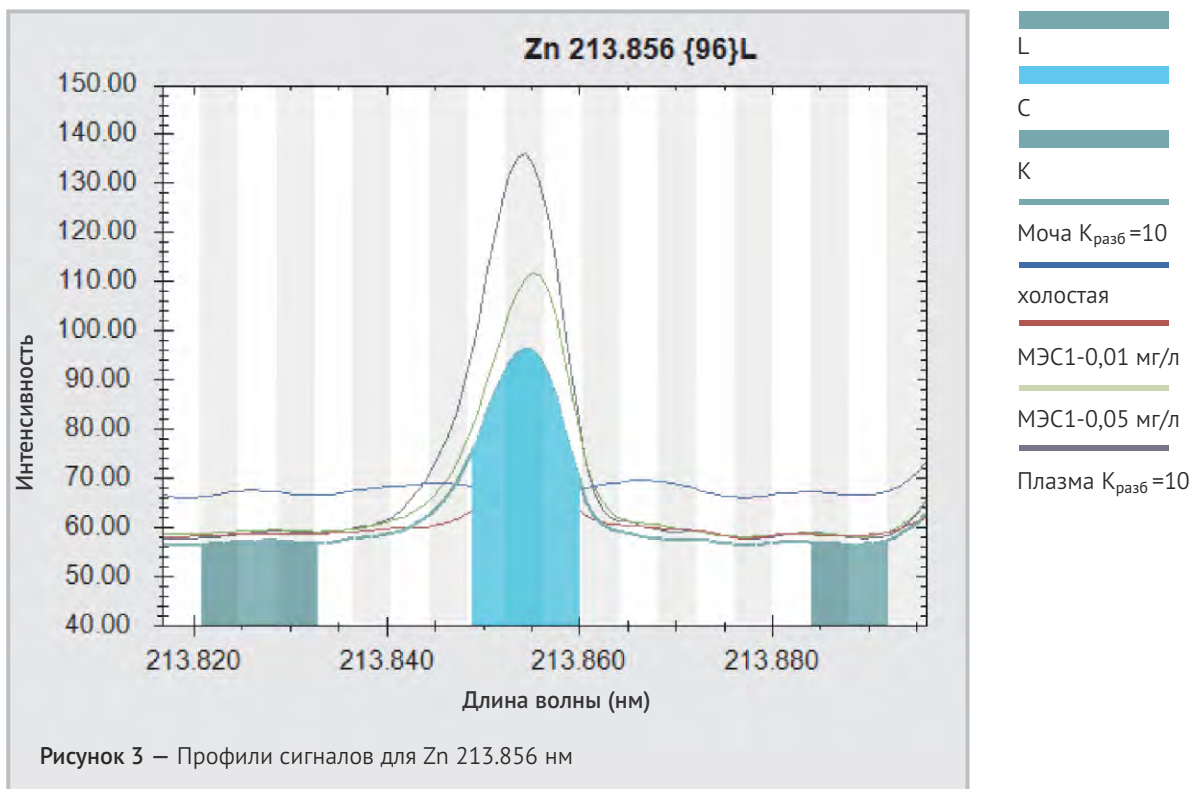
Из графика видно, что оптимальная скорость газа носителя 0,55 л/мин. При такой скорости достигается максимальная интенсивность и невысокое значение СКО. Подобным образом были подобраны все условия проведения измерений:

Параметр плазмы	Значение параметра	
Мощность ВЧ-генератора, Вт	1350	
Скорость потока газа, л/мин	Носитель	0,55
	Вспомогательный	1,30
	Плазмообразующий	12,0
Скорость вращения насоса для подачи пробы, об/мин	50	
Обзор плазмы	аксиальный	
Время экспозиции, сек	10	



На основе подобранных параметров был проведен анализ растворов градуировочных образцов и неизвестных проб. На Рисунках 2 и 3 приведены градуировочная зависимость для Zn и профили сигналов для Zn в измеренных образцов мочи и плазмы крови.





Результаты измерений

Определяемый элемент		Содержание определяемых элементов, мг/дм ³					Zn
		Ca	Cu	K	Na	Si	
Плазма крови	Результат измерения	98,4	1,6	163	2974	0,2	0,7
	Референсное значение	86,0-102,0	0,6-1,7	132,0-195,0	2900,0-3335,0	0,0-0,5	0,7-2,9
Моча	Результат измерения	37,0	0,018	1583	2421	14,4	0,4
	Референсное значение	5,0-379,0	0,002-0,080	375,0-6396,0	345,0-6923,0	0,002-0,006	0,6-1,2

Заключение

Были проанализированы образцы мочи и плазмы крови с предварительным разбавлением в 10 раз на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAr AES V. Полученные результаты коррелируют с данными из справочной литературы.

Данный метод идеально подходит для экспрессного многоэлементного анализа.

Конструкция спектрометра EXPEC PlAr AES V позволяет легко проводить прямой анализ проб со сложной матрицей (высокое содержание солей/органических веществ). Программное обеспечение PlAr AES WS позволит подобрать оптимальные параметры анализа даже операторам без опыта работы с методом АЭС-ИСП.



labconcept.ru



Санкт-Петербург

В.О., 26-я линия, д. 15, корп. 2,
литера А, офис 9.02



+7 (812) 327-37-00 Санкт-Петербург

+7 (495) 136-21-74 - Москва

+7 (831) 228-80-02 - Нижний Новгород

+7 (347) 246-23-97 - Уфа

+7 (843) 205-48-85 - Казань

+7 (423) 230-22-23 - Владивосток



lc@labconcept.ru