

ЛАВ

ЖУРНАЛ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ВОДЕ

на жидкостном хроматографе LicArt 62
согласно ГОСТ Р 55227-2012 (метод Б)



2 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАТИОНОВ В ВОДЕ

на ионном хроматографе L-Ion 30
марки SIlab с подавлением фоновой
электропроводности

4 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

с применением газового хромото-масс-
спектрометра с тройным квадруполом
EXPEC G-Chrom MS марки Expec



6 стр.

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ В СУДЕБНОЙ МЕДИЦИНЕ

атомно-эмиссионного спектрометра с
индуктивно связанной плазмой Expec
PlasAr AES V. СПб ГБУЗ «Бюро судебно-
медицинской экспертизы»



10 стр.



ПРЯМОЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ МЕТОДОМ ИСП-АЭС

с помощью атомно-эмиссионного
спектрометра с индуктивно связанной
плазмой EXPEC PlasAr AES V с использо-
ванием приставки для анализа образцов
с органической матрицей TC-100

13 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА

с применением автоматического
титратора Naion T960Pro с
автоподатчиком T9616

18 стр.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В ЖИДКИХ ДЕТЕРГЕНТАХ

с применением комбинированного
титратора Фишера VCKF марки SIlab

20 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, 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 обширный спектр 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 СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ВОДЕ

на жидкостном хроматографе LicArt 62 согласно ГОСТ Р 55227-2012 (метод Б)

Введение

Метод основан на взаимодействии формальдегида с 2,4 - фенилгидразином, экстракции полученного продукта из воды гексаном, концентрировании экстракта и измерении концентрации методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием и применяется для определения содержания формальдегида в питьевой воде, в том числе расфасованной в емкости, поверхностных и подземных природных водах, сточных водах, в том числе очищенных. Диапазон определения массовых концентраций формальдегида - от 0.002 до 10 мг/л. Жидкостной хроматограф LicArt 62

собственной сборки ООО «Лабконцепт» обладает чувствительным фотометрическим детектором, который позволяет определять формальдегид в обозначенном диапазоне. Кроме того, модульная конструкция хроматографа позволяет расширять область его применения и использовать для других распространенных задач экологического мониторинга в рамках заданной конфигурации, например, для определения бенз(а)пирена при добавлении спектрофлуориметрического детектора. Возможность оснащения прибора программным обеспечением собственной разработки, Sparsе CDS, делает продукт полностью свободным от санкционного давления и ограничений третьих стран.



Условия хроматографирования

| | |
|------------------------------------|--|
| Температура термостата колонки, °С | 35 |
| Режим элюирования | Градиентный |
| Компонент А | Вода |
| Компонент В | Ацетонитрил |
| Скорость потока элюента, мл/мин | 1.0 |
| Градиентная программа | 0 - 12 мин 15 - 100 % В 12 - 14 мин 100 % В 14 - 14.2 мин 100 - 15 % В 14.2 - 21 мин 15 % В |
| Продолжительность регистрации, мин | 21 |
| Объем инъекции, мкл | 20 |
| Длина волны, нм | 360 |



Оборудование

Жидкостной хроматограф LicArt 62 в следующем составе:

- четырехканальный насос с дегазатором QP-62;
- автодозатор с модулем для дегазации промывочного раствора S-42d;
- термостат колонок T-85;
- спектрофотометрический детектор UV-62.

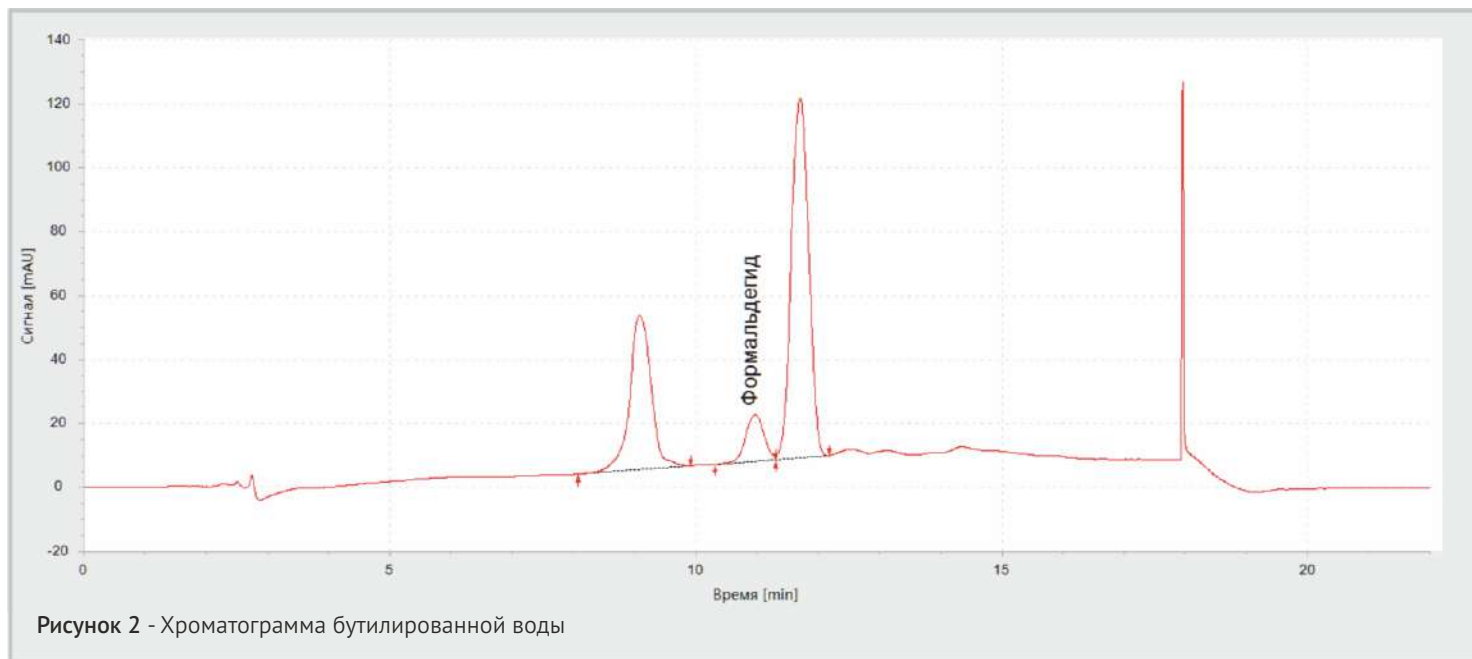
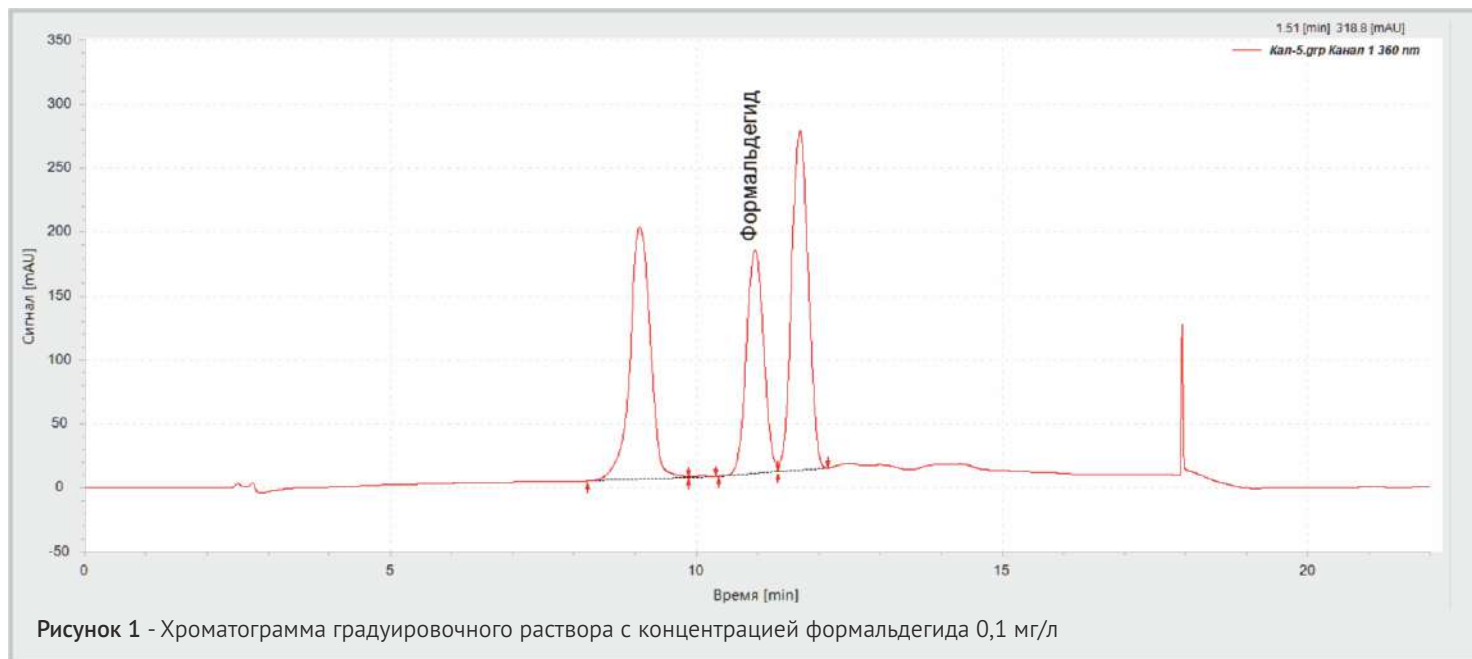
Аналитическая колонка Spursil C18, 250 x 4.6 мм, 5 мкм марки Dikma.



Подготовка пробы к анализу

- В колбу вносят 50 мл пробы анализируемой воды, добавляют 1 мл раствора 2,4-динитрофенилгидразина в ацетонитриле и 1 мл раствора ортофосфорной кислоты, перемешивают, выдерживают при комнатной температуре в течение 25 мин, переносят в делительную воронку и проводят трехкратную экстракцию гексаном порциями по 15 мл.
- Экстракт собирают, осушают над сульфатом натрия, фильтруют. Затем упаривают на ротационном испарителе досуха.
- Добавляют 0,5 мл ацетонитрила, переносят раствор в виалу для автодозатора и подвергают хроматографическому анализу.

Хроматограммы градуировочного раствора с концентрацией 0,1 мг/л и образца бутилированной воды приведены на Рисунках 1 и 2.



Результаты

Содержание формальдегида в бутилированной воде составило 0,006 мг/л.

