

ЛАВ

ЖУРНАЛ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЗОКРАСИТЕЛЕЙ В БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКАХ
методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62



2 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКОТОКСИНОВ В АРАХИСЕ
методом тандемной жидкостной хромато-масс-спектрометрии с помощью EXPEC L-Chrom MS



5 стр.

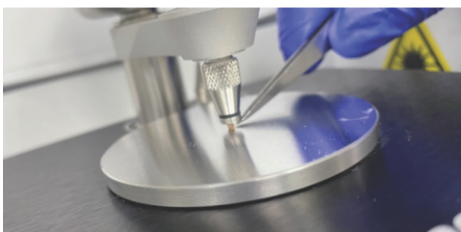
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В ВОДОПРОВОДНОЙ ВОДЕ

методом ионообменной хроматографии с помощью одноканального ионного хроматографа модификации L-Ion 15

8 стр.

АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА КОНКРЕМЕНТОВ

методом ИК-Фурье спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения (FTIR-ATR) с помощью i-Red 7800u-L марки SIlab



10 стр.



ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПЛЕНКАХ ДЛЯ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

методом газовой хроматографии с помощью газового хроматографа PANNA GC-1949 с парофазным автосамплером HS-25



12 стр.



LABCONCEPT.RU

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В БИСОПРОЛОЛА ФУМАРАТЕ

с использованием кулонометрического титратора по Карлу Фишеру CKF марки SIlab

15 стр.

ГРУППА КОМПАНИЙ «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 LabЖурнала.



Компания Лабконцепт — официальный дистрибьютор ведущих мировых и российских производителей аналитического, испытательного, общелабораторного оборудования, мебели и расходных материалов, 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 ни занимались, от подбора оборудования и подготовки коммерческого предложения до процесса пуска-наладки и постановки методик на приборах в интересах заказчика, наша компания осуществляет профессионально и ответственно, так же как и свои внутренние исследовательские и производственные процессы.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЗОКРАСИТЕЛЕЙ В БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКАХ

методом ВЭЖХ с помощью жидкостного хроматографа LicArt 62

Введение

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии активно применяется для контроля качества пищевых продуктов и сырья. Современные жидкостные хроматографы являются гибкими и чувствительными аналитическими инструментами и при этом сочетают в себе относительную простоту в обслуживании с высокотехнологичными решениями, обеспечивающими длительную и надежную работу. Именно таким прибором с уверенностью можно назвать жидкостный хроматограф собственной сборки компании «Лабконцепт» – LicArt 62.

LicArt 62 – модульные хроматографы с широким выбором детекторов и других блоков оснащаются программным обеспечением LicArt WSV/WS на русском языке и

могут быть сконфигурированы для проведения любых анализов, регламентированных при контроле качества пищевых продуктов.

Одной из актуальных задач является контроль содержания красителей в различных продуктах. Синтетические красители в продуктах питания применяются для усиления окраски продуктов, создания широкого ассортимента цветов продукции, например, конфет, напитков или мармелада. В отличие от натуральных, искусственные красители не имеют запаха, вкуса, имеют относительно низкую стоимость. Однако регулярное употребление в пищу продуктов, содержащих азокрасители, может приводить к целому ряду осложнений: появлению аллергических реакций, анемии, гематурии, заболеваниям почек, печени.



Цель анализа

Определение суммарного содержания синтетических красителей в безалкогольных напитках.

Нормативы разрешенного содержания красителей регламентируются в документах:

- СанПиН 2.3.2.1293-03,
- СанПиН 2.3.2.2364-08,
- ГОСТ Р 52470-2006,
- ГОСТ 10-239-02 и др.

Допустимое суммарное содержание синтетических красителей в безалкогольных напитках – не более 100 мг/кг.

Проведение анализа

Синтетические красители

- E110 Желтый «Солнечный закат»,
 - E124 Понсо 4R,
 - E129 Красный очаровательный,
 - E122 Кармуазин (азорубин),
 - E131 Патентованный синий V
- определяли в безалкогольных напитках.

- Анализ проводили в режиме градиентного элюирования с разделением методом ион-парной обращенно-фазовой хроматографии на колонке Dikma Spursil C18 (длина 250 мм, диаметр 4,6 мм; размер частиц 5 мкм).



Оборудование

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

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

Обработка полученных данных производилась с помощью программного обеспечения LicArt WSV.

Подготовка пробы

Пробу напитка разбавляли в 2-4 раза и фильтровали через фильтр с мембраной из регенерированной целлюлозы с размером пор 0,45 мкм.

