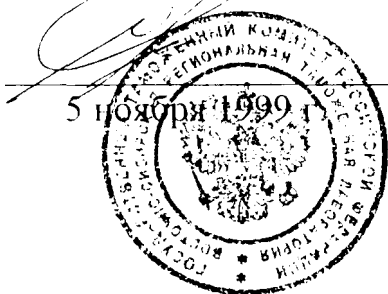


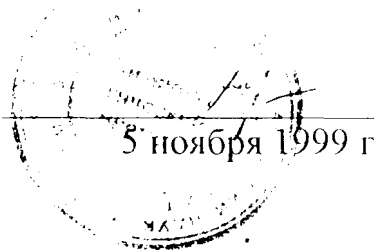
УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель начальника
Восточно-Сибирской региональной
таможенной лаборатории
Ю.М.Сапожников



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
Лимнологического института
Сибирского отделения РАН
Т.В.Ходжер



АКТ

испытания жидкостного хроматографа "Миллхром А-02"

на его пригодность для решения аналитических задач

таможенного контроля

Ведущий инженер
ЛИН СО РАН
Г.А.ФЕДОРОВА

4 ноября 1999 г.

Ведущий инспектор
ВСРТЛ
Ю.А.Чувашов

4 ноября 1999

Иркутск. 1999

Испытания хроматографа "Милихром А-02" (ЗАО "ЭкоНова", Новосибирск) проводились на образцах, предоставленных Центральной таможенной лабораторией (ЦТЛ), и Восточно-Сибирской региональной таможенной лабораторией (ВСРТЛ, Иркутск).

Перечень образцов и аналитическая задача:

№ п/п	№ образца	Образец	Аналитическая задача
1	1-ЦТЛ	Контрольный раствор 6 оксикислот с концентрацией каждой 1 г/л	Разделить смесь и оценить погрешность анализа
2	2-ЦТЛ	Сусло виноградное	Определить содержание оксикислот
3	3-ЦТЛ	«Крымский бальзам»	Оценить количество компонентов по числу разделенных хроматографических пиков
4	4-ЦТЛ	Соевое масло	Показать возможность определения триглицеридов ненасыщенных жирных кислот
5	1-ТЛ	Вино	Определить содержание оксикислот
6	2-ТЛ	Вино	Тоже
7	3-ТЛ	Фруктовый сок	Тоже
8	4-ТЛ	Фруктовый сок	Тоже
9	6-ТЛ	Фруктовый сок	Тоже

Работа выполнена на хроматографе "Милихром А-02" в лаборатории жидкостной хроматографии Лимнологического института Сибирского отделения РАН (Иркутск). Протоколы анализов прилагаются.

Результаты испытаний

1. Определение оксикислот

Определение оксикислот по методике, применяемой в ВСРТЛ, провести не удалось из-за отсутствия микроколонки с аналогичным сорбентом. Определение оксикислот проведено на микроколонке, упакованной сорбентом ProntoSil 120-5-C18 AQ и Nucleosil 100-5 C18 (см. приложения №№ 1-5, 9-14). Данная методика позволяет разделять оксикислоты с коэффициентом разделения $R_s > 1$, за исключением молочной и уксусной кислот, для которых $R_s = 0.55$. Т.к. методика не обеспечивает достаточно хорошую воспроизводимость времен удерживания лимонной и янтарной кислот, то идентификация пиков этих соединений в образцах проводилась методом добавок. Повышению надежности определения способствовало привлечение для идентификации спектральных отношений. По данной методике были проанализированы образцы №№ 2, 5-9. При анализе виноматериала и соков выяснилось, что мешающее влияние оказывают неидентифицированные компоненты, отсутствующие в контрольном образце №1, и, в связи с этим, погрешность определения указанных оксикислот оказалась выше. Погрешность определения оксикислот в контрольном образце №1 составила 0.7-2%.

2. "Крымский бальзам"

Оценка компонентного состава проводилась методом градиентной хроматографии при детекции на 8-ми длинах волн (Приложение 7). На хроматограмме выявлено 32 пика, площадь каждого из которых составляет более 1% от суммы площадей всех пиков.

Для сравнения приведена хроматограмма бальзама «Сибирь» (ЗАО "ВИНАП", Новосибирск), где выявлен 31 пик. Сравнительный анализ хроматограмм показывает, что данные образцы бальзамов имеют разный компонентный состав, определяемый их рецептурой.

3. Соевое масло

Определение триглицеридов ненасыщенных жирных кислот проводилось методом изократического элюирования (Приложение 8). Рекомендуемый ЦТЛ элюент для фазы Nucleosil 100-5 C 18 оказался недостаточно "сильным", и мы использовали смесь метанола с изопропанолом. На полученной хроматограмме видны 4 основных пика, которые, на основании литературных данных можно отнести к триглицеридам ненасыщенных жирных кислот. Асимметрия и значительная ширина пиков связаны с их неомогенностью, которая объясняется наличием в каждом пике набора триглицеридов с остатками ненасыщенных жирных кислот различной длины.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Испытания показали, что хроматограф "Милихром А-02" является вполне надежным прибором - за время проведения испытаний (2 недели) не было ни одного отказа.

Очевидным достоинством хроматографа является малый расход растворителей на 1 анализ, который по сравнению с расходом растворителей, характерных для обычных хроматографов, составляет всего 5-10%.