Заключение

Жидкостной хроматограф LicArt 62 может успешно применяться для определения формальдегида согласно ГОСТ Р 55227-2012 (метод Б), а также других задач экологического мониторинга.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАТИОНОВ В ВОДЕ

на ионном хроматографе L-Ion 30 марки SIlab с подавлением фоновой электропроводности

Введение

В воде неорганические соли находятся в виде ионов. Суммарная концентрация растворенных солей характеризуется параметром «общая минерализация». Оптимальный уровень минерализации воды определяет её вкусовые качества и обеспечивает необходимые минералы для здоровья человека. Однако избыточное содержание каких-либо катионов ухудшает качество воды. Так, жесткость воды — это частный случай минерализации, она зависит от присутствия катионов магния и кальция. При нагревании эти ионы способны образовывать малорастворимые соединения, которые являются источником осадка и накипи в трубопроводах и бытовой технике, провоцирующей их выход из строя. Допустимое значение жесткости и предельно допустимые концентрации (ПДК) катионов в воде различного типа регламентируются в соответствующих

нормативных документах. Для определения общей минерализации воды различного происхождения был использован универсальный двухканальный хроматограф L-Ion 30 марки SIlab, оснащенный встроенной саморегенерирующейся системой для подавления фоновой электропроводности, которая позволяет эффективно повысить сигнал целевых аналитов. Поскольку супрессор является электрохимическим, он не требует дополнительных регенерирующих жидкостей для своей работы и использует только предварительно очищенную воду, поступающую обратным током из ячейки детектора. Компактное моноблочное исполнение хроматографа позволяет его размещать в условиях сжатого пространства аналитических лабораторий, в то же время, не исключая возможности его дооснащения дополнительными аксессуарами – автодозаторами и дополнительными детекторами.



Оборудование

Ионный хроматограф L-Ion 30 марки SIlab;

Колонка для определения катионов SH-CC-3L, 250 x 4,6 мм на основе стирол-дивинилбензола с привитыми карбоксильными группами.



Подготовка пробы

- Для природной и сточной воды необходимо предварительно очистить пробы от возможного присутствия органических примесей методом ТФЭ на картридже С18. Водопроводную и бутилированную воду можно не очищать.
- Через подготовленный картридж пропускают 2 мл анализируемой пробы и отбрасывают. 4 мл пробы пропускают через картридж, собирают и фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор не более 0.45 мкм.

Условия хроматографирования

| | |
|--|--|
| Температура термостата колонки, °С | 35 |
| Режим элюирования | Изократический |
| Подвижная фаза | Раствор 5 ммоль/л метансульфоновой кислоты |
| Скорость потока элюента, мл/мин | 1,0 |
| Продолжительность регистрации хроматограммы, мин | 45 |
| Объем вводимой дозы, мкл | 25 |
| Значение тока супрессора, мА | 15 |
| Температура кондуктометрической ячейки, °С | 35 |



Хроматограммы градуировочного раствора и образца природной воды, полученные в программном обеспечении Shinelab, приведены соответственно на **Рисунках 1 и 2**.

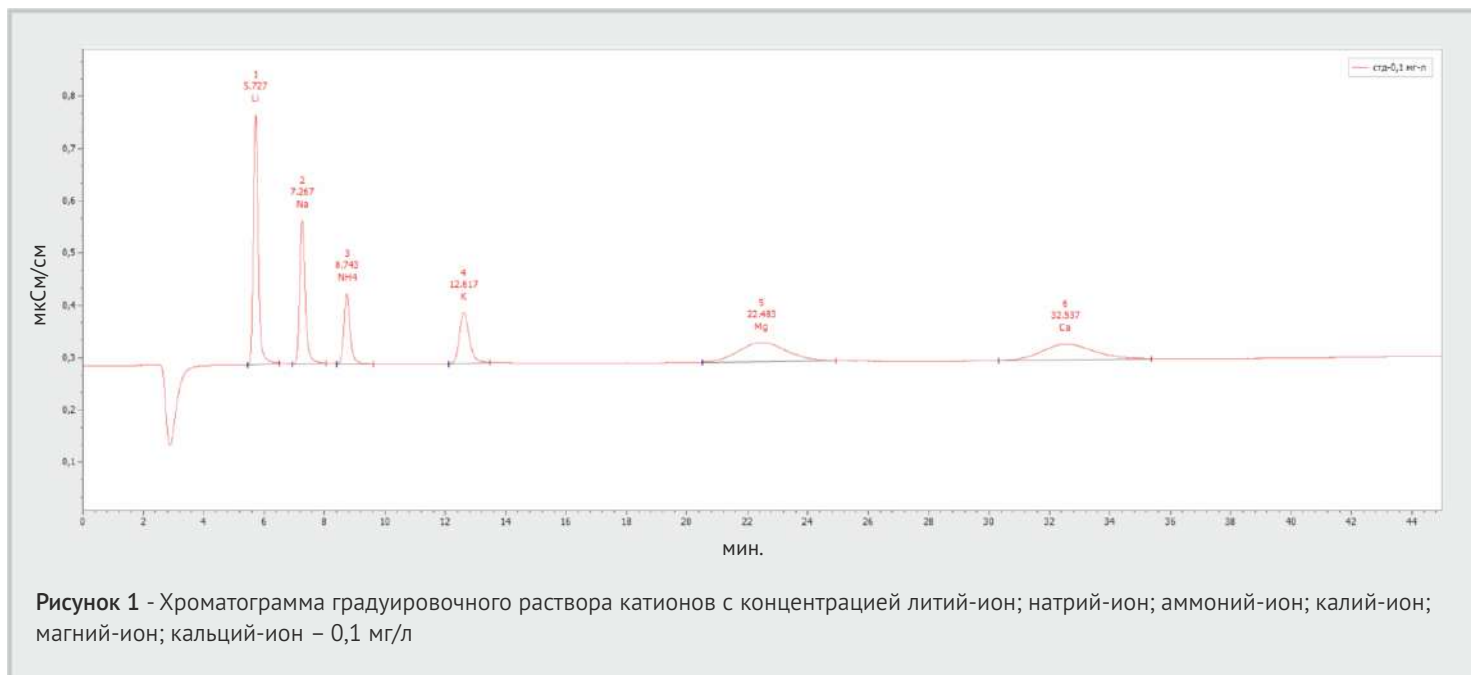


Рисунок 1 - Хроматограмма градуировочного раствора катионов с концентрацией литий-ион; натрий-ион; аммоний-ион; калий-ион; магний-ион; кальций-ион – 0,1 мг/л

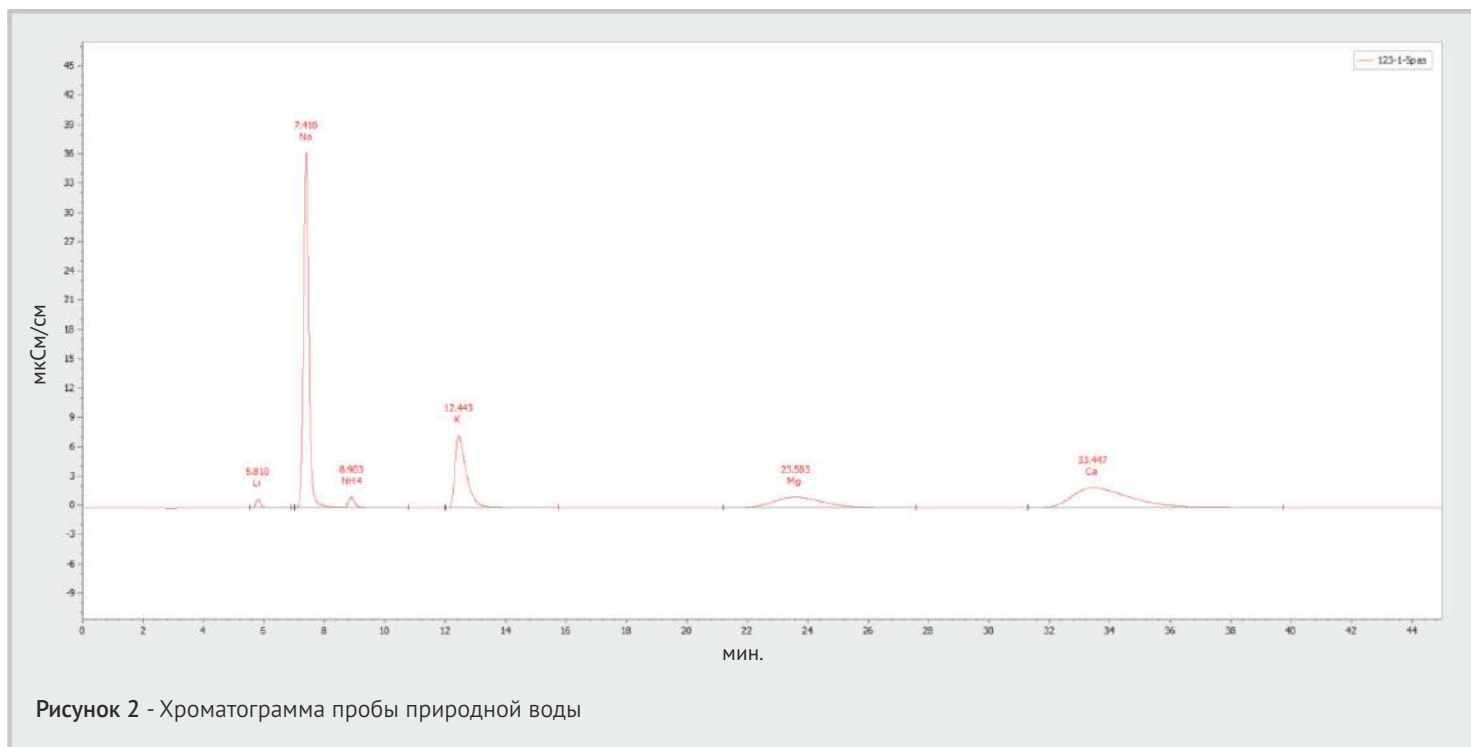


Рисунок 2 - Хроматограмма пробы природной воды

Результаты

В результате в пробах природной воды были обнаружены следующие содержания ионов:

Литий-ион – 0.18 мг/л; Аммоний-ион – 0.99 мг/л; Кальций-ион – 9.88 мг/л.
Натрий-ион – 22.86 мг/л; Магний – ион – 3.14 мг/л;

Заключение

Ионные хроматографы серии L-Ion марки SILab могут быть использованы для задач экологического мониторинга. Наличие встроенного электрохимического подавителя фоновой проводимости позволяет достоверно и воспроизводимо определять содержание ионов, в том числе в низких концентрациях.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

с применением газового хромато-масс-спектрометра с тройным квадруполем
EXPEC G-Chrom MS марки Expec

Введение

Определение пестицидов в пищевой продукции является крайне важной задачей ввиду их высокой токсичности для человеческого организма. Пестициды применяются в сельском хозяйстве для разнообразных задач:

- борьба с сорняками, насекомыми и болезнями,
- облегчение сборки урожая,
- регулирование роста растений.



Максимальные допустимые уровни остаточных количеств (MRL) и предельные значения (EPA) строго контролируются как за рубежом, так и в Российской Федерации. Содержание остаточных количеств пестицидов в продуктах питания регламентировано СанПиН 1.2.3685-21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания» и техническим регламентом Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции».