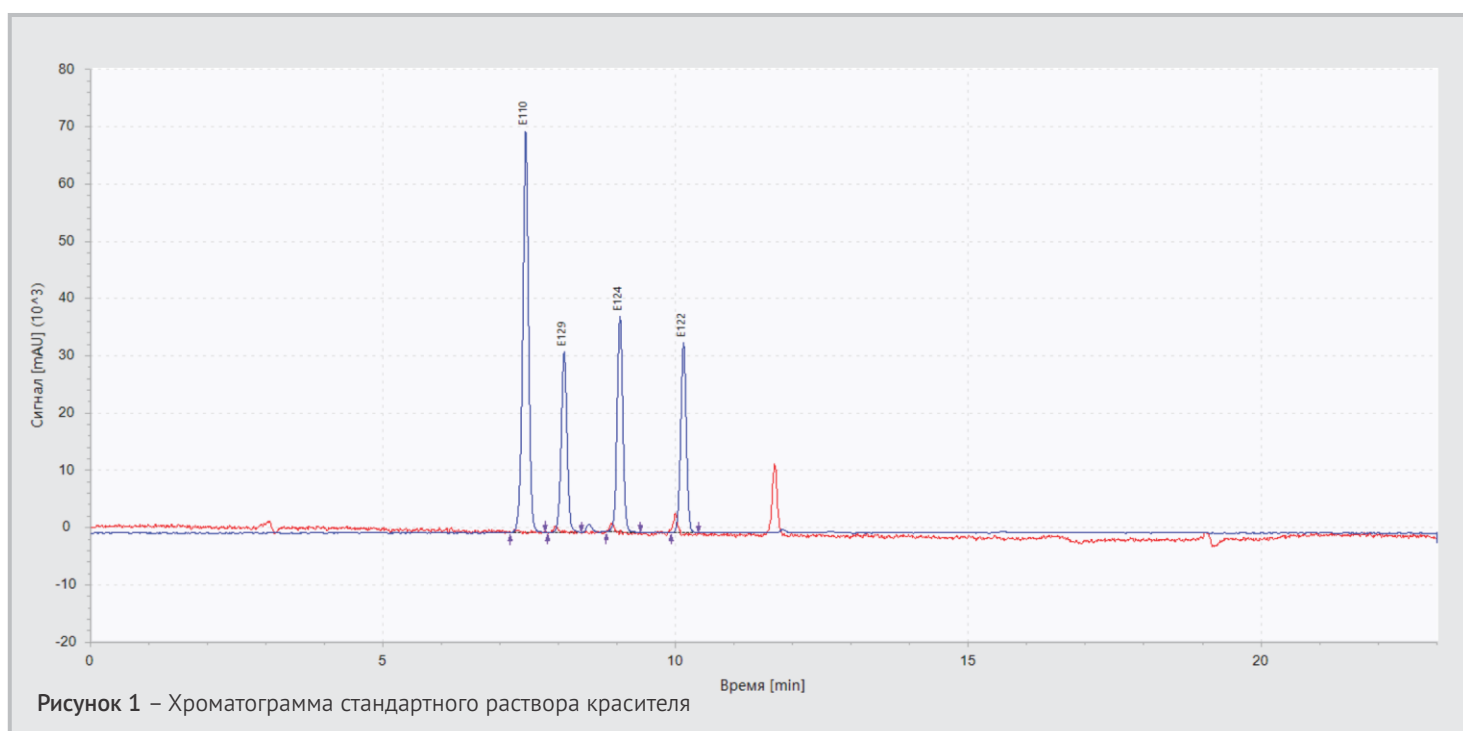


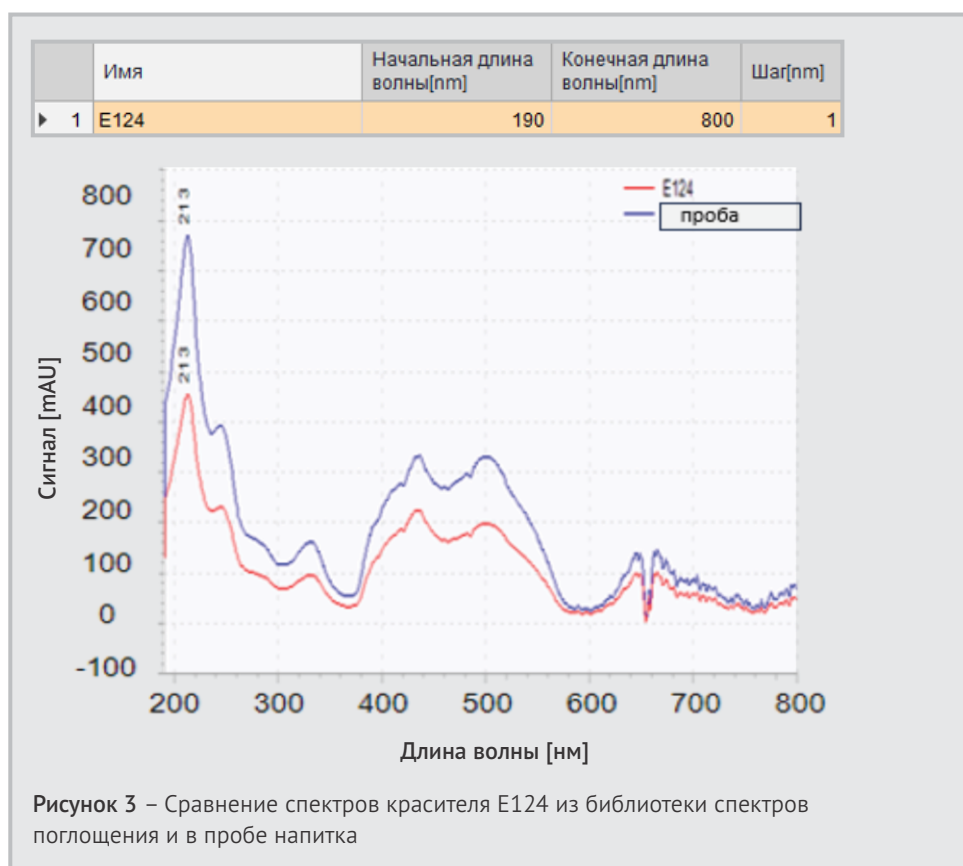
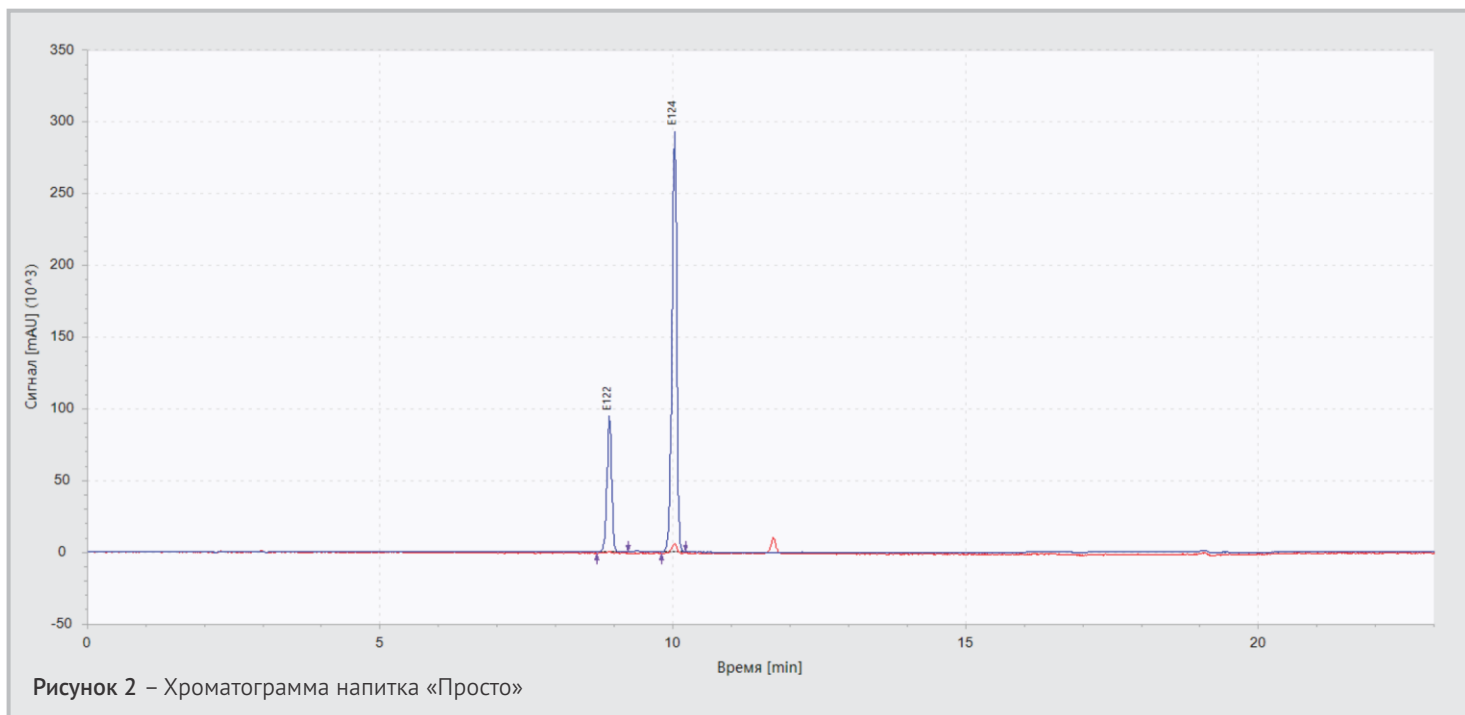
Хроматографические условия

Температура термостата колонки, °С	40		
Режим элюирования	Градиентный		
Компонент А	0,01 М NaH ₂ PO ₄ + 0,001 М тетрабутиламмония гидроксид, 4,3-4,4 йод. рН		
Компонент В	Ацетонитрил		
Скорость потока элюента, мл/мин	1,0		
Продолжительность регистрации хроматограммы, мин	23		
Градиентная программа	Время, мин	Объемная доля компонента, %	
		А	В
	0,01	70	30
	12,5	50	50
	14	20	80
	16	20	80
	17	70	30
23	70	30	
Объем инъекции, мкл	20		
Длина волны детектирования, нм	500 и 640 нм		



Анализ проводился с внешней калибровкой по пяти концентрациям.





Результаты

В результате анализа было определено содержание азокрасителя

- E124 – 7,4 мг/л;
- E122 – 18,2 мг/л.

Другие красители не обнаружены.

Заключение

Высокоэффективный жидкостной хроматограф LicArt 62, оснащенный диодно-матричным детектором, может с успехом применяться для исследования образцов пищевой продукции на содержание различных примесей и добавок. Благодаря функции сканирования спектра, диодно-матричный детектор позволяет проводить идентификацию компонентов не только по временам удерживания, но и по спектрам поглощения в УФ- и видимой областях спектра.

В сочетании с возможностью создания пользовательских библиотек спектров поглощения в программном обеспечении LicArt WSV/WS, это позволяет использовать LicArt 62 для эффективного качественного и количественного анализа даже при наличии в пробе неизвестных компонентов.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКОТОКСИНОВ В АРАХИСЕ

методом тандемной жидкостной хромато-масс-спектрометрии с помощью EXPEC L-Chrom MS

Введение

Микотоксины являются продуктами жизнедеятельности некоторых видов плесневых грибов, встречающихся в продуктах питания. Эти соединения чрезвычайно опасны для здоровья человека, поэтому очень важно контролировать их содержание. Сложность выявления микотоксинов хроматографическими методами связана с широким разнообразием их химической природы и свойств, а также с присутствием большого количества непредсказуемых примесей в продуктах.

Метод тандемной хромато-масс-спектрометрии дает возможность селективного высокочувствительного определе-

ния большого количества соединений одновременно. Одним из преимуществ данного метода является возможность «выбирать» целевые ионы с помощью системы квадруполей, что позволяет сократить количество этапов очистки образцов от примесей в процессе пробоподготовки.

Определение микотоксинов в арахисе проводили на жидкостном хромато-масс-спектрометре EXPEC L-Chrom MS в соответствии с ГОСТ 34140-2017. В ходе анализа определяли следующие соединения:

- афлатоксин В1,
- афлатоксин В2,
- афлатоксин G1,
- афлатоксин G2,
- Т-2,
- НТ-2.

Подготовка пробы к анализу

- Пробу измельченного гомогенизированного арахиса массой 5 г заливают 25 см³ смеси ацетонитрила, воды и уксусной кислоты, перемешивают в течение 60 мин.
- Полученный экстракт центрифугируют.
- 500 мм³ экстракта смешивают с 500 мм³ раствора, используемого в качестве подвижной фазы А при хроматографическом анализе, центрифугируют при 4 °С и дозируют в хроматограф.

Хроматографические условия

Хроматографическая колонка	Spursil C18 100 x 3 мм; 3 мкм (Dikma)	
Температура термостата колонки, °С	45	
Режим элюирования	Градиентный	
Компонент А	890 см ³ воды, 100 см ³ метанола, 10 см ³ уксусной кислоты и 0,2 г ацетата аммония	
Компонент В	970 см ³ метанола, добавляют 20 см ³ деионизированной воды, 10 см ³ уксусной кислоты и 0,2 г ацетата аммония	
Скорость потока элюента, мл/мин	0,6	
Объем инъекции, мкл	35	
Параметры масс-спектрометрического детектора:		
Режим ионизации:	Электроспрей, ESI (+)	
Параметры МРМ-переходов		
Микотоксин	Ион-предшественник, m/z	Ион-продукт 1 / он-продукт 2, m/z
Афлатоксин В1	313	128/241
Афлатоксин В2	315	259/287
Афлатоксин G1	329	243/200
Афлатоксин G2	331	245/189
НТ-2 токсин	442	263/105
Т-2 токсин	484	215/185

EXPEC
TECHNOLOGY



Оборудование

Жидкостный хромато-масс-спектрометр с тройным квадруполем EXPEC L-Chrom MS, оснащенный УВЭЖХ системой с максимальным рабочим давлением 130 МПа. УВЭЖХ система состоит из следующих блоков:

- бинарный насос (с градиентом на стороне высокого давления);
- автодозатор с функцией охлаждения образцов;
- термостат колонок;
- кран переключения потока в масс-детектор или на сброс.

