

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

хроматографа газового портативного "Хроматэк - Газохром 2000"

МЕТОДИКА

клинических медицинских испытаний

хроматографа газового портативного "Хроматэк - Газохром 2000"

1. Вводная часть.

1.1. Наименование объекта: хроматограф газовый портативный "Хроматэк - Газохром 2000", (далее - хроматограф), опытные образцы.

1.2. Цель испытаний: оценка возможности применения хроматографа для анализа спиртов (С1-С5) в биологических жидкостях и тканях человека.

1.3. Состав:

- хроматограф;
- персональный компьютер типа IBM;
- программное обеспечение, обеспечивающее: автоматическое формирование режимов анализа в соответствии с созданной и хранящейся в памяти компьютера методикой анализа, а также идентификацию анализируемых соединений по моделям, полученным в процессе градуировок;
- подготовленную для выполнения анализов хроматографическую колонку;
- дискету для персонального компьютера с методикой выполнения анализа спиртов (С1-С5) в биологических жидкостях и тканях человека.

1.4. Место проведения испытаний.

Испытания проводились с 1 ноября 2009 г. по 15 февраля 2010 г. в судебно-химическом отделении ГУ «Республиканское бюро судебно-медицинской экспертизы МЗ Республики Марий Эл».

2. Объем испытаний.

2.1. Судебно-химическая экспертиза биологических жидкостей и тканей на наличие алкоголя на детекторе по теплопроводности (ДТП).

3. Методика испытаний.

3.1. *Анализ спиртов в биологических жидкостях.*

Анализ спиртов (С1-С5) в биологических жидкостях производится в соответствии с методическими рекомендациями:

1. Методическое письмо «Об обнаружении и определении этилового алкоголя в крови и моче методом газо-жидкостной хроматографии», МЗ СССР, М., 1968 г.

2. Дополнение к методическому письму «Об обнаружении и определении этилового алкоголя в крови и моче методом газо-жидкостной хроматографии», МЗ СССР, М., 1971 г.

3. Методические рекомендации «О качественном обнаружении и количественном определении спиртов в крови и моче методом ГЖХ на аппаратно-программном комплексе «Кристалл 2000М», Йошкар-Ола, 2009 г.

Сущность метода заключается в превращении спиртов в алкилнитриты, которые затем подвергаются хроматографическому разделению.

Во флакон из дрота наливали 0,5 мл 50% раствора трихлоруксусной кислоты и 0,5 мл крови (мочи). После фиксации пробки к горловине флакона содержимое его тщательно взбалтывали, шприцем вводили 0,3 мл 30% раствора нитрита натрия, смесь взбалтывали. Через минуту шприцем отбирали 0,5 см³ парофазной пробы и вводили ее в инжектор хроматографа.

Условия хроматографического исследования:

- колонка металлическая, размером 3мм x 1,0-1,5 м;
- НЖФ 10% ДНФ на цветохроме, фракция 0,20-0,25 мм;
- температура термостатов: испарителя - 105 °С, колонок – 80-85 °С, детектора - 125 °С.;
- газ-носитель - азот (гелий), расход – 20-25 см³/мин.;
- детектор по теплопроводности (ДТП);
- объем пробы 0,5 см³.

Градуировка хроматографа производится по стандартным образцам этилового и пропилового спиртов.

Идентификация пиков обнаруженных веществ производится по временам удерживания этанола и пропанола, хранящихся в памяти компьютера.

Количественное определение искомым веществ производится методом внутреннего стандарта с использованием 0,4% раствора пропанола.

Результаты анализов приведены в таблице № 1

Таблица № 1. Время удерживания отдельных компонентов на ДТП.

№ п/п	Наименование	Неподвижные жидкие фазы		
		ДНФ 1м №15/теор.т. Тк-75°С, ГН-20	ДНФ 1,5м №102/теор.т. Тк-85°С, ГН-25	ДНФ 1,5м СКБ/ теор.т. Тк-85°С, ГН-25
1.	Метилнитрит	0,408/ 448	0,410/ 626	0,601/ 578
2.	Этилнитрит	0,593/ 557	0,622/ 731	0,892/ 619
3.	i-Пропилнитрит	0,813/ 722	0,876/ 802	1,251/ 702
4.	Пропилнитрит	1,026/ 780	1,115/ 860	1,586/ 723
5.	i-Бутилнитрит	1,510/ 846	1,661/ 840	2,356/ 705
6.	Бутилнитрит	2,094/ 916	2,310/ 920	3,283/ 747
7.	i-Пентилнитрит	3,417/1030	3,784/ 990	5,394/ 781
8.	Пентилнитрит	4,588/1045	5,071/ 992	7,265/ 853