Традиционно для анализа пестицидов использовался метод газовой хроматографии с электрон-захватным детектором (ЭЗД), однако в последнее десятилетие в аналитических методах для определения подобных соединений наблюдается миграция в пользу тандемной хромато-масс-спектрометрии в качестве метода, позволяющего сочетать эффективное разделение анализируемых компонентов, высокую чувствительность, минимизацию матричного влияния пробы и возможность

идентификации веществ по базам масс-спектров.

Стоит отметить сложную матрицу пищевых продуктов, содержащую трудноразделимые компоненты различной природы, мешающие определению целевых соединений, поэтому помимо процедуры экстракции пестицидов из пищевой продукции для защиты оборудования и минимизации матричного влияния необходима процедура очистки экстракта. Одним из наиболее популярных методов пробоподготовки для анализа пестицидов в пищевой продукции является метод QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe - быстрый, простой, дешевый, эффективный, точный и надежный), обеспечивающий быструю и простую пробоподготовку, что позволяет значительно сократить время и затраты на экстракцию и очистку полученных экстрактов, необходимых для проведения анализа на хромато-масс-спектрометре. В нормативной документации РФ данный способ пробоподготовки регламентируется СТБ EN 15662-2017 «Продукция пищевая растительного происхождения. Определение остатков пестицидов с применением ГХ-МС и/или ЖХ-МС/МС после экстракции/разделения ацетонитрилом и очистки с применением дисперсионной ТФЭ. Метод QuEChERS». До недавнего времени все решения для хромато-масс-спектрометрического анализа пестицидов на отечественном рынке были представлены западными производителями масс-спектрометрического оборудования с оптимизированными разработанными подходами (Shimadzu Method Package, Agilent Pesticide RTL Library и др.), а также наборы для экстракции по методу QuEChERS, выпускаемые западными корпорациями (Restek, Macherey-Nagel, Agilent). Однако в связи с изменением структуры рынка аналитического оборудования России актуален поиск альтернатив среди производителей, представленных в данный момент на отечественном рынке.

Тандемный газовый хромато-масс-спектрометр EXPEC G-Chrom MS от компании Expec, одного из крупнейших брендов китайского аналитического оборудования, обладает высокой чувствительностью и селективностью, отличной стабильностью и эффективной технологией подавления шумов.

В качестве наборов для экстракции по методу QuEChERS в данной статье используется продукция отечественного бренда ЛабПэк.



Оборудование

Газовый хромато-масс-спектрометр с тройным квадруполем EXPEC G-Chrom MS марки Expec;

Автодозатор жидких проб AS-5110 марки Expec;

Колонка капиллярная DM-5MS длиной 30 м, внутр. диам. 0,25 мм, толщ. фазы 0.25 мкм фирмы Dikma;

Аналитические весы ВЛА-225МА фирмы Госметр;

Наборы для экстракции методом QuEChERS в соответствии с EN 15662 марки ЛабПэк.



Цель анализа

Целью работы является демонстрация возможности решения задачи определения пестицидов в пищевой продукции, например, картофеле, с применением газового хромато-масс-спектрометра с тройным квадруполем EXPEC G-Chrom MS.

Проведение анализа

Определение содержания пестицидов в картофеле проводилось на примере:

- ГХБ (HCB),
- альфа-ГХЦ (α-HCH),
- гамма-ГХЦ (γ-HCH),
- гептахлора (heptachlor),
- альдрина (aldrin),
- п,п-ДДД (p,p'-DDD),
- п,п-ДДТ (p,p'-DDT),
- п,п-ДДЕ (p,p'-DDE).

Условия проведения хроматографического анализа представлены в **Таблице 1**.

| | |
|--|--|
| Температура инжектора, °С | 250 |
| Режим инжектора | Без деления потока, с импульсной инъекцией |
| Поток газа-носителя через колонку, мл/мин | 1.2 |
| Начальная температура термостата колонки, °С | 60 |
| Продолжительность выдержки при 60 °С, мин | 1 |
| Подъем со скоростью 25 °С до температуры, °С | 160 |
| Продолжительность выдержки при 160 °С, мин | 0 |
| Подъем со скоростью 4 °С до температуры, °С | 230 |
| Продолжительность выдержки при 230 °С, мин | 0 |
| Подъем со скоростью 15 °С до температуры, °С | 290 |
| Продолжительность выдержки при 290 °С, мин | 1 |
| Температура интерфейса, °С | 270 |
| Температура ионного источника, °С | 250 |

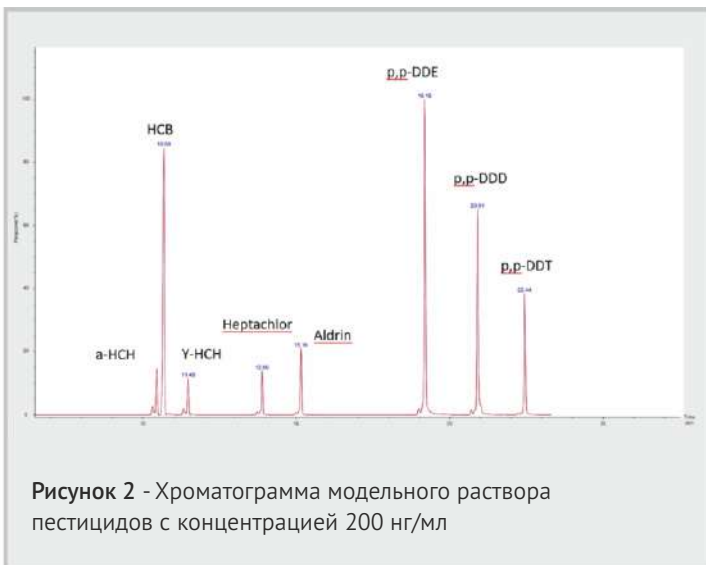
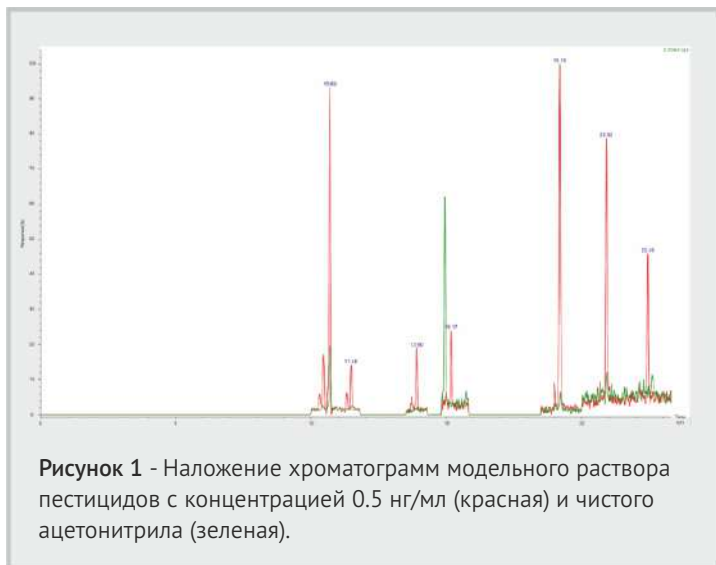
Таблица 1 – Условия проведения анализа на газовом хромато-масс-спектрометре EXPEC G-Chrom MS

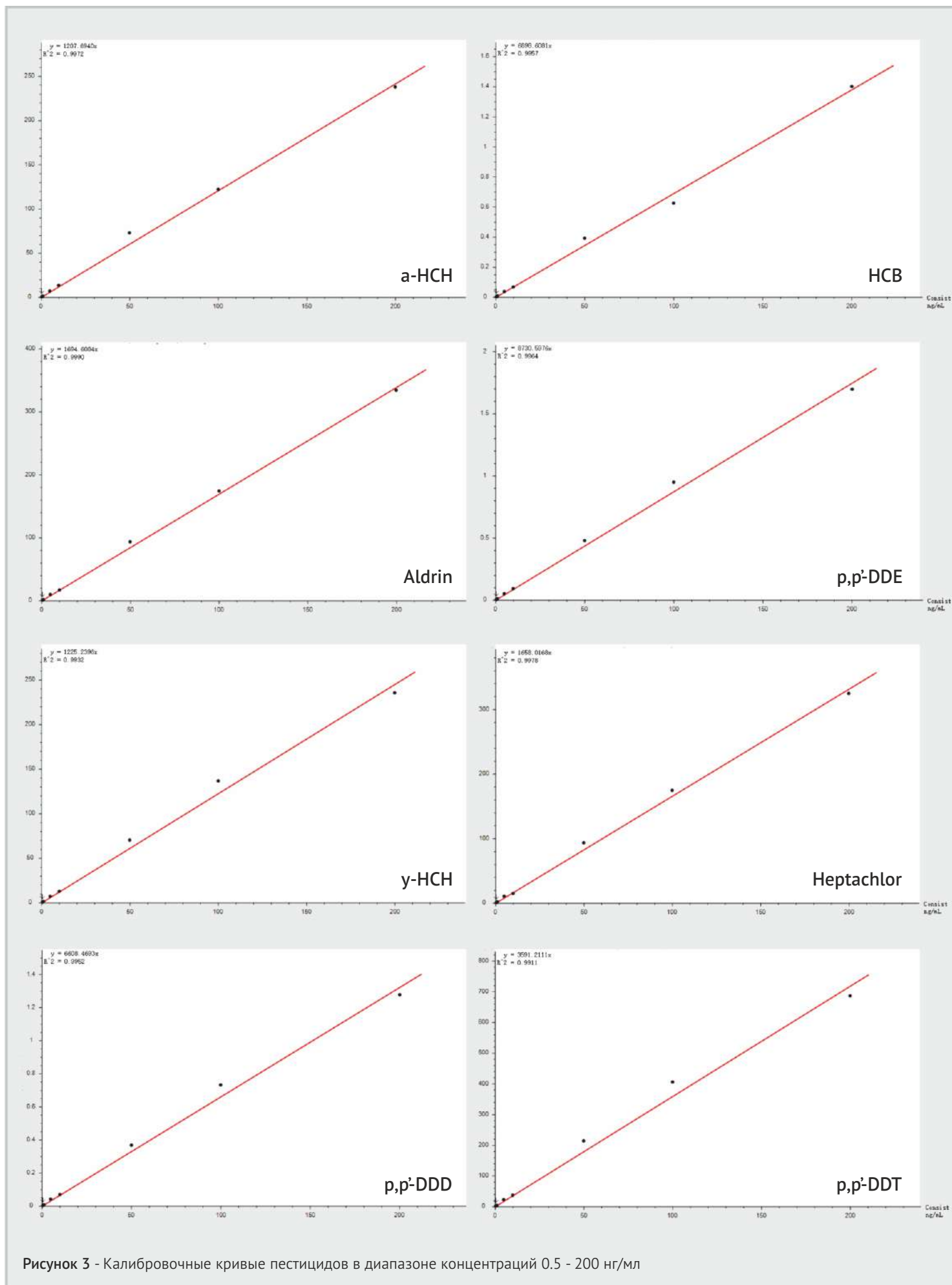
| Пестицид | MRM переход | СЕ |
|------------------------|---------------|----|
| ГХБ (HCB) | 283.8 - 213.8 | 30 |
| | 283.8 - 248.8 | 20 |
| альфа-ГХЦ (α-HCH) | 218.9 - 182.9 | 3 |
| | 217 - 181 | 15 |
| гамма-ГХЦ (γ-HCH) | 218.9 - 182.9 | 10 |
| | 217 - 181 | 2 |
| Гептахлор (Heptachlor) | 271.8 - 236.9 | 15 |
| | 271.8 - 117 | 35 |
| Альдрин (Aldrin) | 262.9 - 192.9 | 10 |
| | 217 - 181 | 2 |
| п,п-ДДД (p,p'-DDD) | 235 - 165 | 24 |
| | 237 - 165 | 22 |
| п,п-ДДТ (p,p'-DDT) | 246 - 176 | 30 |
| | 248 - 176 | 30 |
| п,п-ДДЕ (p,p'-DDE) | 235 - 165 | 24 |
| | 237 - 165 | 24 |

Таблица 2 – Оптимизированные MRM-переходы для пестицидов

Перед проведением построения калибровки осуществлялась оптимизация метода с целью определения оптимальных энергий соударения в ячейке для улучшения чувствительности системы.