Обработка полученных данных производилась с помощью программного обеспечения MassExpert.

Количественное определение микотоксинов данным методом из-за возможных помех необходимо проводить при помощи градуировки на чистой матрице. Для построения градуировочных зависимостей использовали «чистую матрицу» - арахис, не содержащий определяемых микотоксинов. Получали экстракт, в который вносили известное количество микотоксинов. На **Рисунке 1** приведена градуировочная зависимость для афлатоксина В1.



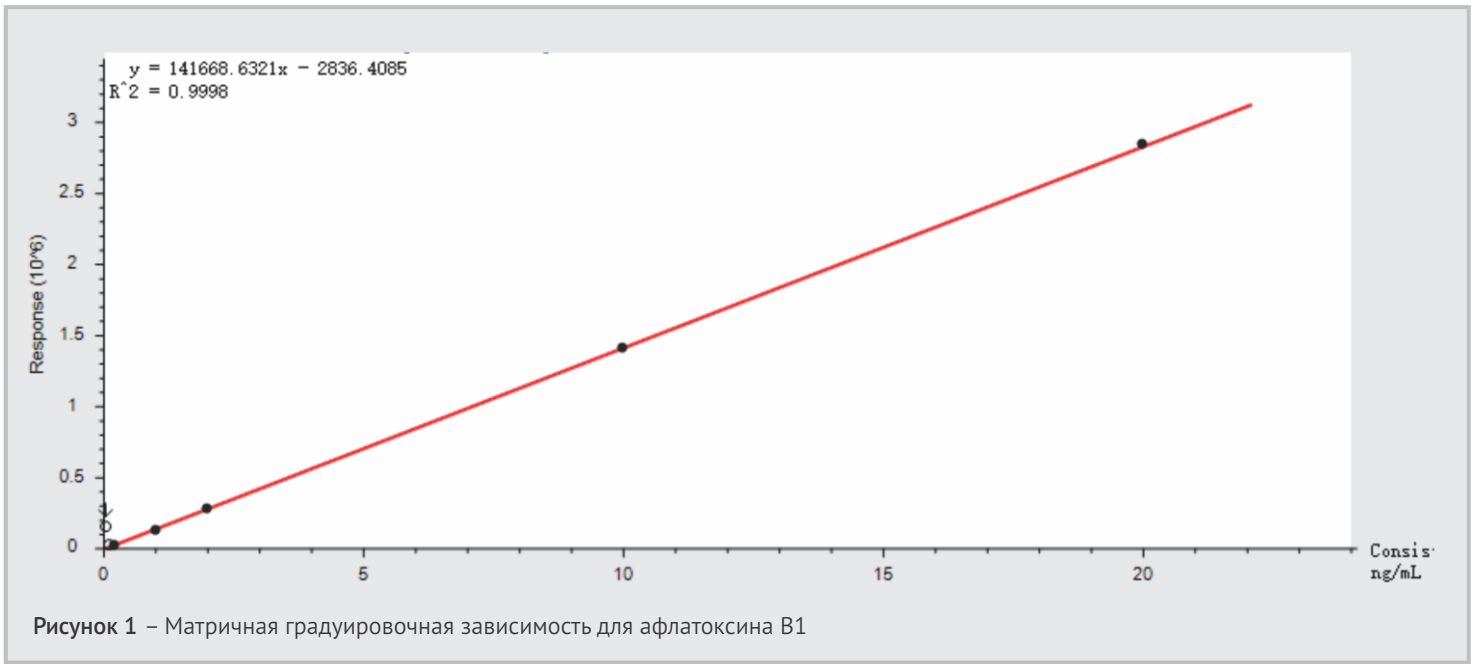


Рисунок 1 – Матричная градуировочная зависимость для афлатоксина В1

Пример хроматограмм матричного градуировочного раствора с концентрацией афлатоксинов 1 нг/мл и 10 нг/мл для НТ-2 и Т-2 в режиме MRM приведен на Рисуноке 2 и Рисунке 3.

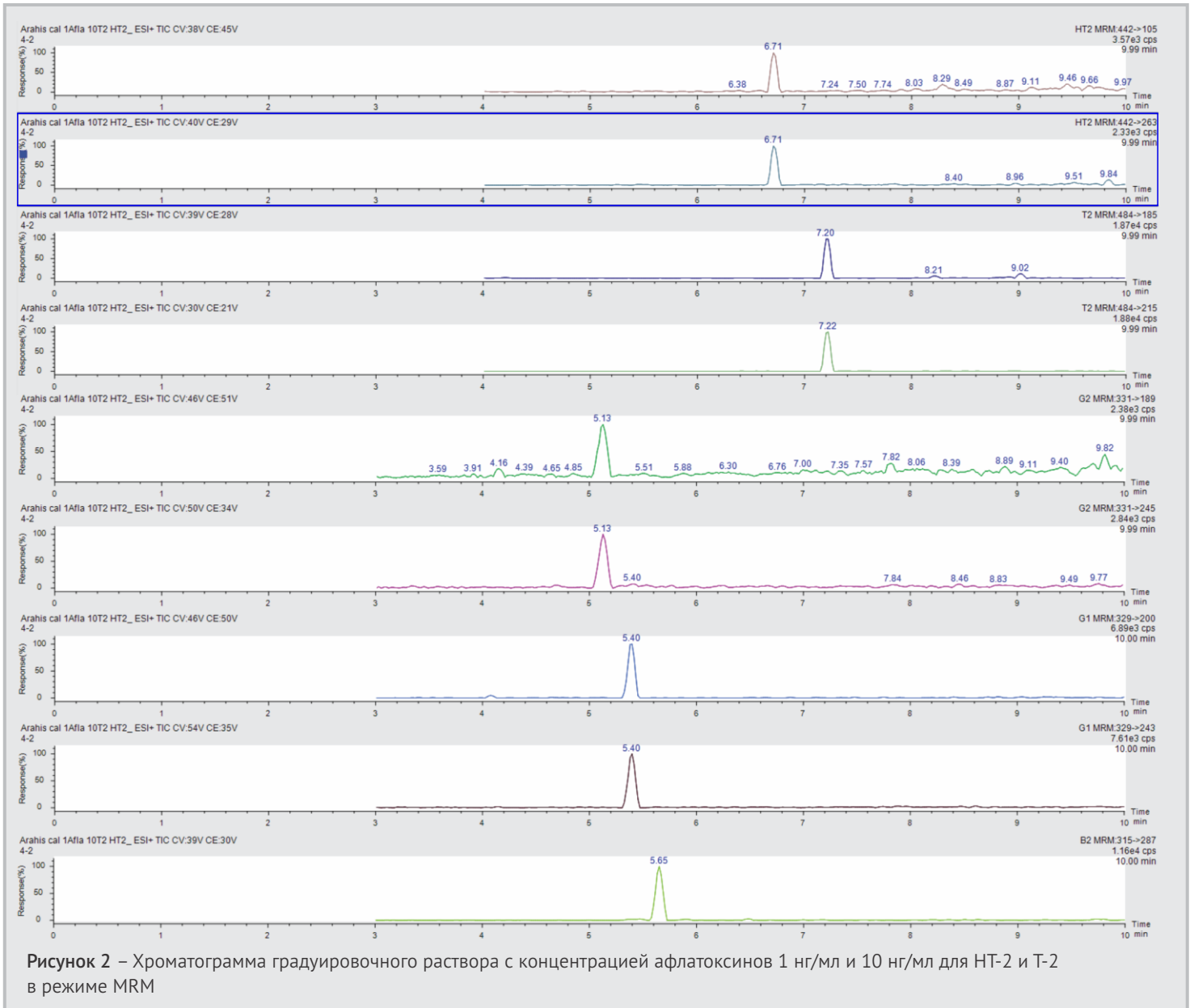


Рисунок 2 – Хроматограмма градуировочного раствора с концентрацией афлатоксинов 1 нг/мл и 10 нг/мл для НТ-2 и Т-2 в режиме MRM