Расчет по компонентам

Время, мин	Компонент	Группа	Площадь	Высота	Теор. Тарелки	Концентрация	Ед. концентрации	Детектор
0.650	Этанол		4581.077	1279.939		3.988	Промилле	ДТП-1
1.115	Пропанол		3766.847	642.914		4.000	Промилле	ДТП-1

Хроматограммы

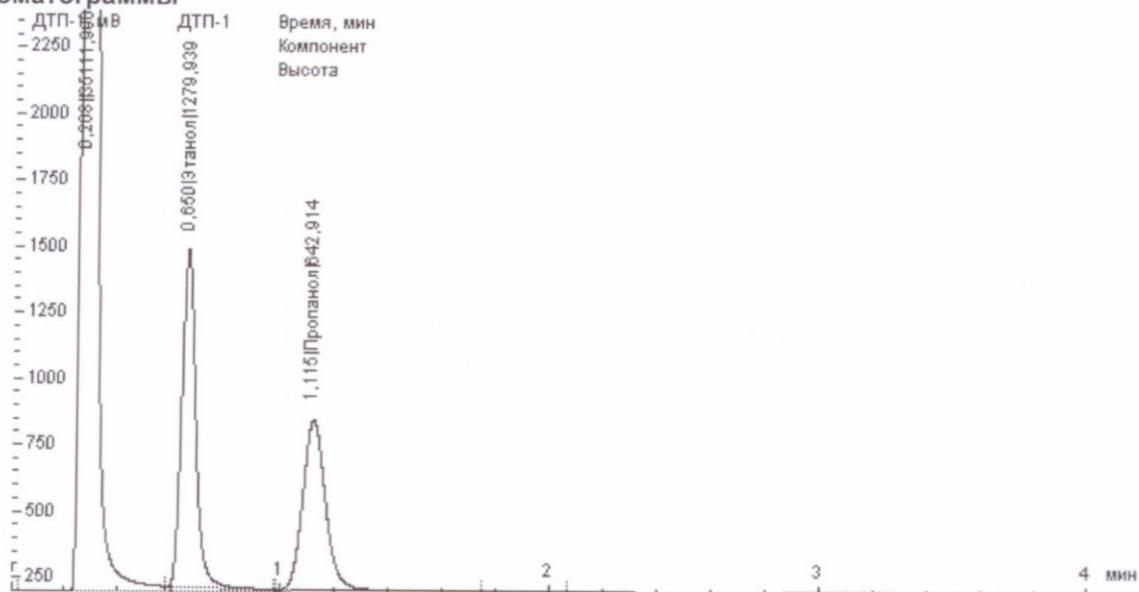


Рис.2. Хроматограмма 4%о раствора этанола и пропанола.

В результате построения калибровочных кривых получен хороший результат, СКО составило 0,93 %. После построения калибровочных кривых проводили сравнительные анализы на двух приборах. При этом сходимость результатов составила в пределах $\pm 0,1 - 0,2$ промилле.

Температура термостата колонок выходит на режим готовности примерно 30 – 40 мин., фон детектора стабилизируется также через 30 – 40 мин. Времена удерживания стабилизируются через 1 час после включения. На АПК «Кристалл 2000М» температура термостата колонок и фон детектора стабилизируется через 20 – 30 мин. Расход газа на АПК «Кристалл 2000М» на два рабочих детектора задается сравнительный газ по одному каналу, а на «Хроматэк - Газохром 2000» на один рабочий детектор задается столько же сравнительного газа.

Вывод: Хроматограф газовый портативный "Хроматэк - Газохром 2000" по всем параметрам вполне годен для производства судебно-химических экспертиз и химико-токсикологических исследований, для оснащения маленьких лабораторий.

С экономической точки зрения к недостаткам я бы отнес сравнительно большой расход газа-носителя по сравнению с АПК «Кристалл 2000М».

Зав. судебно-химическим отделением
ГУ «РБ СМЭ МЗ РМЭ»

Вед - В.А.СТЕПАНОВ