Оптимальные энергии соударения (СЕ) для определявшихся пестицидов представлены в **Таблице 2**. После проведения оптимизации энергии соударения был проведен анализ модельных растворов пестицидов в метаноле в диапазоне концентраций 0.5 – 200 нг/мл. Хроматограммы модельных растворов с концентрацией 0.5 и 200 нг/мл представлены на **Рисунках 1 и 2** соответственно.





Подготовка пробы к анализу

- Клубень картофеля гомогенизировали до однородного пастообразного состояния с помощью мелкой терки.
- Отбирали 10 г гомогенизированной массы в пластиковую пробирку объемом 50 мл и фиксировали массу навески на аналитических весах ВЛА-225МА с точностью до 4-го знака.
- Затем в пробирку вносили 10 мл

ацетонитрила и набор для экстракции пестицидов, встряхивали в течение минуты на системе Вортекс, затем переносили пробирку в центрифугу и центрифугировали в течение 5 минут со скоростью 8000 об/мин.

- Органический слой после центрифугирования переносили в пробирку объемом 10 мл, куда затем вносили

набор для очистки экстракта, встряхивали в течение минуты на системе Вортекс и центрифугировали в течение 5 минут со скоростью 8000 об/мин.

- Органический слой после центрифугирования переносили в вialу и подвергали анализу на газовом хромато-масс-спектрометре EXPEC G-Chrom MS с тройным квадруполом.

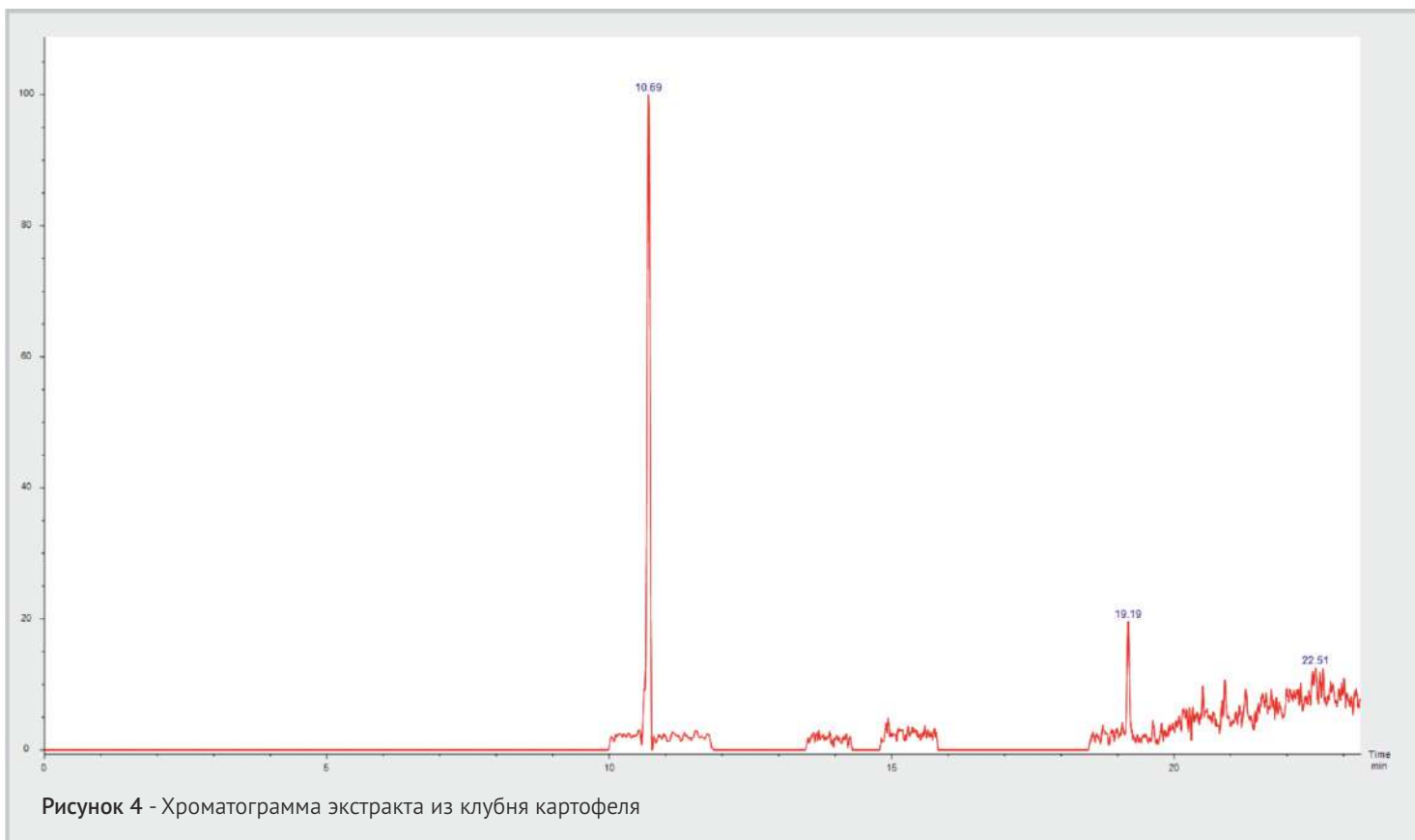
Результаты

Хроматограмма, полученная по результатам анализа экстракта из клубня картофеля, представлена на **Рисунке 4**. Результаты анализа представлены в **Таблице 3**.

В результате исследования на газовом хромато-масс-спектрометре EXPEC G-Chrom MS с тройным квадруполом в составе проб картофеля был обнаружен только один пестицид - ГХБ в концентрации 0.45 нг/г при максимально допустимом уровне (МДУ) 0.01 мг/кг (10 нг/г). Остальные пестициды в пробе отсутствовали.

| | |
|------------------------------|-------|
| Время удерживания, мин | 10.69 |
| Компонент | ГХБ |
| Концентрация компонента нг/г | 0.45 |

Таблица 3 – Результаты испытания пробы картофеля.



Заключение

Показано, что газовый хромато-масс-спектрометр EXPEC G-Chrom MS с тройным квадруполом марки Ехрес является уникальным решением для российского рынка аналитического оборудования в области качественного и количественного определения пестицидов на следовом уровне при контроле качества пищевых продуктов в соответствии с существующими в нашей стране нормативными документами. В конструкции газового хромато-масс-спектрометра EXPEC G-Chrom MS используется технология быстрой и эффективной доставки ионов в масс-анализатор без потерь, а также быстрое удаление ионов из соударительной ячейки, которые обеспечивают высокую чувствительность анализа и отсутствие «эффекта памяти», что гарантирует воспроизводимые результаты анализа даже при дозировании «грязных» проб со сложной матрицей. Благодаря наличию стандартной библиотеки методов, функции интеллектуальной серийной обработки данных и настраиваемых пользовательских отчетов, русифицированное программное обеспечение значительно упрощает работу оператора.

ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ В СУДЕБНОЙ МЕДИЦИНЕ

атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec

Т. В. Горбачева, Т. В. Лебедева, М. Б. Фокин, СПб ГБУЗ «Бюро судебно-медицинской экспертизы».

Судебная медицина – наука, изучающая медицинские и биологические вопросы, которые возникают в процессе расследования или судебного разбирательства уголовных или гражданских дел. Одним из разделов судебно-медицинской экспертизы являются спектрографическая экспертиза, основанная на спектральных методах анализа.

Основными задачами спектрографической экспертизы являются:

- установление орудия травмы по отложениям металлов в зоне повреждения на теле и одежде пострадавшего;
- определение природы загрязнения или инородных включений в повреждениях;
- диагностика повышенного содержания отдельных металлов в органах, тканях, жидкостях и выделениях человека;
- решение отдельных вопросов, связанных с идентификацией личности по костным останкам;
- определение калий-натриевого баланса в миокарде для диагностики ранних признаков ишемии.

К основным видам травм, при которых проводятся судебно-медицинские (спектральные) исследования, относятся огнестрельная, тупая, взрывная, острая травмы, поражение техническим электричеством, отравление солями "тяжелых" металлов.

Особенностями спектральных исследований, проводимых в рамках судебно-медицинской экспертизы являются:

1. невозможность объекта экспертизы;
2. малое количество объекта экспертизы;
3. необходимость анализа на широкий спектр элементов;
4. разнообразные объекты анализа (биологические объекты, одежда, порошки и т.д.).

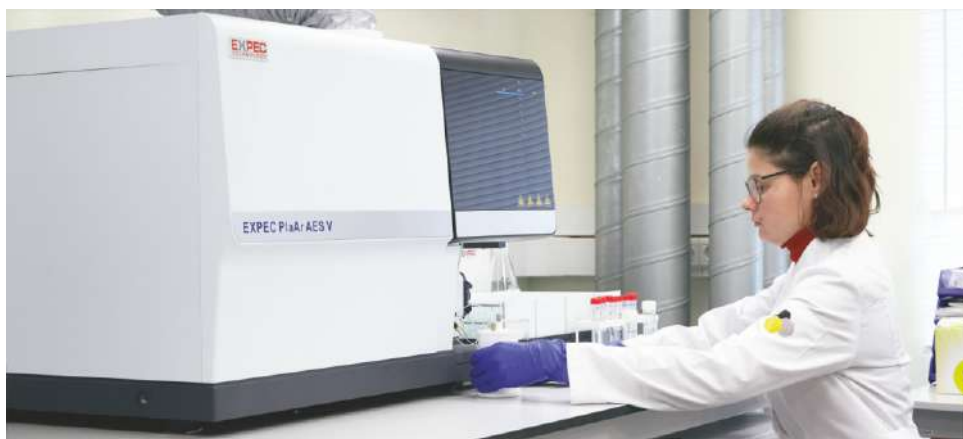
Данные особенности определяют требования к аналитическим методам, применяемым при проведении спектральных исследований в судебной медицине:

1. высокая чувствительность;
2. возможность определения широкого спектра элементов в одной пробе;
3. возможность проведения количественных определений;
4. относительно невысокая стоимость оборудования и его обслуживания.