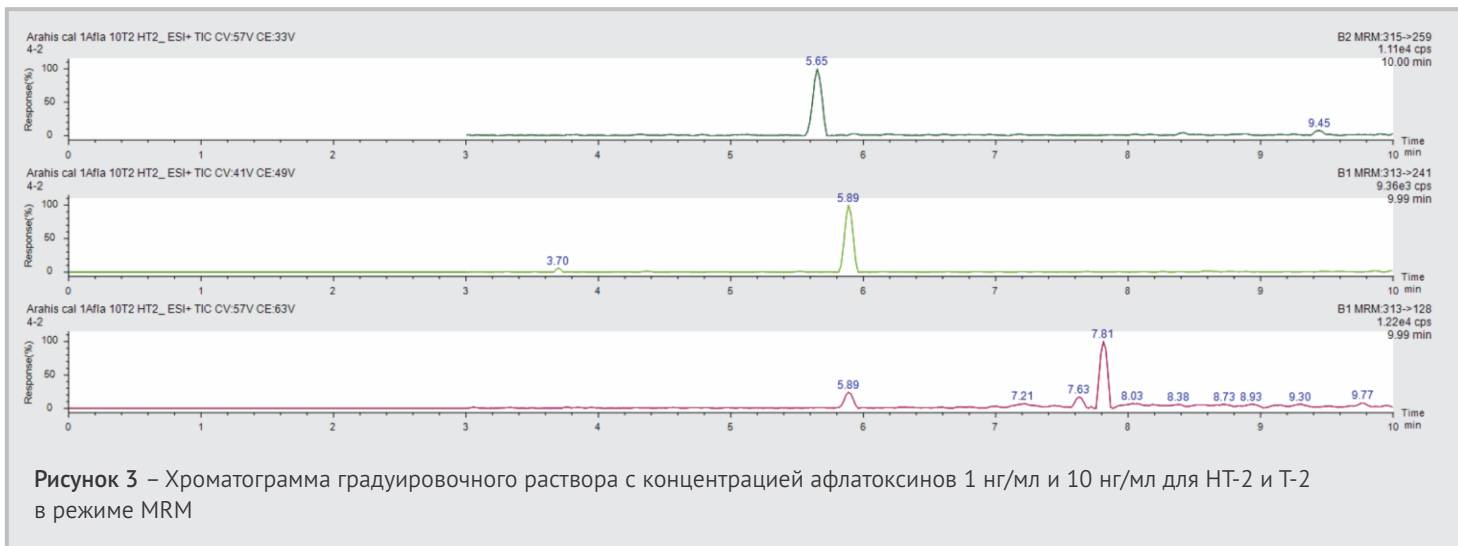


Рисунок 3 – Хроматограмма градуировочного раствора с концентрацией афлатоксинов 1 нг/мл и 10 нг/мл для HT-2 и T-2 в режиме MRM

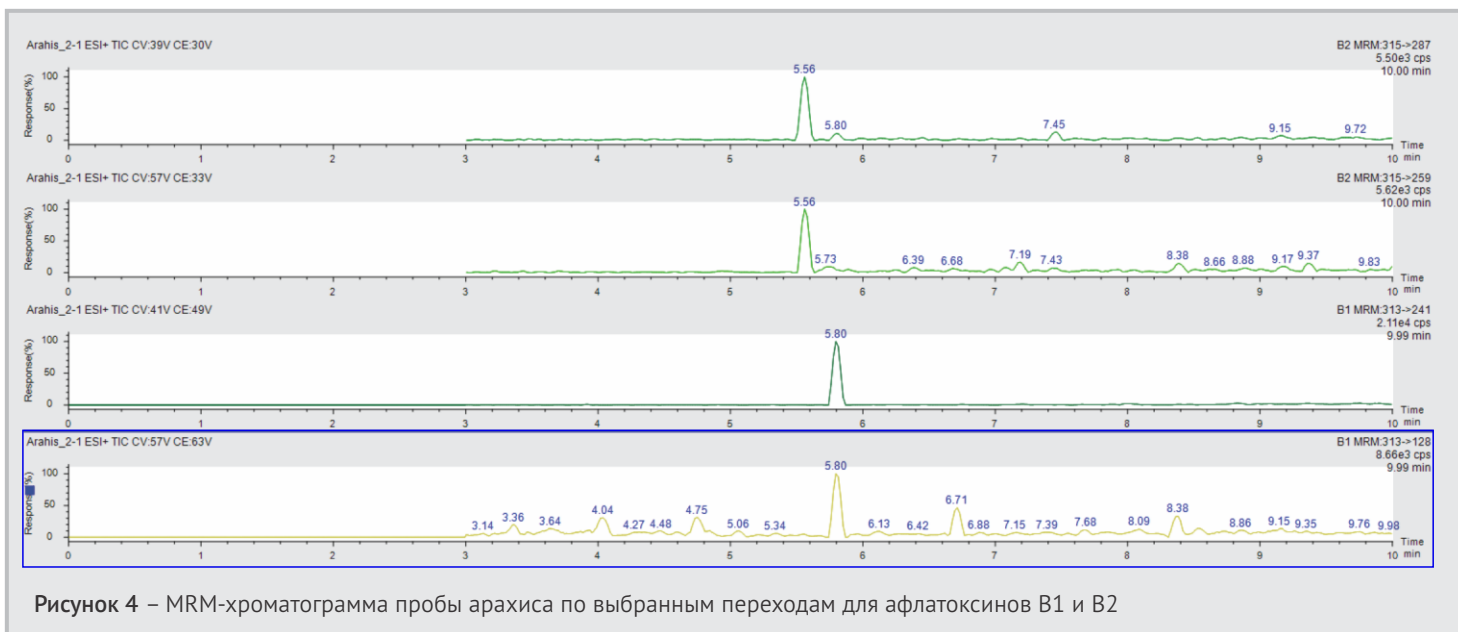


Рисунок 4 – MRM-хроматограмма пробы арахиса по выбранным переходам для афлатоксинов B1 и B2

Результаты

Проведены оптимизация и подбор условий для определения каждого из исследуемых микотоксинов.

В результате испытаний были определены массовые доли афлатоксинов:

- B1 - 7 мкг/кг,
- B2 - 3 мкг/кг.

Остальные микотоксины в пробе не обнаружены.

Заключение

Проведенный эксперимент на примере определения микотоксинов доказал, что жидкостный хромато-масс-спектрометр EXPEC L-Chrom MS может быть использован для реализации анализов в области контроля качества пищевых продуктов в соответствии с существующими в нашей стране нормативными документами. На EXPEC L-Chrom MS используется технология адаптивной регулировки двойного высокочастотного источника питания с обратной связью, обеспечивающая высокостабильную и симметричную подачу напряжения на пары стержней квадрупольного масс-фильтра, благодаря чему улучшается селективность анализа. Высокие показатели чувствительности прибора позволяют обнаруживать низкие концентрации микотоксинов там, где другие приборы и инструментальные методы их не видят. Технология быстрой и эффективной доставки ионов в масс-анализатор (без потерь), примененная в масс-спектрометре EXPEC L-Chrom MS, а также быстрое удаление ионов из соударительной ячейки обеспечивают высокую чувствительность анализа и отсутствие «эффекта памяти», что гарантирует воспроизводимые результаты анализа даже при вводе «грязных» проб.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В ВОДОПРОВОДНОЙ ВОДЕ

методом ионообменной хроматографии с помощью одноканального ионного хроматографа модификации L-Ion 15

Введение

Качество потребляемой воды имеет большое влияние на здоровье человека. Так, повышенное содержание солей негативно влияет на состояние всего организма:

- избыток хлоридов приводит к снижению диуреза и их перераспределению в органах и тканях;
- превышение содержания сульфатов приводит к нарушению работы пищеварительной системы (сульфаты обладают ослабляющим эффектом);
- регулярное использование воды с повышенным содержанием нитратов приводит к заболеваниям крови и сердечно-сосудистой системы;
- наибольший вред здоровью наносит присутствие таких ионов как нитриты, фториды, бромиды и фосфаты.



Для оценки содержания солей в воде (питьевой, водопроводной, сточной) чаще всего применяются ионные хроматографы, позволяющие определять целевые ионы в пробе за один анализ. Понимая актуальность подобных задач, компания Лабконцепт предлагает серию ионных хроматографов L-Ion, выпускаемых под маркой SIlab.

В серии L-Ion представлено 12 моделей современных моноблочных ионных хроматографов, разработанных с применением передовых мировых технологий в области ионной хроматографии. Доступны как одноканальные приборы для рутинных одиночных анализов, так и высокопроизводительные двухканальные системы с возможностью одновременной работы на двух аналитических каналах.

Хроматографы в стандартном исполнении укомплектованы кондуктометрическими детекторами и саморегенерирующимися супрессорами мембранного типа (как для определения анионов, так и для определения катионов), не требующими использования регенерирующих растворов и позволяющими полностью автоматизировать процесс, а также добиться оптимального соотношения S/N. Для работы супрессора необходима только деионизованная вода. Супрессоры совместимы со всеми типами используемых элюентов: карбонатными, гидроксильными, боратными, системами на основе метансульфоновой и серной кислот, азотной кислоты и работают во всем диапазоне pH. Кроме того, благодаря их малому мертвому объему, отсутствует уширение хроматографических пиков.

Хроматографические условия

Температура термостата колонки, °C	35
Режим элюирования	Изократический
Подвижная фаза	Раствор 8 ммоль/л NaHCO ₃ + 3 ммоль/л Na ₂ CO ₃ в деионизованной воде
Скорость потока элюента, мл/мин	1,0
Продолжительность регистрации хроматограммы, мин	15
Объем вводимой дозы, мкл	25
Значение тока супрессора, мА	75
Температура кондуктометрической ячейки, °C	35



Оборудование

Анализ проводили с помощью одноканального ионного хроматографа модификации L-Ion 15, укомплектованного кондуктометрическим детектором.

Обработка результатов проводилась в программном обеспечении ShineLab.