"Милихром А-02" является автоматическим полнокомплектным хроматографом, управляемым компьютерной программой, имеющий простой интерфейс пользователя на русском и английском языках.

В автоматическом режиме прибор может выполнять до 200 анализов 46-ти образцов.

Хроматограф снабжен сканирующим УФ-детектором (190-360 нм), который позволяет получать спектральную информацию, крайне полезную для более надежной идентификации пиков.

Важным является то, что "Милихром А-02" включен в Государственный реестр средств измерений Госстандарта РФ. Его метрологические характеристики не уступают аналогичным характеристикам зарубежных хроматографов.

Хроматограф имеет малые габаритные размеры и не требует для эксплуатации специального помещения.

К недостаткам прибора можно отнести следующее:

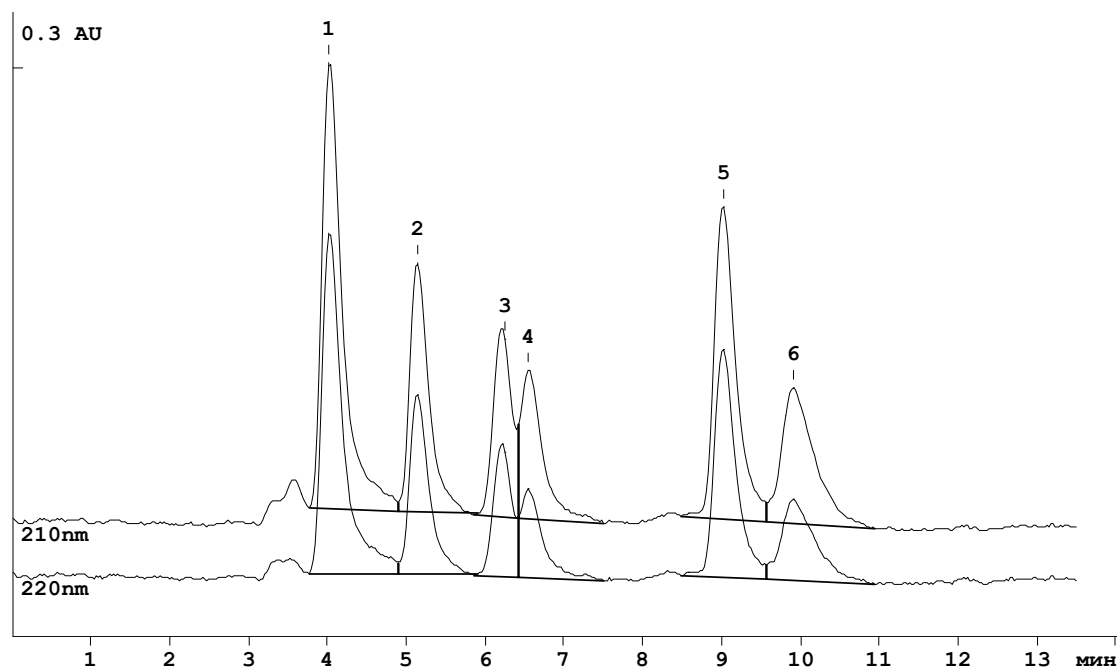
- хроматограф может работать только с одним типом колонок, поставщиком которых является фирма-производитель прибора;
- в автодозаторе хроматографа применяются пробирки только одного типа, которые закрываются одноразовыми пробками, что не дает возможность использовать дорогостоящие стандартные растворы многократно;

- хроматограф не позволяет применять в режиме градиентной хроматографии более 2-х смешиваемых растворов для формирования градиента подвижной фазы, тогда как некоторые зарубежные модели хроматографов смешивают до 4-х растворов.

Все вышеуказанные недостатки таковыми можно назвать условно, так как они вызваны особенностями конструкции "Милихрома А-02", являющегося микрочлочным хроматографом. Сравнение его с обычными хроматографами не вполне корректно, но аналогов в мире практически нет.

В качестве общего вывода можно сказать, что "Милихром А-02" вполне пригоден для решения типичных задач, стоящих перед таможенными лабораториями.

Дата: 03/11/1999 13:32:48
 Хроматограмма: Оксикислоты
 Дата запуска: 20/10/1999 13:31:10
 Файл: ST300001.chw
 Метод: custom.mtw Дата записи: 03/11/1999 12:41:12
 Оператор анализа: Федорова Г.
ПРОБА: Контрольный раствор оксикислот, 1г/л
 Объем: 2.0 µl
 Разведение: 1.00
КОЛОНКА: ProntoSil-120-5-C18 AQ
 Размер: 2.0x 75 mm
ПОДВ. ФАЗЫ: А-[4М LiClO4-0.2М H3PO4]-H2O=5:95; В-MeCN
 Элюент: 1%B
 Скорость подачи: 50 µl/min



No	Время мин	Площадь AU*сек	Конц. г/л	220nm	Название
1	4.01	4.695	1.01	0.771	Винная
2	5.12	2.424	0.99	0.704	Яблочная
3	6.23	1.652	0.99	0.701	Молочная
4	6.54	1.678	0.99	0.596	Уксусная
5	9.00	3.235	1.01	0.730	Лимонная
6	9.90	2.156	0.98	0.593	Янтарная