Одним из наиболее информативных методов, отвечающих требованиям к спектральным исследованиям в судебной медицине, является метод атомно-эмиссионного спектрального анализа, который позволяет в одной пробе за одно измерение определять несколько десятков химических элементов.

Использование оптического эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой Expec PlaAr AES V позволяет решать основные задачи судебно-медицинских (спектральных) исследований:

1. Идентификацию химических элементов в объектах исследования с последующим выводом об их наличии или отсутствии в объектах путем сравнения с контрольными образцами (интактные участки одежды, кожных покровов, чистый материал для взятия смывов) [3];
2. Количественные определения химических элементов на повреждениях одежды, кожных лоскутов, в смывах с повреждений при различных видах травм и в биотканях, в биожидкостях при различных патологических состояниях.



EXPEC
TECHNOLOGY



Оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec

Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой Expec PlaAr AES V оснащен вертикальной горелкой и двумя режимами обзора плазмы – аксиальным и радиальным, возможностью определения 72 элементов одновременно. Спектрометр предназначен для измерения массовой концентрации элементов в растворах после необходимой пробоподготовки в диапазоне от нг/л до 100 %. Оптический эмиссионный спектрометр Expec PlaAr AES V также оснащен автоматическим пробоотборником с загрузкой до 240 проб, дополнительно имеет систему для ввода легколетучих органических проб и ртутно-гидридную приставку.

Программное обеспечение PlaAr AES WS достаточно удобно для обработки полученных результатов анализа и включает в себя, в том числе калибровку по концентрациям, имеет встроенную библиотеку на более чем 50 000 спектральных линий.

Настоящая статья посвящена опыту применения оптического эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой Expec PlaAr AES V (КНП) при проведении спектральных исследований в Бюро судебно-медицинской экспертизы г. Санкт-Петербурга.

Для количественного определения содержания элемента достаточно измерить интенсивность излучения на соответствующей длине волны и использовать калибровочную кривую для вычисления концентрации.

В настоящее время с применением оптического эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой Exres PlA_g AES V в нашей лаборатории успешно выполняются разнообразные спектральные исследования.

Определение концентраций таких элементов как сурьма, олово, медь, цинк, железо, марганец, хром, барий, калий, фосфор, висмут, алюминий, сера, магний, никель, титан при огнестрельной травме в повреждениях участков кожи и одежды, в растворах Ратневского (раствор уксусной кислоты и этилового спирта, который служит для восстановления первоначальной формы раны на участке кожи) после обработки поврежденных участков кожи, в смывах с кистей рук или ног (в случае самоубийства) позволяет устанавливать вид огнестрельного оружия и дистанцию выстрела. Так, например, наличие сурьмы, которая входит в капсюльный состав патронов, дает возможность дифференцировать применение оружия самообороны типа «Оса» с капсюлями электро-воспламенения от патронов с ударными капсюлями. По наличию меди, цинка в повреждениях одежды или на участках кожи можно судить о виде оболочки пули, что имеет большое значение при сквозных ранениях, когда пуля не обнаружена. Барий, который входит в состав пороха, инициирующего вещества, в материал капсюля и снаряда, является наиболее информативным для определения дистанции выстрела [4].



При поражении техническим электричеством установление основного металла токонесущего проводника, а также идентификации зон входа-выхода электрического тока на поврежденных участках кожи определяют по наличию или отсутствию таких химических элементов как медь, железо, цинк, марганец, олово, алюминий, свинец, хром, титан, никель [3].



Одним из наиболее сложных направлений исследований является определение катионов металлов в случаях подозрений на отравление солями металлов. Данный вид исследований является одним из самых сложных исследований, так как традиционные методы (минерализация с последующим дробным анализом по методу А.Н. Крыловой) являются трудоемкими, требующими соответствующих навыков персонала отделений (которыми молодое поколение практически не владеет), различных химических реактивов (некоторые уже изъяты из оборота). Оценка результата определения основана на визуальной оценке окраски растворов экспертом, что не отвечает современным требованиям к доказательной базе судебно-химического заключения. В настоящее время проведение данных исследований возможно только с применением современных аналитических методов (эмиссионно-спектральных, атомно-абсорбционных и т.д.), в рамках деятельности спектральной лаборатории или соответствующих специалистов в судебно-химических отделениях. В условиях нашего отделения все исследования на «металлические яды» проводятся в спектральной лаборатории. Следует обратить внимание, что токсические и летальные дозы значительно отличаются, как между собой, так и по элементам. Так, например, токсическая доза бария составляет 0,2 г, а летальная в 10 раз больше - 2 г. Летальные дозы могут превышать токсические от 10 до 10000 раз [2]. Содержание одного и того же катиона может значительно различаться в разных объектах из-за неравномерного распределения элементов в организме. Именно

поэтому очень важно для проведения анализов в случаях отравлений неизвестными веществами использовать аналитический метод, позволяющий определять значительный перечень катионов металлов в широком диапазоне концентраций.

Основной особенностью объектов, анализируемых при производстве судебно-медицинских экспертиз, является необходимость удаления органической матрицы без потерь определяемых элементов.

Для проведения достоверных спектральных исследований необходимо создание условий, исключающих попадание металлов и их солей из окружающей среды лаборатории в пробы; наличие химических реактивов соответствующей чистоты без примесей металлов и их солей; правильный забор объектов для анализа, исключающих загрязнение проб. Для выполнения всех вышеприведенных условий целесообразно при закупке аналитического оборудования проводить сразу комплексное оснащение спектральной лаборатории.



В нашей лаборатории была осуществлена комплексная поставка оборудования, включающая:



Подготовка пробы и проведение анализа

В судебной медицине основным методом пробоподготовки объектов является мокрое озоление. В лаборатории пробоподготовка проводится по следующей методике:

- Навески контрольных образцов, навески исследуемых объектов по отдельности помещают в стаканы лабораторные термостойкие.
- Добавляют 70 %-ую азотную кислоту (о. с. ч.), очищенную в системе глубокой очистки кислот АОК-70 и 33%-ую перекись водорода в пропорции 3 : 1. Оставляют при комнатной температуре до прекращения реакции.
- Затем минерализацию проводят в системе электротермической пробоподготовки DigiBlock ED16S при температуре 120 °С.
- Полученные минерализаты фильтруют через обеззолненные бумажные фильтры и доводят деионизированной водой, полученной в водоочистительной установке со сверхточной степенью очистки GWB-1 с сопротивлением 18.2 МОм*см, до определенного объема [1].

Параллельно при тех же условиях проводят пробоподготовку контрольной пробы на чистоту реактивов. Одновременно готовят растворы градуировочных образцов из растворов стандартных образцов МЭС-1, МЭС-2, МЭС-3. Все лабораторные процедуры, за исключением минерализации, проводят в обеспыленном лаборатор-

ном рабочем месте, которое позволяет максимально обезопасить процесс пробоподготовки практически от всех внешних источников загрязнений: пыли, аэрозолей, реактивов и т.д. Система глубокой очистки кислот позволяет доочищать кислоту в условиях лаборатории и значительно экономить на закупках особо чистой кислоты.

Для каждого вида исследований (по видам травм) созданы приборные методы по определенному набору элементов. Анализируются контрольная проба реактивов, пробы образцов сравнения и пробы исследуемого объекта. Время исследования одного объекта составляет примерно 1.5 – 2 мин. Но необходимо учитывать, что время выхода на рабочий режим составляет 40 минут, в процессе анализа объектов прибору необходимо время на промывку системы между анализируемыми объектами. За недолгий период эксплуатации оптического эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой Expec PlaAr AES V было исследовано более 300 биологических объектов и растворов. Нами были получены данные о естественном содержании 22-х элементов в биотканях и биожидкостях. В настоящее время в нашей лаборатории также проводятся исследования по определению естественного содержания химических элементов в волосах, ногтях и костях человека.

Заключение

- ОЭС Expec PlaAr AES V позволяет в полном объеме решать задачи по определению привнесенных металлов при судебно-медицинских исследованиях на современном научном уровне с наглядной иллюстрацией результатов анализов;
- Комплексное оснащение спектральной лаборатории оборудованием для пробоподготовки значительно повышает качество проб, за счет снижения загрязнения металлами из окружающей среды;
- Возможность определения широкого спектра металлов с их количественной оценкой открывает большие перспективы для спектральных исследований в токсикологии и судебной медицине.

Литература

1. Вергун О.М. Методика микроволнового разложения биологических объектов человеческого организма для количественного определения солей тяжелых металлов и микроэлементов / О. М. Вергун, Л. М. Боровикова / БГМУ в авангарде медицинской науки и практики: сб. науч. тр. / Белорус. гос. мед. ун-т; под ред. А. В. Сикорского, О. К. Дорониной. - Вып. 6. - Минск: РНМБ, 2016. - с. 215-218.
2. Илларионова Е. А. Химико - токсикологический анализ тяжелых металлов: учебное пособие / Е. А. Илларионова, И. П. Сыроватский. ГФБОУ ВО ИГМУ Минздрава России, кафедра фармацевтической и токсикологической химии. Иркутск: ИГМУ, 2016. - 58 с.
3. Назаров Г. Н. Методы спектрального анализа в судебной медицине. / Г. Н. Назаров, Т. Ф. Макаренко. Москва: МНПП "ЭСИ", 1994. - 360 с.
4. Светлолобов Д. Ю. Критерий установления расстояния выстрела из огнестрельного оружия ограниченного поражения с использованием морфологических признаков поврежденных и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. / Д. Ю. Светлолобов, И. С. Лузанова, И. В. Демидов, Ю. В. Зорин, М. А. Сонис, А. С. Лихачев // Судебно-медицинская экспертиза №4, М., 2013. - с. 11-15.

ПРЯМОЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ НЕФТЕПРОДУКТОВ МЕТОДОМ ИСП-АЭС

с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec с использованием приставки для анализа образцов с органической матрицей TC-100

Введение

Элементный анализ нефтепродуктов, органических растворителей и различных видов топлива является актуальной задачей на протяжении уже долгого времени. Многие элементы, содержащиеся в продуктах переработки нефти даже в следовых концентрациях, являются каталитическими ядами, что приводит к коррозии оборудования. Содержание других элементов необходимо для изучения механизмов образования нефти.

Сегодня для определения элементного состава нефтепродуктов используются следующие методы анализа:

- атомно-абсорбционная спектрометрия (ААС),
- атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС),
- масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС),

- рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) и др.

Наиболее оптимальным и экспрессным методом для элементного анализа нефтепродуктов является метод ИСП-АЭС. Основная проблема при прямом вводе органических образцов – интенсивное отложение углерода на горелке и интерфейсе, а также снижение стабильности плазмы.