Цель анализа

Измерение массовых концентраций анионов (фторид, хлорид, нитрит, фосфат, бромид, нитрат) в водопроводной воде. Допустимое содержание анионов в воде регламентируется следующими НД:

- СанПиН 2.1.4.1074-01;
- ГН 2.1.5.1315-03;
- ГН 2.1.5.2280-07;
- ГН 2.1.5.2307-07;
- СП 2.1.5.1059.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воде для хлоридов – 350 мг/л, сульфатов – 500 мг/л, нитратов – 45 мг/л, нитритов – 3,3 мг/л; фосфатов – 3,5 мг/л.

Проведение анализа

Метод основан на разделении анионов на ионообменной колонке и их регистрации с помощью кондуктометрического детектора. Для повышения чувствительности детектора в систему был включен супрессор, который позволяет удалить катионы натрия из подвижной фазы, тем самым снижая её фоновую электропроводность.

Перед анализом пробы фильтровали через нейлоновый фильтр с размером пор 0,45 мкм.

Анализ проводили в изократическом режиме на ионообменной колонке SH-AC-18 Shine, (длина 250 мм, диаметр 4,6 мм).

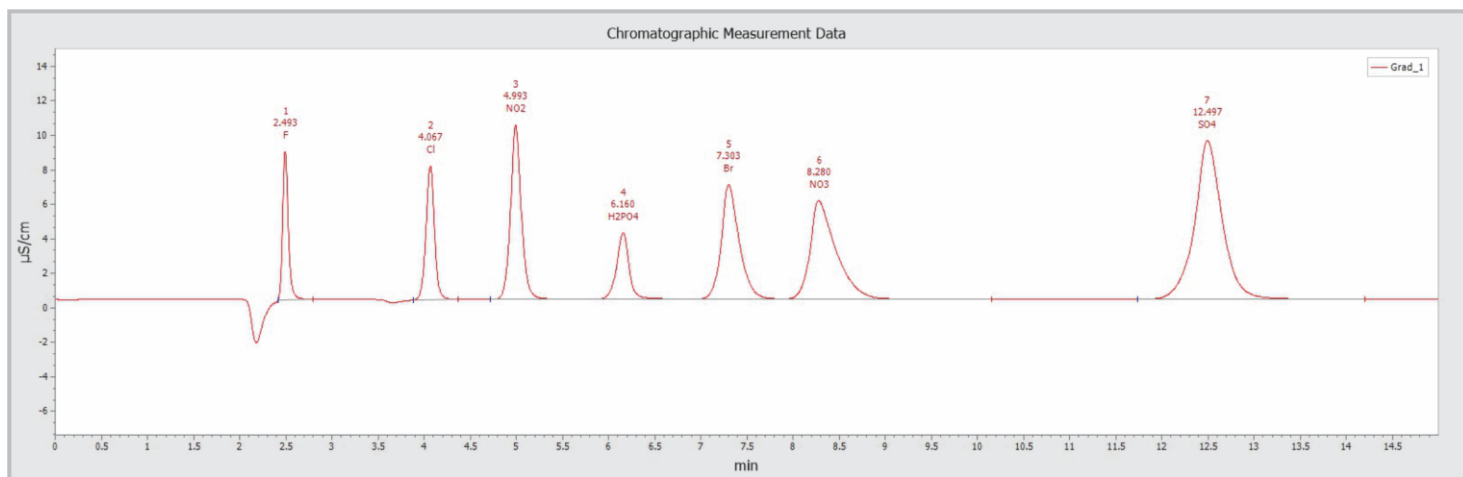


Рисунок 1 – Хроматограмма градуировочного раствора анионов с концентрацией фторид-иона - 2 мг/л; хлорид-иона – 4 мг/л; нитрит-иона – 10 мг/л; фосфат-иона – 20 мг/л; бромид-иона – 16 мг/мл; нитрат-иона – 16 мг/л; сульфат-иона – 20 мг/л.

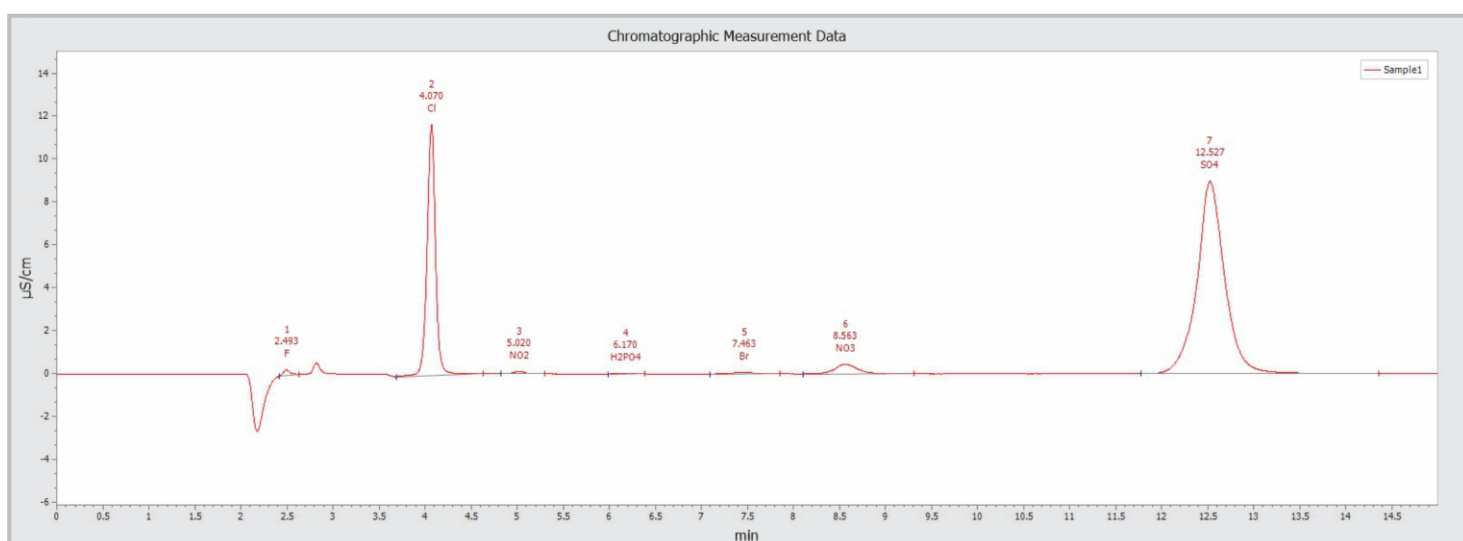


Рисунок 2 – Хроматограмма образца водопроводной воды

Результаты

Были получены следующие массовые концентрации анионов:

- Фторид – 0,1 мг/л;
- Хлорид – 6,1 мг/л;
- Нитрит – 0,2 мг/л;
- Фосфат – 0,35 мг/л;
- Бромид – 0,31 мг/л;
- Нитрат – 1,2 мг/л;
- Сульфат – 19,9 мг/л.

Содержание анионов в проанализированной воде не превышает допустимые нормы ПДК.

Заключение

Ионные хроматографы L-Ion могут уверенно применяться для решения разноплановых аналитических задач. Приборы подходят и для небольших серий, и для длительной бесперебойной работы с большим объемом образцов. Кондуктометрические детекторы имеют очень широкий рабочий диапазон, что позволяет в рамках одного анализа определять целевые ионы с разницей концентраций до четырех порядков.

Любой прибор серии L-Ion может быть при необходимости оснащен автосамплером, камерой постколоночной УФ-derivатизации, амперометрическим или УФ-детектором. Дополнительно хроматографы могут быть доукомплектованы блоком генерации элюента, позволяющим оператору работать в рамках концепции безреагентной ионной хроматографии.

Отдельно следует отметить значимость расходных материалов для ионной хроматографии, таких как колонки для определения анионов и катионов, супрессоры, фильтрующие насадки с мембранами из различных материалов.

Все расходные материалы совместимые с ионными хроматографами известных мировых производителей (Dionex, Shimadzu, Waters, Metrohm) доступны к заказу в нашей компании.

АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА КОНКРЕМЕНТОВ

методом ИК-Фурье спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения (FTIR-ATR) с помощью i-Red 7800u-L марки SILab

Введение

Мочекаменная болезнь (уролитиаз, МКБ) – распространенное заболевание, которое характеризуется формированием конкрементов в органах мочевыделительной системы (лоханках почек, мочевом пузыре, мочеточнике). Как правило, образование конкрементов является конечным результатом нарушения баланса факторов, способствующих обогащению мочи такими веществами как кальция оксалат, кальция фосфат, ураты, цистин и т.д., приводящему к агрегации камней, и факторов, его тормозящих. Мочекаменная болезнь, помимо почечной колики, может вызывать развитие и более серьезного осложнения – обструктивного пиелонефрита.

Идентификация химического состава конкрементов необходима для получения информации об этиологических факторах, которые считаются ответственными за возникновение МКБ, а также позволяет

подобрать правильную тактику лечения в соответствии с клиническими рекомендациями Европейского общества урологов (European Association of Urology, 2017), Российскими клиническими рекомендациями по урологии (Москва, 2013), и клиническими рекомендациями по мочекаменной болезни Российского общества урологов (2019), что является необходимым этапом метафилактики мочекаменной болезни. Все извлекаемые конкременты подлежат анализу для определения их химического состава. Кроме того, если у пациента наблюдается рецидивное образование конкрементов, необходимо повторить анализ состава каждого нового камня, поскольку достаточно часто встречается изменение состава конкремента при рецидиве. В настоящее время для получения достоверной информации о химическом составе конкрементов все чаще обращаются к методу ИК-Фурье-спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения (FTIR-ATR).

SILAB
Simply Intelligent



Оборудование

Регистрация инфракрасных спектров поглощения конкрементов проводилась с использованием ИК-Фурье спектрометра i-Red 7800u-L марки SILab в комплекте с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения Quest (Сресас) с кристаллом из синтетического алмаза при следующих параметрах:

- Разрешение: 4 см⁻¹;
- Число сканов: 20;

Классификация конкрементов

Согласно современной классификации мочевые камни можно разделить по химическому составу (см. Таблицу 1).

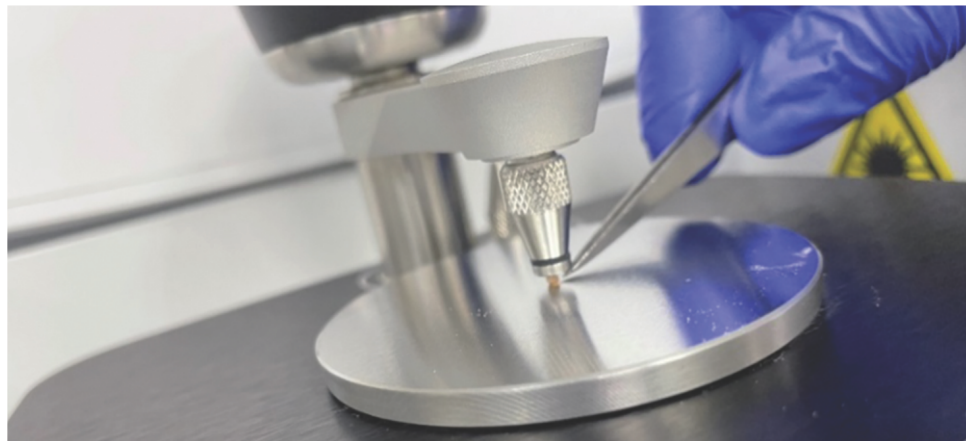
Типы	Наименование		Химическая формула
	минералогическое	химическое	
Оксалатные	Вевеллит	Оксалат кальция моногидрат	CaC ₂ O ₄ ·H ₂ O
	Ведделлит	Оксалат кальция дигидрат	CaC ₂ O ₄ ·2H ₂ O
Фосфатные	Гидроксиапатит	Гидроксофосфат кальция	Ca ₅ (PO ₄) ₃ OH
	Карбонатапатит	Карбонат-фосфат кальция	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (CO ₃) _{0,5}
	Октокальций фосфат	Фосфат кальция-водорода	Ca ₈ H(PO ₄) ₃
	Фосфат кальция	Фосфат кальция	Ca ₃ (PO ₄) ₂
	Брушит	Гидрогенфосфат кальция дигидрат	CaHPO ₄ ·2H ₂ O
	Струвит	Фосфат магния и аммония гексагидрат	MgNH ₄ PO ₄ ·6H ₂ O
	Ньюберит	Гидрогенфосфат магния тригидрат	MgHPO ₄ ·3H ₂ O
Уратные	Мочевая кислота дигидрат	Мочевая кислота дигидрат	C ₅ H ₄ O ₃ N ₄ ·2H ₂ O
	Урицит	Мочевая кислотабезводная	C ₅ H ₄ O ₃ N ₄
	Мочекислый аммоний	Урат аммония	NH ₄ C ₅ H ₃ O ₃ N
	Мочекислый натрий	Урат натрия	NaC ₅ H ₃ O ₃ N ₄
Карбонатные	Кальцит, арагонит	Карбонат кальция	CaCO ₃
Цистиновые		Цистин	[-S-CH ₂ -CH(NH ₂)-COOH] ₂
Ксантиновые		Ксантин	[-S-CH ₂ -CH(NH ₂)-COOH] ₂
		Гипоксантин	C ₅ H ₄ O ₂ N ₄
Другие	Гипс	Сульфат кальция	CaSO ₄

Таблица 1 – Классификация мочевых камней

Аподизация: 3 TermBlackman-Harris. Проведение анализа

Конкременты из мочевого пузыря, представленные на анализ, предварительно промывали деионизированной водой и сушили при комнатной температуре в течение 24 ч. Далее образцы камней измельчали в агатовой ступке перед тем, как подвергнуть анализу, чтобы свести к минимуму влияние неоднородного распределения частиц веществ в случае смесевых составов конкрементов.

Идентификация компонентов выполнялась в программном обеспечении SIlab WSI путем автоматической расшифровки полученного спектра с использованием собственной ранее созданной пользовательской спектральной библиотеки – «Concrements» (см. Рисунок 1). Общее время анализа, включая настройку параметров, измерение и идентификацию, составило около 5 минут.



Метод

Метод инфракрасной спектроскопии основан на регистрации инфракрасных спектров поглощения вещества. Поглощение анализируемым веществом электромагнитного излучения в инфракрасном диапазоне связано с возбуждением колебаний атомов в молекулах. При облучении молекулы инфракрасным излучением поглощаются только те кванты, частоты которых соответствуют частотам валентных, деформационных и вибрационных колебаний этой молекулы.

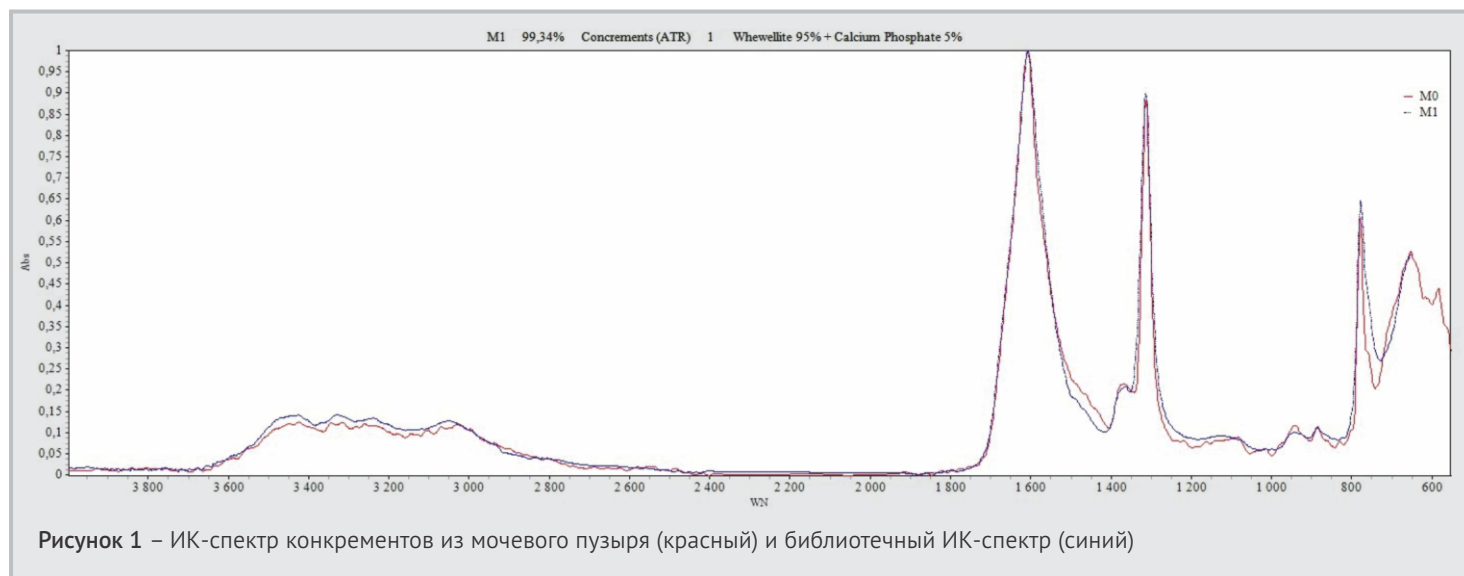


Рисунок 1 – ИК-спектр конкрементов из мочевого пузыря (красный) и библиотечный ИК-спектр (синий)

Результаты

В результате исследования в составе мочевого конкремента обнаружен Вевеллит на уровне 95%, являющийся кристаллом моногидрата кальциевой соли щавелевой кислоты (оксалата), и Фосфат кальция на уровне 5%. Фосфатные камни формируются в

щелочной моче богатой кальцием и фосфатами. Причиной их образования являются ферменты бактерий мочи (уреазы), такие камни слабо рентгеноконтрастны. Фосфат кальция часто выступает в роли ядра кристаллизации для других солей мочевого конкремента. Вевеллит является частым компонентом оксалатных мочевых камней, обычно

представляет собой небольшие конкременты, имеющие гладкую поверхность, такие камни обычно рентгеноконтрастны. Рост оксалатных камней наблюдается в кислой среде. Часто формируются вокруг ядра из фосфатных солей, образуя, таким образом, смешанные камни.