В данной статье приведен эксперимент по определению содержания ряда элементов в пробах моторного масла методом ИСП-АЭС с использованием атомно-эмиссионного спектрометра EXPEC PlaAr AES V с системой дожига органики TC-100, которая включает в себя модуль ввода кислорода в плазму и распылительную камеру с возможностью охлаждения, что позволяет анализировать такие образцы напрямую, без предварительного трудозатратного разложения.

EXPEC
TECHNOLOGY



Оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlaAr AES V марки Expec;

Аналитические весы ВЛА-225МА марки Госметр;

Приставка для анализа образцов с органической матрицей TC-100;

Программное обеспечение EXPEC PlaAr WS.



Подготовка пробы

- Перед проведением измерений образцы моторного масла разбавляли в 10 раз весовым способом. Для этого в колбу вместимостью 25 см³ отбирали навеску образца массой 1.00 г и до 10.00 г доводили керосином, после чего тщательно перемешивали.
- Для построения градуировочной зависимости использовали стандартные образцы, полученные последовательным весовым разбавлением стандартного образца Conostan S-21+2.

Проведение анализа

Из всех параметров работы спектрометра наибольшее влияние на стабильность плазмы и значения пределов обнаружения оказывает мощность генератора, значение скорости потоков газа носителя и кислорода. Уменьшение количества образца (растворителя и пробы), вводимого в плазму, снижает нагрузку на плазму, делая ее более стабильной. Увеличение потока кислорода не только способствует уменьшению интенсивного отложения углерода на орифисе и инжекторе горелки,

но и одновременно может приводить к ухудшению пределов обнаружения для некоторых линий, находящихся в ультрафиолетовой области за счет наложения спектральных помех от кислородсодержащих молекул. В программном обеспечении EXPEC PlaAr WS были подобраны оптимальные параметры анализа, при которых достигается стабильность плазмы и низкие пределы обнаружения для всех спектральных линий (приведены в Таблице 1).

По подобранным условиям была построена градуировочная зависимость и проведены измерения растворов моторного масла.

Результаты измерения представлены в Таблице 2. Кроме того, в Таблице 2 приведены референтные значения содержания элементов, полученные традиционным способом с предварительным кислотным разложением проб.

| Параметр | Значение параметра | |
|---|--------------------|------|
| Мощность ВЧ-генератора, Вт | 1600 | |
| Скорость потока газа, л/мин | Носитель | 0.35 |
| | Вспомогательный | 1.50 |
| | Плазмообразующий | 16.0 |
| | Кислород | 40 |
| Температура распылительной камеры, °С | Room temperature | |
| Скорость вращения насоса для подачи пробы, об/мин | 25 | |
| Обзор плазмы | аксиальный | |
| Время экспозиции, с | 25 | |

Таблица 1 – Параметры анализа

| Элемент | Содержание определяемых элементов, мг/кг | | | | | | ПО, мг/кг |
|---------|--|--------------------|-----------------|--------------------|-----------------|--------------------|-----------|
| | Моторное масло1 | | Моторное масло2 | | Моторное масло3 | | |
| | Прямой ввод | Референтные данные | Прямой ввод | Референтные данные | Прямой ввод | Референтные данные | |
| Al | 6.5 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | < ПО | 0.03 |
| Ba | 7.9 | 7 | 1.5 | 2 | < ПО | < ПО | 0.005 |
| Ca | 2152 | 2160 | 3.8 | 4 | 3883 | 3900 | 0.01 |
| Cr | 6.1 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | 0 | 0.01 |
| Cu | 7.6 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | 0 | 0.01 |
| Fe | 7.3 | 7 | < ПО | < ПО | 15.4 | 15 | 0.01 |
| Pb | 6.6 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | 2 | 0.05 |
| Mg | 558 | 504 | < ПО | < ПО | 13.6 | 12 | 0.005 |
| Mn | 7.7 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | 0 | 0.005 |
| Mo | 55 | 45 | < ПО | < ПО | 49.4 | 43 | 0.02 |
| Ni | 7.2 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | 0 | 0.02 |
| P | 760 | 961 | 304 | 357 | 1028 | 994 | 0.5 |
| Na | 7.8 | 7 | < ПО | < ПО | < ПО | < ПО | 0.03 |
| Si | 13.9 | 12 | < ПО | < ПО | 6.3 | < ПО | 0.05 |
| Sn | 5.8 | 5 | < ПО | < ПО | < ПО | < ПО | 0.05 |
| Ti | 7.5 | 6 | 22.8 | 21 | < ПО | < ПО | 0.005 |
| V | 7.3 | 6 | < ПО | < ПО | < ПО | < ПО | 0.005 |
| Zn | 1270 | 1150 | 16.1 | 16 | 1237 | 1160 | 0.01 |

Таблица 2 – Результаты измерений

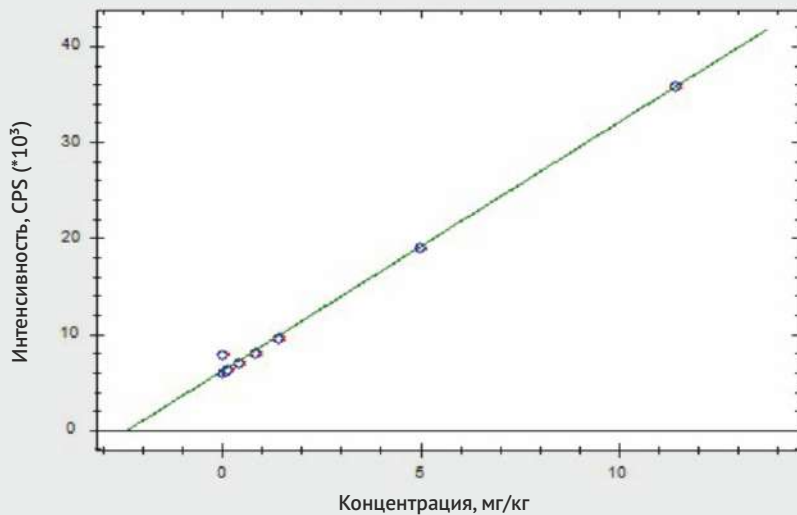
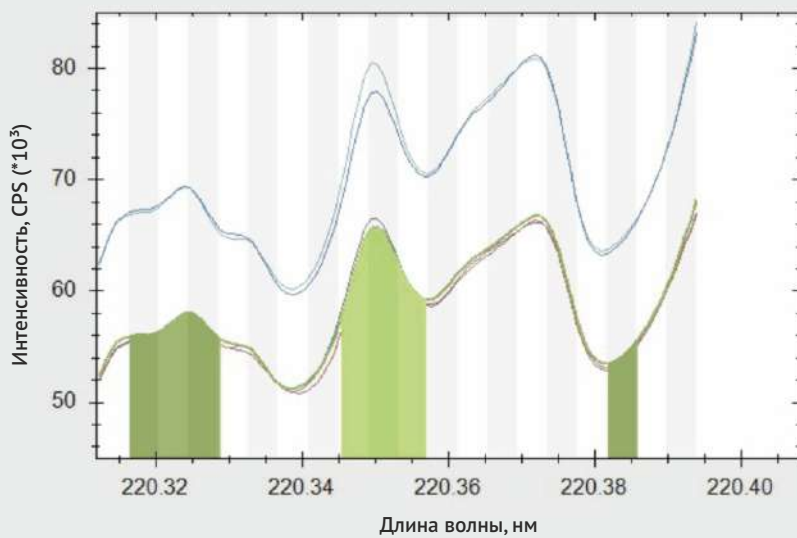


Рисунок 1 - Градуировочная зависимость для Pb 220,353 нм



- L
- C
- R
- St-4
- Blank
- St-3
- St-5
- A-40-1-2023 (1)