Заключение

ИК-Фурье спектрометры серии i-Red 7800 в комплекте с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения (FTIR-ATR) с кристаллом из синтетического алмаза и возможностью создания собственной пользовательской спектральной библиотеки являются отличными инструментами для быстрого и надежного анализа состава конкрементов медицинскими работниками и работниками лабораторных служб.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПЛЕНКАХ ДЛЯ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

методом газовой хроматографии с помощью газового хроматографа PANNA GC-1949 с парофазным автосамплером HS-25.

Введение

В настоящее время пищевая промышленность использует разнообразные упаковочные материалы, в том числе пленки для пищевой продукции. При производстве пищевых пленок и нанесении печати в составе краски остаются летучие органические соединения (ЛОС). Данные вещества могут попадать в размещенный в пленке продукт питания и, как следствие, в организм человека. Ввиду высокой токсичности некоторых соединений (в частности, органических растворителей) содержание ЛОС в пищевых пленках должно тщательно контролироваться как качественно, так и количественно.

Традиционно для анализа ЛОС используют метод газовой хроматографии, обеспечивающий эффективное разделение анализируемых компонентов, обладающий высокой чувствительностью к органическим соединениям, а также возможностью автоматизации пробоподготовки и проведения анализа. К настоящему моменту опубликовано множество научных работ, где ЛОС выделяются из пищевых пленок методом жидкостной экстракции, а также когда проба непосредственно растворяется, а полученный экстракт или растворенная проба анализируются методом газовой хроматографии с дозированием жидкой пробы напрямую в инжектор. Однако данный способ связан как с риском потерь анализируемых компонентов при проведении экстракции, так и с риском загрязнения хроматографи-

ческой системы труднолетучими компонентами пробы, экстрагированными во время пробоподготовки. Концентрирование и очистка полученной пробы может осуществляться твердофазной экстракцией, что приводит к дополнительным временным и финансовым затратам, а также – к дополнительным потерям целевых соединений.

Одним из удобных решений для анализа ЛОС является использование газовой хроматографии с анализом равновесной паровой фазы образцов. Данный метод позволяет решить проблемы как концентрирования и выделения ЛОС, так и защиты хроматографической колонки от попадания труднолетучих соединений. Сущность метода состоит в размещении анализируемого образца в герметичной вials, последующем термостатировании вials и отбором равновесной паровой фазы с помощью шприца для газовых проб, либо при помощи дозирующего крана и вводе в хроматографическую систему. Данная техника анализа обладает возможностью автоматизации пробоподготовки и анализа, что может быть полезно при проведении рутинных анализов на производствах.

Целью работы является демонстрация возможности решения данной задачи на газовом хроматографе PANNA GC-1949 с пламенно-ионизационным детектором и автоматическим дозатором паровой фазы петлевого типа HS-25.

Подготовка пробы к анализу

- Образец пленки массой около 1 г переносили из вскрытого перед взвешиванием герметичного пакета в вial для парофазного анализа.
- После взвешивания с точностью до 4 знака в вial с помощью хроматографического шприца объемом 10 мкл вносили раствор внутреннего стандарта (бензол), вial закрывали герметичной крышкой с септой и помещали в автосамплер для анализа.

Количество параллельных определений – 2.

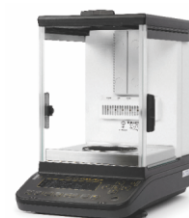
Определение содержания ЛОС в образцах пленок проводилось на примере метанола,



Оборудование

- Газовый хроматограф PANNA GC-1949, оснащенный инжектором для капиллярных колонок с возможностью деления потока и пламенно-ионизационным детектором;
- Парофазный автосамплер HS-25;
- Колонка капиллярная Rtx-624 длиной 30 м, внутр. диам. 0,25 мм, толщ. фазы 1,4 мкм;

ГОСМЕТР



- Аналитические весы ВЛА-225МА фирмы Гометр.

Материалы и методы

Объект анализа: образец пищевой пленки с цветным принтом, производства одного из отечественных производителей.



этанола, пропанола-1, изопропанола и этилацетата. Построение градуировочной зависимости содержания ЛОС в образцах пленок проводилось методом внутреннего стандарта, заключающегося во внесении заведомо известного количества стандарта (бензола) в анализируемую пробу и последующем определении зависимости аналитического сигнала (отношение площадей пиков определяемых компонентов к площади пика внутреннего стандарта) от соотношения концентраций определяемых компонентов ко внутреннему стандарту.

После проведения анализа пленки вынимали из вials и с помощью линейки производили точный замер их площади для пересчета концентраций ЛОС на площадь всего образца.

- Условия проведения хроматографического анализа представлены в **Таблице 1**. Режим работы парофазного дозатора HS-25 представлен в **Таблице 2**.

Температура инжектора, °C	150
Режим инжектора	С делением потока
Коэффициент деления потока	1 : 4,5
Поток газа-носителя через колонку, мл/мин	1,7
Начальная температура термостата колонки, °C	40
Продолжительность выдержки при 40 °C, мин	7
Подъем со скоростью 20 °C до температуры, °C	230
Продолжительность выдержки при 230 °C, мин	1
Температура пламенно-ионизационного детектора, °C	230
Поток водорода, мл/мин	30
Поток воздуха, мл/мин	40
Поток поддувочного газа детектора, мл/мин	20

Таблица 1 – Условия проведения анализа на газовом хроматографе PANNA GC-1949

Температура термостатирования виалы, °C	90
Температура крана/петли, °C	105
Температура трансферной линии, °C	115
Время термостатирования пробы, мин	20
Продолжительность инъекции, мин	1
Начальное давление в виале для заполнения петли, psi	22
Конечное давление в виале для заполнения петли, psi	5
Продолжительность уравнивания давления в виале, мин	0,25
Продолжительность уравнивания давления в петле, мин	0,15

Таблица 2 – Режим работы парофазного дозатора HS-25

Результаты

Пример хроматограммы пробы пленки, полученной на пламенно-ионизационном детекторе хроматографа PANNA GC-1949, представлен на **Рисунке 1**. Помимо рассматриваемых в анализе компонентов отмечается наличие неидентифицированных веществ, предположительно ЛОС.

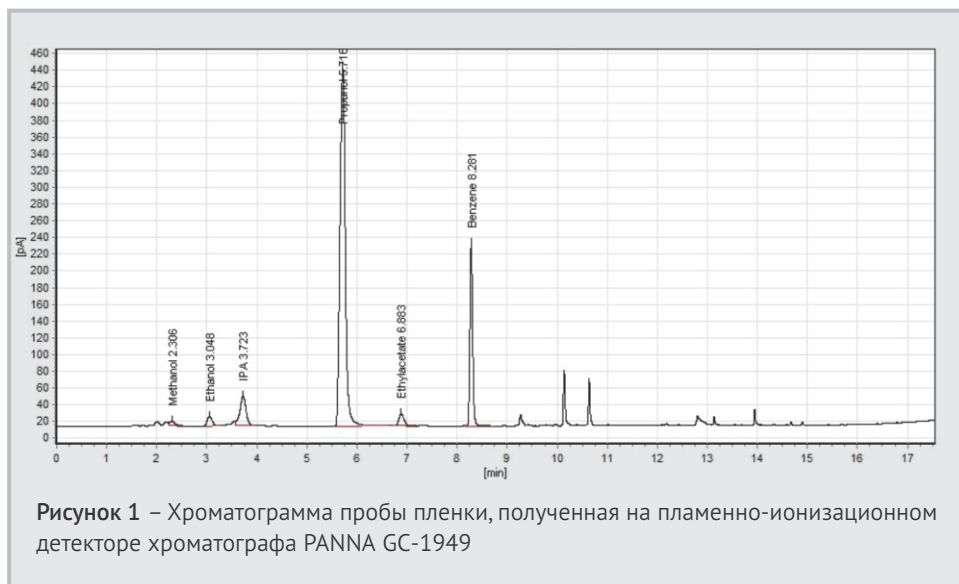


Рисунок 1 – Хроматограмма пробы пленки, полученная на пламенно-ионизационном детекторе хроматографа PANNA GC-1949

Пример построения калибровочной зависимости (метанол) представлен на **Рисунке 2**.

Результаты обсчета концентраций ЛОС представлены в **Таблице 3**.



Рисунок 2 – Калибровочная кривая, построенная для метанола методом внутреннего стандарта в диапазоне концентраций 0.5 – 100 мкг/г ($R^2 > 0.999$)

Отметим, что демонстрация применимости данного метода анализа для PANNA GC-1949 показана лишь на части ЛОС, содержащихся в пробе, а не всех летучих компонентов, обнаруженных в результате газохроматографического анализа с парофазным дозированием.

По этой причине в работе мы не рассматривали и не обсуждали превышение/отсутствие превышения каких-либо норм в содержании тех или иных компонентов в образцах.

Время удерживания, мин:	Компонент:	Концентрация компонента мкг/г:	Концентрация компонента мг/м ³ :
2.306	Метанол	1,92	0,038
3.048	Этанол	2,61	0,051
3.723	Изопропанол	7,06	0,140
5.716	Пропанол ⁻¹	77,33	1,529
6.883	Этилацетат	2,92	0,058

Таблица 3 – Результаты испытания пробы

Для подтверждения правильности идентификации ЛОС в составе пленок был проведен анализ равновесной паровой фазы пробы на газовом хромато-масс-спектрометре EXPEC G-Chrom MS с тройным квадруполом в режиме сканирования. Хроматограмма анализа представлена на **Рисунке 3**. Идентифицированные с помощью библиотеки NIST компоненты представлены в **Таблице 4**.



Рисунок 3 – Хроматограмма пробы, полученная с использованием газового хромато-масс-спектрометра Expec G-Chrom MS в режиме сканирования

Пик	Время удерживания, мин:	Компонент:
1	5.5	1-пропен, 2-метил
2	5.94	Ацетальдегид
3	6.25	Метанол
4	8.39	Этанол
5	9.29	Пропанол
6	9.51	Ацетон
7	9.86	Изопропанол
8	10.21	Ацетонитрил
9	10.81	2-пропанол,2-метил
10	12.08	Пропанол-1
11	12.98	Этил ацетат
12	14.97	2-пропанол, 1-метокси
13	15.87	Этанол, 2-этокси
14	16.05	Пентан, 2,3,3-триметил
15	16.48	2-пропанол, 1-этокси
16	16.71	Октан
17	19.76	Ундекан

Использование хроматографической колонки SH-Rxi-624SiL MS длиной 60 м позволило более эффективно разделить неидентифицированные в первой части эксперимента ЛОС, а также подтвердить правильность идентификации ранее определенных ЛОС с помощью библиотеки NIST.

Оборудование

- Газовый хромато-масс-спектрометр EXPEC G-Chrom MS с тройным квадруполом;
- Автоматический дозатор паровой фазы;
- Колонка капиллярная SH-Rxi-624SiL MS 60 м, внутр. диам. 0,25 мм, толщ. фазы 1,4 мкм.



Таблица 4 – Идентифицированные компоненты пробы пленки методом газовой хромато-масс-спектрометрии

Заключение

Газовый хроматограф PANNA GC-1949 в комплектации с парофазным дозатором HS-25 благодаря своей надежности, высокой чувствительности и удобству в эксплуатации являются перспективным решением для российского рынка аналитического оборудования в области определения следовых количеств ЛОС в пищевой продукции, фармацевтике, экологии и других отраслях.

Газовые хромато-масс-спектрометры от компании EXPEC, сочетая в себе высокую чувствительность и возможность идентификации соединений при помощи библиотеки спектров NIST, являются незаменимым инструментом для определения неизвестных примесей в пробе и подтверждении правильности их идентификации другими методами анализа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В БИСОПРОЛОЛА ФУМАРАТЕ

с использованием кулонометрического титратора по Карлу Фишеру SKF SILab

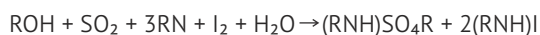
Введение

Бисопролола фумарат – β-адреноблокирующее средство, широко применяющееся в кардиологической практике. Показаниями для назначения бисопролола являются артериальная гипертензия, ишемическая болезнь сердца, сердечная недостаточность, нарушения сердечного ритма. Бисопролол входит в «Перечень важнейших лекарств ВОЗ», необходимых для базовой системы здравоохранения. Бисопролола фумарат представляет собой белый или почти белый, слегка гигроскопичный порошок с температурой плавления 39 °С.

Для фармацевтических субстанций (ФС) и лекарственных средств (ЛС) остро стоит вопрос контроля содержания воды. Это связано с тем, что повышенная влажность может вызывать побочные реакции на протяжении срока хранения ФС и ЛС.

Метод

При титровании по методу Карла Фишера определение воды происходит достаточно быстро и селективно, летучие соединения не участвуют в реакции. Причем определяется как свободная, так и химически связанная вода, которая участвует в обобщенной реакции:



Таким образом, использование титрования по Карлу Фишеру для определения содержания воды позволяет значительно сократить время, затрачиваемое на анализ, а также повысить его точность и правильность. Трудоемкость выполнения кулонометрического титрования по сравнению с высушиванием можно частично нивелировать, используя кулонометрический титратор SKF торговой марки SILab. Титратор SKF предельно прост в управлении за счет элементарной конструкции и отсутствия побочных функций, не обязательных для внимания пользователя. В то же время титратор SKF SILab имеет возможность вариации электрических параметров генерирующего электрода, что позволяет адаптировать метод для получения более точных и воспроизводимых результатов. Съемная мембрана генерирующего электрода позволяет мгновенно адаптировать прибор под разные задачи.

Подготовка пробы

- Анализ производился на кулонометрическом титраторе Фишера SKF марки SILab, оборудованном генерирующим электродом с мембраной. В качестве реактивов использовали анодный раствор производства Акваметрии АКВА М-КУЛОН АГ кат. № 836 и катодный раствор АКВА М-КУЛОН СГ АГ кат. № 840.
- Предварительно путем титрования по Карлу Фишеру определяли содержание

К таким реакциям можно отнести разложение, гидролиз и окисление. Все вышеперечисленное приводит к образованию нежелательных примесей, способных как снизить эффективность ЛС, так и оказать токсическое действие на организм.

Согласно европейской фармакопее при производстве бисопролола фумарата необходим контроль содержания воды. Классическим способом определения влажности ФС является гравиметрическое определение потери в массе при высушивании.

Однако данный метод обладает рядом недостатков и ограничений:

- Времязатратность;
- Возможность определения только свободной воды и лишь частично – химически связанной;

воды в метаноле, используемом в качестве растворителя пробы. Далее точная навеска образца бисопролола фумарата быстро взвешивалась на аналитических весах, перемещалась в парофазную виалу, виалу герметично закручивали крышкой с мембраной. С помощью шприца протыкали мембрану виалы и вводили известное количество метанола. Аккуратно перемешивали раствор до полного растворения образца. Для измерения готовилось две пробы анализируемого образца.

SILAB
Simply Intelligent



Оборудование

Кулонометрический титратор Фишера SKF марки SILab, оборудованный генерирующим электродом с мембраной.

- Потеря летучих соединений, а для испытуемых с низкой температурой плавления (ниже температуры при высушивании), как у бисопролола фумарата, будут наблюдаться дополнительные потери в результате неминуемого частичного испарения самого образца.

Примеры задач

- титрование без мембраны для анализа простых проб с анодным реактивом Фишера (низкая себестоимость анализа);
- титрование с мембраной с применением анодного и катодного реактива Фишера для повышения чувствительности при низком содержании воды;
- титрование с мембраной с применением модифицированных анодных и катодных реактивов Фишера для титрования проб, содержащих карбонильные соединения (не совместимы с классическим реактивом Фишера).



Проведение анализа

Отбирали аликвоты метанола и испытуемого образца, приготовленного согласно разделу «подготовка пробы», с помощью шприца, далее вводили их в ячейку кулонометрического титрования, перемешивали в течение не менее 15 с и запускали титрование. Массы введенных аликвот определяли методом обратного взвешивания на аналитических весах. Каждая проба испытуемого образца измерялась дважды.

№ аликвоты	Масса аликвоты, г	Масса воды в аликвоте, мкг	Концентрация воды в метаноле, %
1	0.8323	301.2	0.0307
2	1.2584	464.0	0.0313
Среднее			0.0310
ОСКО			1.29

Результаты

В Таблице 1 представлены результаты определения воды в метаноле. Далее полученные значения будут учитываться при определении воды в испытуемых образцах.

Таблица 1 – Результаты определения воды в метаноле

В Таблице 2 представлены результаты определения воды в испытуемом образце. Относительное стандартное отклонение между измерениями аликвот, отобранных из одной виалы, составило 1,10 % и 0,70 %. Относительное стандартное отклонение между результатами анализа двух проб испытуемого образца составило 1,15 %.

№ аликвоты	M_x , г	M_m , г	M_a , г	M_{H_2O} , мкг	M_{H_2O} , %	M_{H_2O} , ppm	ОСКО между аликвотами
1_1	0.5852	4.5210	1.0233	383.7	0.088	875.204	1.10
1_2			1.1401	429.3	0.089	888.980	
2_1	0.5635	4.9190	0.8243	305.7	0.090	899.892	0.70
2_2			1.1555	427.4	0.089	890.982	
Среднее					0.089	888.765	
ОСКО					1.15	1.15	

Таблица 2 – Результаты определения воды в испытуемом образце биспролола фумарата

M_x , г – Масса испытуемого; M_a , г – Масса аликвоты; M_{H_2O} , % – Концентрация воды в аликвоте;
 M_m , г – Масса метанола; M_{H_2O} , мкг – Масса воды в аликвоте; M_{H_2O} , ppm – Концентрация воды в пробе.

Заключение

Результаты показывают, что титратор Карла Фишера SKF марки SIlab обеспечивает высокую воспроизводимость анализа. Время титрования аликвот, содержание воды в которых варьировалось в пределах от 305.7 до 429.3 мкг, не превышало 3-х минут. Титратор SKF способен определять воду от 10 мкг, что актуально при работе с небольшими аликвотами и образцами, ограниченно растворимыми в растворителе. По стоимости кулонометрический титратор по Карлу Фишера SIlab вполне может конкурировать с гравиметрическими влагомерами, при этом имея колоссальные преимущества в селективности и точности определения воды, особенно применительно к низким содержаниям влаги.



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