Рисунок 2 - Профили сигналов для Pb 220,353 нм

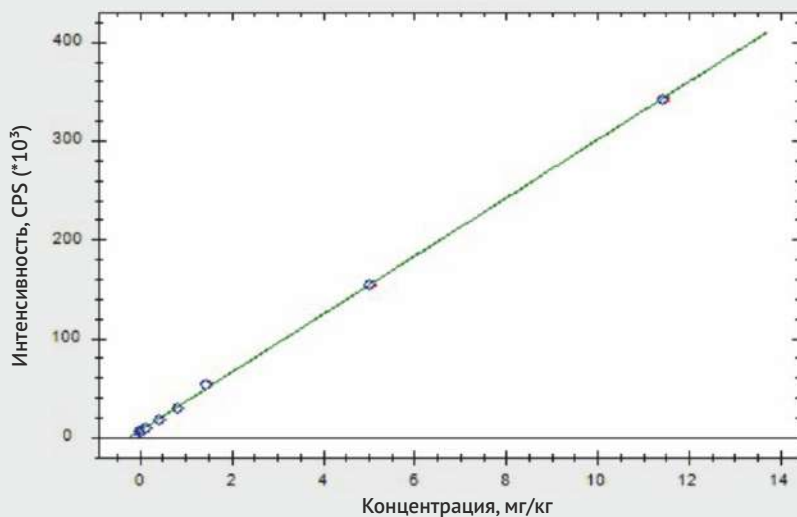
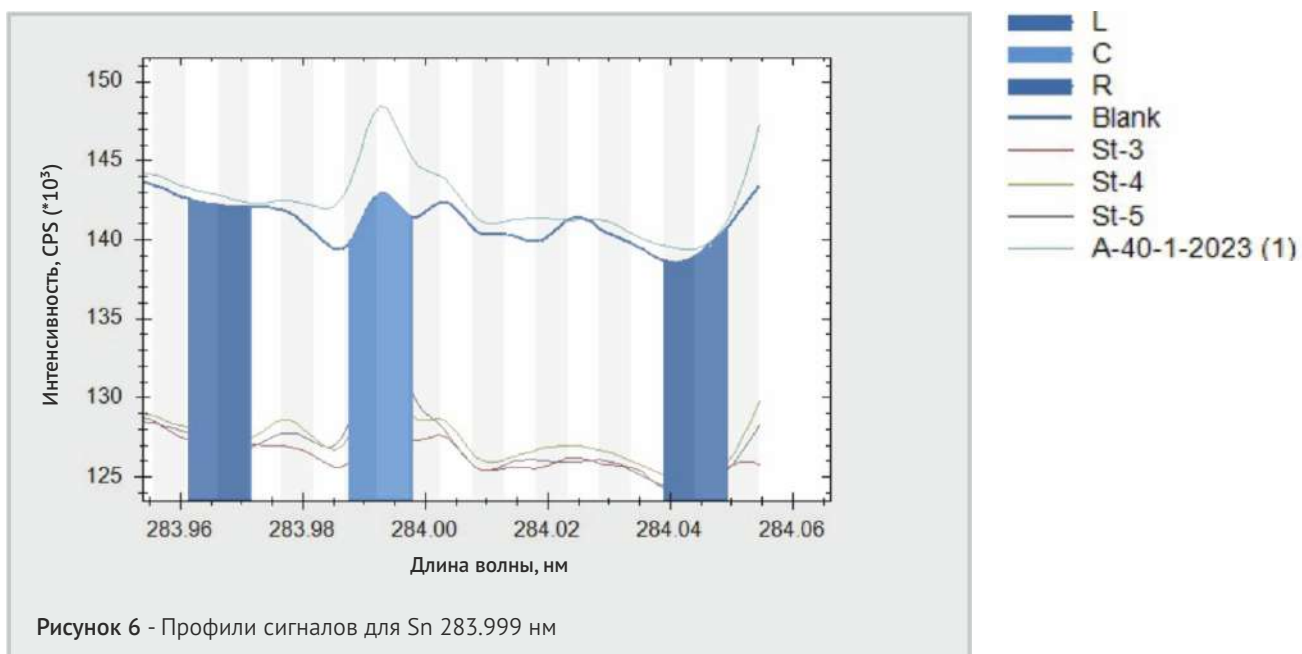
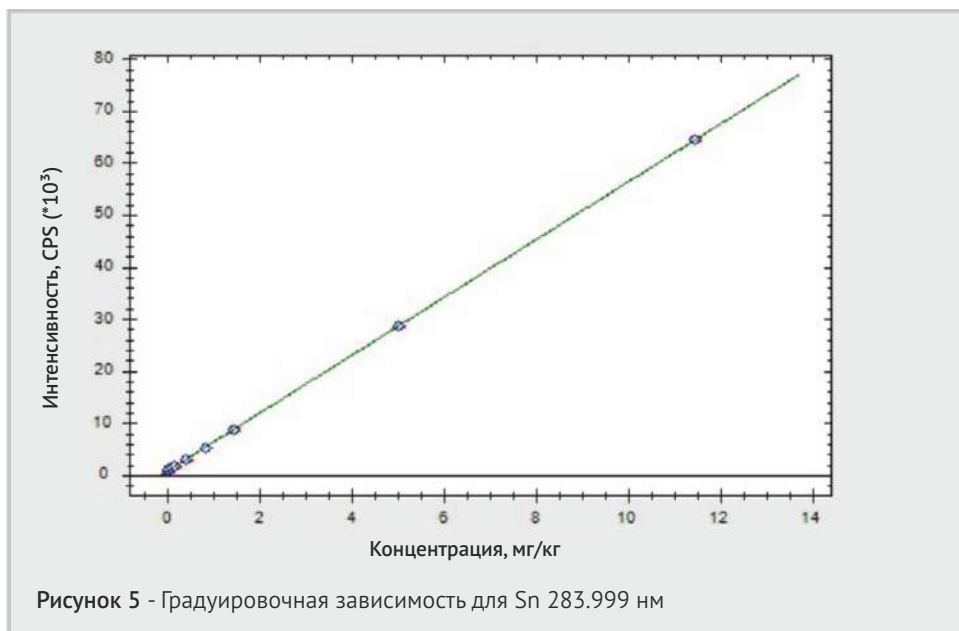
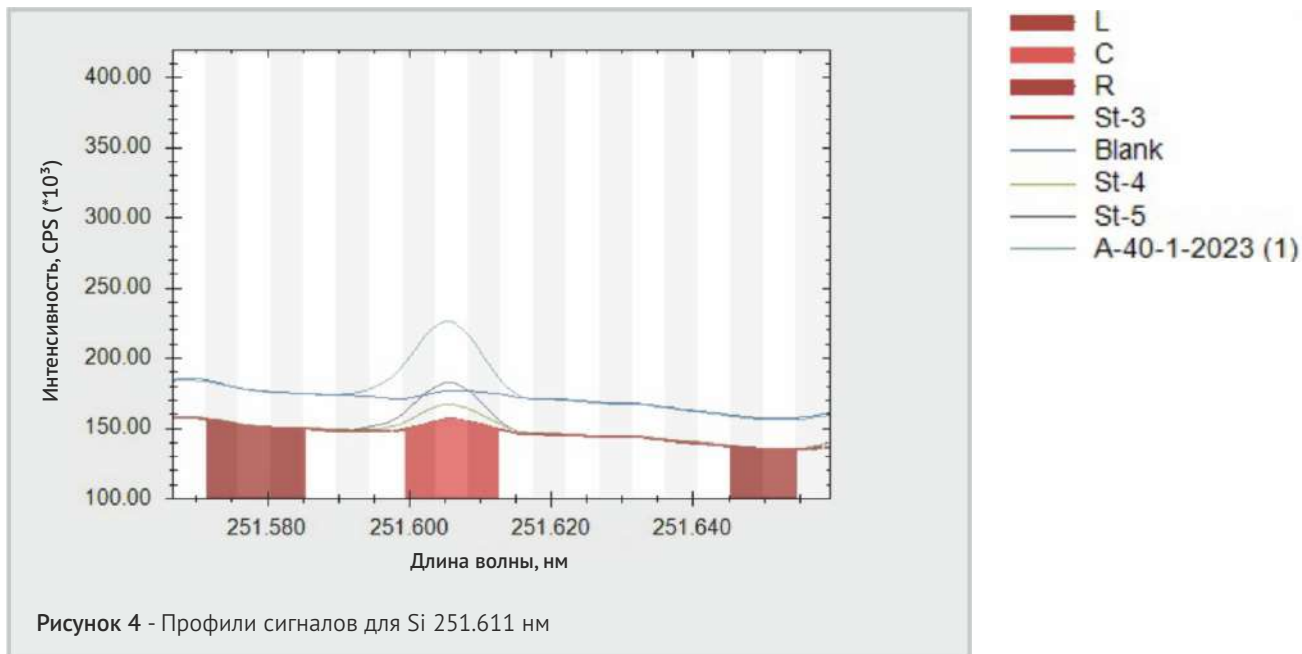
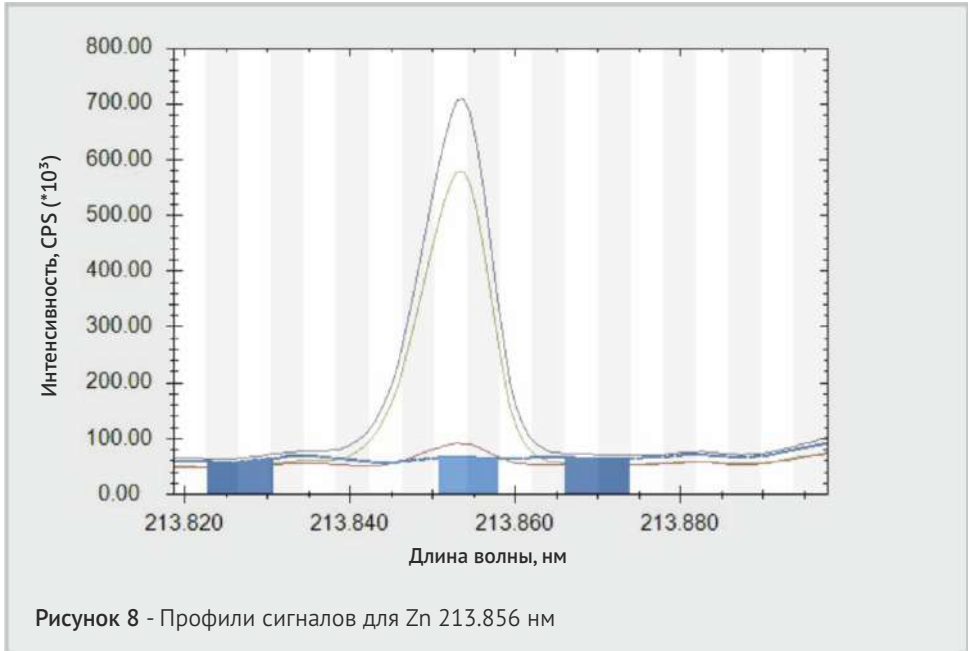
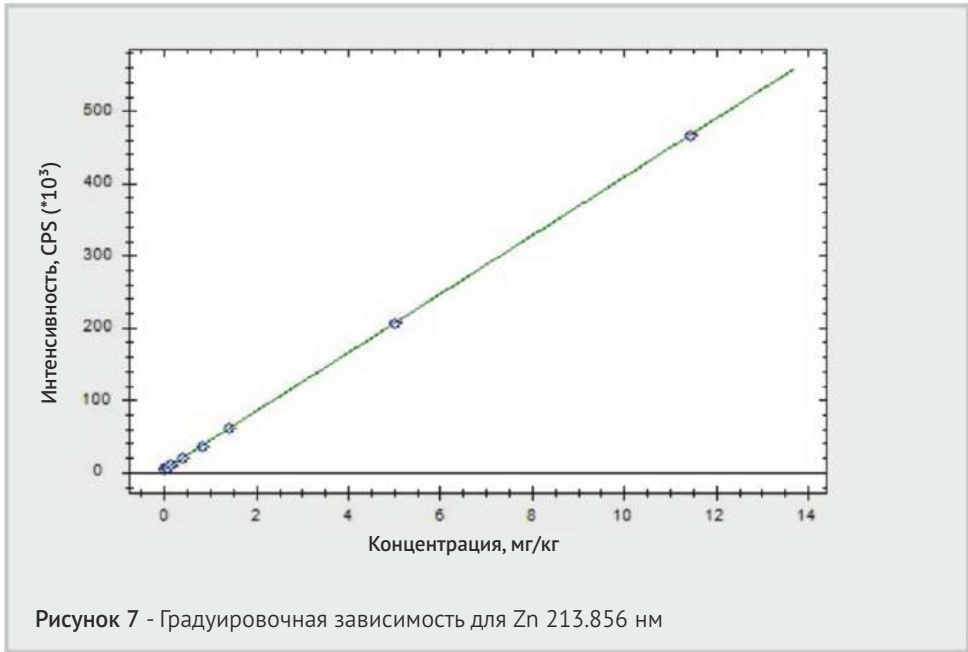


Рисунок 3 - Градуировочная зависимость для Si 251,611 нм

На рисунках представлены градуировочные зависимости и профили линий для некоторых элементов.





Заключение

Были проанализированы образцы моторного масла с известным содержанием на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAaG AES V. Результаты измерений, полученные без предварительной пробоподготовки, сопоставимы с референтными данными, полученными традиционным способом с предварительным кислотным разложением проб. Таким образом, атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой EXPEC PlAaG AES V с применением системы для анализа образцов с органической матрицей TC-100 позволяет проводить экспрессный анализ образцов с органической матрицей, например, нефтепродуктов и масел, и определять следовые содержания элементов в этих продуктах.

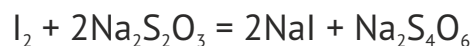
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНОГО ЧИСЛА ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА

с применением автоматического титратора Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616

Введение

Технический углерод – это высокодисперсный углеродный продукт, поверхность частиц которого характеризуется шероховатостью за счет наползающих друг на друга слоев углерода. Данный продукт находит широкое применение в производстве резин и пластмасс. Одной из основных характеристик, определяющих свойства технического углерода, является его удельная поверхность, которую косвенно определяют через йодное число. Данный показатель характеризует полную поверхность частиц с учетом шероховатостей. Помимо прочего, при старении технического углерода его удельная поверхность и, следовательно, йодное число снижаются. Таким образом, йодное число позволяет контролировать качество и стабильность получаемого технического углерода. Йодное число определяется йодометрическим титрованием. Классичес-

кое ручное титрование сильно зависит от навыков оператора и крайне времязатратно. Использование автоматического титратора T960Pro с автоподатчиком T9616 фирмы Nanon позволяет увеличить пропускную способность лаборатории с сохранением высокой точности и воспроизводимости результатов титрования. Сущность метода заключается в адсорбции йода навеской технического углерода и далее титровании остатков йода с помощью тиосульфата натрия по окислительно-восстановительной реакции:



Цель анализа

Определение йодного числа технического углерода с применением автоматического титратора Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616.



Подготовка пробы

- Предварительно устанавливали концентрацию тиосульфата натрия, которая составила - 0.03941 моль/л.
- Образец технического углерода марки №550 высушивали в течение часа при температуре 105 °С, после чего помещали образец в эксикатор для охлаждения до комнатной температуры. Далее быстро отбирали навески 0.500 г с точностью до 0.1 мг на аналитических весах в центрифужные пластиковые пробирки на 50 мл. Приливали 25 мл раствора йода и встряхивали на шейкере в течение 3 минут, после чего центрифугировали полученную взвесь.
- После центрифугирования декантировали раствор йода и отбирали его аликвоту в объеме 20 мл для последующего титрования тиосульфатом натрия.
- Параллельно с приготовлением испытуемой пробы проводили пробоподготовку холостой пробы аналогичным образом, но без образца технического углерода. Пробоподготовка как испытуемой, так и холостой пробы осуществлялась в двух параллелях для контроля сходимости полученных результатов.

 **Nanon**



Оборудование

Автоматический титратор Nanon T960Pro с автоподатчиком T9616;

Сушильный шкаф SNOL 67/350;

 **ГОСМЕТР**



Аналитические веса ВЛА-220МА марки Госметр;

 **LabTech**



Центрифуга лабораторная Labtech 1580R.

Проведение анализа

Титрование проводили с помощью автоматического титратора Nanop T960Pro с автоподатчиком T9616 в режиме динамического титрования с использованием платинового измерительного электрода и каломельного электрода сравнения. Параметры метода титрования приведены в **Таблице 1**.

Результаты

В качестве результата принимали среднее арифметическое результата двух параллельных измерений. Расчет результатов проводился по **Формуле 1**.

$$I = 126.9 * (V_4 - V) * \frac{C_1 * 25}{m * V_6},$$

Формула 1

где I – Йодное число, г/кг

V_4 – Объем титранта, израсходованного на титрование холостой пробы, мл;

V – Объем титранта, израсходованного на титрование испытуемой пробы, мл;

V_6 – Объем аликвоты стандартного раствора йода, мл;

C_1 – Концентрация раствора титранта, моль/л;

m – Масса навески испытуемой пробы, г

| | |
|---|------|
| Объем бюретки, мл | 10 |
| Скорость перемешивания | 3 |
| Время предварительно перемешивания, с | 10 |
| Объем предварительного дозирования, мл | 12.5 |
| Время стабилизации потенциала, с | 3 |
| Потенциал стабилизации, мВ | 1 |
| Скачок дифф. кривой потенциала, (dE/dV) | 750 |

Таблица 1 – Параметры потенциометрического титрования

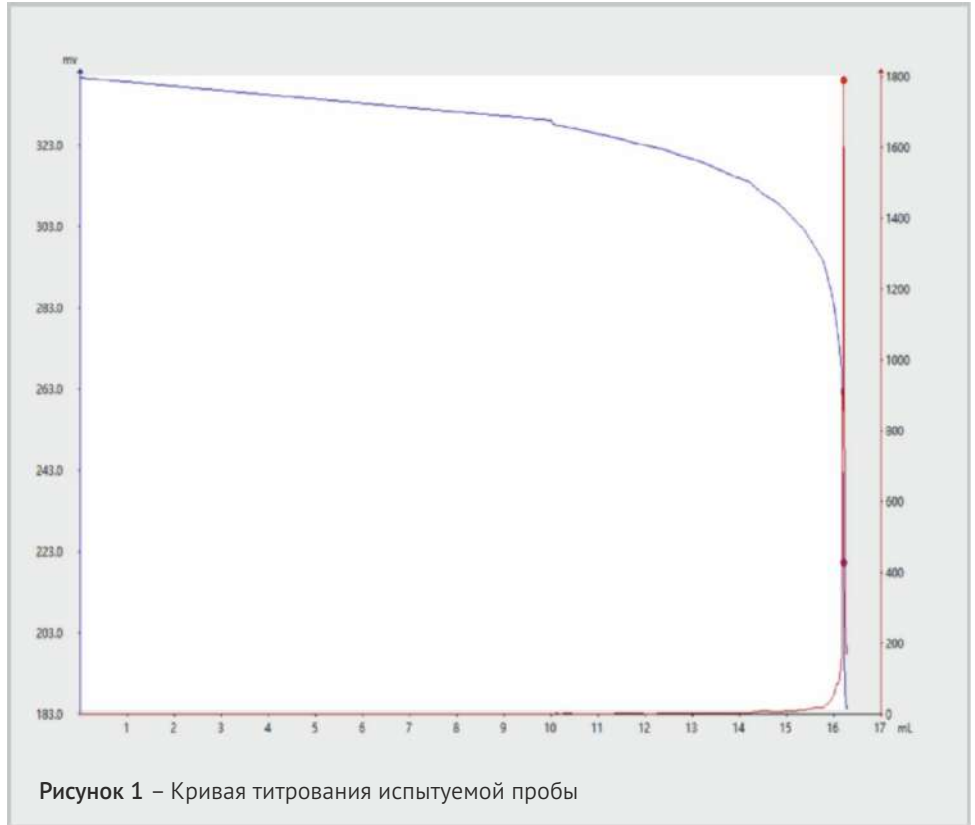


Рисунок 1 – Кривая титрования испытуемой пробы

| Проба | Масса навески, г | Объем титранта, мл | Йодное число, г/кг |
|------------|------------------|--------------------|--------------------|
| Холостая 1 | | 19.629 | |
| Холостая 2 | | 19.656 | |
| Среднее | | 19.643 | |
| RSD, % | | 0.10 | |
| Проба 1 | 0.4998 | 16.212 | 42.91 |
| Проба 2 | 0.5009 | 16.206 | 42.89 |
| Среднее | | 16.209 | 42.90 |
| RSD, % | | 0.03 | 0.03 |

Таблица 2 – Результаты испытания проб

Заключение

Результаты показывают, что автоматический титратор Nanop T960Pro с автоподатчиком T9616 обеспечивает высокую точность и сходимости результатов анализа. Сочетание автоматического титратора и автоподатчика проб позволяет проводить анализы достаточно быстро и эффективно.

Полученные результаты представлены в **Таблице 2**. Относительное стандартное отклонение результатов холостых и испытуемых проб составило 0.10 % и 0.03 %, соответственно.

Йодное число образца технического углерода марки №550 составило 42.90 г/кг. Норма по ТУ 2166-003-61513848-2015 43 ± 4 г/кг.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В ЖИДКИХ ДЕТЕРГЕНТАХ

с применением комбинированного титратора Фишера VCKF марки SILab

Введение

Содержание воды в жидких детергентах должно контролироваться в обозначенных рамках для достижения их химической стабильности и воспроизводимости состава. Однако сопутствующие органические компоненты обладают летучестью, что делает невозможным определение воды классическим гравиметрическим методом, а использование метода дистилляции является достаточно трудоемким процессом. Наиболее эффективным и точным методом в таком случае является титрование по Карлу Фишеру с применением комбинированного титратора Фишера VCKF марки SILab.



Цель анализа

Определение содержания воды в жидком гель-концентрате для стирки с применением комбинированного титратора Фишера VCKF марки SILab в режиме волюметрического титрования.

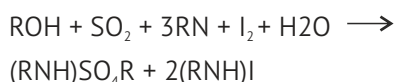
Результаты

В Таблице 1 представлены результаты определения воды в анализируемой пробе. Относительное стандартное отклонение составило 0.8 %

| Проба | M _a , мг | V _T , мл | M _a ^{H₂O} , мг | W _x ^{H₂O} , % |
|---------|---------------------|---------------------|---|--|
| № 1 | 57.7 | 1.411 | 7.160 | 12.40 |
| № 2 | 84,0 | 2.039 | 10.351 | 12.32 |
| № 3 | 78.6 | 1.890 | 9.594 | 12.20 |
| Среднее | | | | 12.31 |
| RSD, % | | | | 0.8 |

Таблица 1 – Результаты определения воды в пробе жидкого гель-концентрата для стирки

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



Таким образом, использование титрования по Карлу Фишеру с применением комбинированного титратора VCKF марки SILab для определения содержания воды позволяет значительно сократить время, затрачиваемое на анализ, а также повысить его точность и правильность. Так как обычно моющие жидкие концентраты содержат достаточно большое количество воды, для их анализа следует использовать волюметрическое титрование по Карлу Фишеру.

Подготовка пробы

Объектом анализа выступал жидкий гель-концентрат для стирки. Измерения проводили с помощью комбинированного титратора Фишера VCKF марки SILab в режиме волюметрического титрования. В качестве реактивов использовали титрант Аква М – Титрант 5 MN кат. № 801 и сольвент Аква М – Сольвент кат. № 800.

SILAB
Simply Intelligent



Оборудование

Комбинированный титратор Фишера VCKF марки SILab;

Аналитические весы ВЛА-220МА марки Госметр.

Проведение анализа

- Для установления титра был использован стандарт воды Аква М 5 мг/г кат. № 802. Титр составил 5.076 мг/мл (паспортное значение 5.10 ± 0.50 мг/мл).
- Перед отбором аликвоты проба гель-концентрата тщательно перемешивалась, далее аликвоты отбирались с помощью микрошприца на 100 мкл. Ввод в волюметрическую ячейку титрования осуществлялся напрямую через силиконовую септу с помощью микрошприца.

V_T – Объем титранта, пошедшего на титрование;
M_a – Масса аликвоты;
M_a^{H₂O} – Масса воды в аликвоты;
W_x^{H₂O} – Концентрация воды в пробе.

Заключение

Таким образом, титратор SILab VCKF обеспечивает высокую воспроизводимость результатов анализа. Измерение в режиме волюметрического титрования позволяет определять воду от 0.1 до 250 мг, что крайне актуально при работе с образцами, содержание воды в которых варьируется в широком диапазоне.



labconcept.ru



Санкт-Петербург

В.О., 26-я линия, д. 15, корп. 8,
литера А, офис 9.08



+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