КРИМИНАЛИСТИКА

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

хроматэк

Определение спиртов в биологических жидкостях на портативном газовом хроматографе "Хроматэк-Газохром 2000"

Аннотация

Продемонстрирована возможность анализа спиртов в биологических жидкостях на портативном газовом хроматографе "Хроматэк-Газохром 2000". Время анализа составляет менее 3 мин.

Введение

Определение спиртов в биологических жидкостях является одной из актуальных задач в судебно-химической экспертизе. В Российской Федерации традиционно используется алкилнитритный метод анализа спиртов, разработанный В.Ф. Понамаревым в 1968 г. Метод анализа заключается в этерификации спиртов при добавлении нитрита натрия в присутствии трихлоруксусной кислоты. Химическая реакция проходит в течение 1 мин при комнатной температуре. Полученные нитриты спиртов переходят в газовую фазу, которая используется для проведения хроматографического анализа.

Методы анализа

ФР.1.31.2014.18053 Методика качественного обнаружения и измерения концентрации спиртов в крови и моче методом газожидкостной хроматографии на аппаратно-программном комплексе "Хроматэк-Кристалл"

Оборудование и материалы

- Портативный газовый хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000"
- Колонка 2 м × 2 мм 10 % ДНФ на хроматоне N-AW-DMCS
- Детектор – ДТП
- Газ-носитель – гелий

Режим анализа

Хроматограф	
Время анализа	5 мин
Колонка	
Расход газа-носителя (гелий)	20 мл/мин
Температура колонки	65 °C
Порт ввода	
Температура	105 °C
Детектор ДТП	
Расход газа сравнения (гелий)	20 мл/мин
Температура	160 °C

Экспериментальная часть

Градуировочные образцы метанола и этанола готовили из чистых веществ марки "х.ч. для хроматографии". Сначала приготавливали исходные растворы метанола и этанола в дистиллированной воде с концентрацией 2 %, из которых путем разбавления готовили водные растворы с концентрациями 0,4; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 ‰.

В качестве внутреннего стандарта был использован раствор н-пропанола в дистиллированной воде с концентрацией 0,4 ‰.

Растворы трихлоруксусной кислоты (50 %) и нитрита натрия (30 %) готовили растворением чистых веществ в дистиллированной воде.

Во флакон вместимостью 10 см^3 помещали 0,5 см^3 50 % раствора трихлоруксусной кислоты, 0,5 см^3 градуировочного раствора метанола и этанола, 0,5 см^3 раствора внутреннего стандарта *н*-пропанола. Флакон закупоривали резиновыми пробками с алюминиевыми колпачками. Далее шприцем через резиновую пробку во флакон вводили 0,3 см^3 30 % раствора нитрита натрия, содержимое флакона перемешивали, стеклянным газоплотным шприцем отбирали 0,5 см^3 паровой фазы и вводили в испаритель хроматографа.

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 показана хроматограмма анализа стандартного раствора с содержанием метанола, этанола 0,4 ‰ и внутреннего стандарта 4 ‰. Время удерживания последнего компонента (н-пропанол) около 2 мин, а длительность анализа составляет 3 мин. Данный метод определения спиртов является экспрессным, также при необходимости проведения большого количества анализов возможно использование двухканального хроматографа.

Несмотря на небольшую длительность анализа колонка с неподвижной фазой ДНФ обеспечивает хорошее разделение метанола и этанола, а также разделение метанола и воздуха. Последнее обстоятельство позволяет использовать детектор по теплопроводности (ДТП) в данном анализе. Преимущество использования ДТП заключается в использовании только газа-носителя, для его работы не требуются дополнительные газы (воздух и водород).

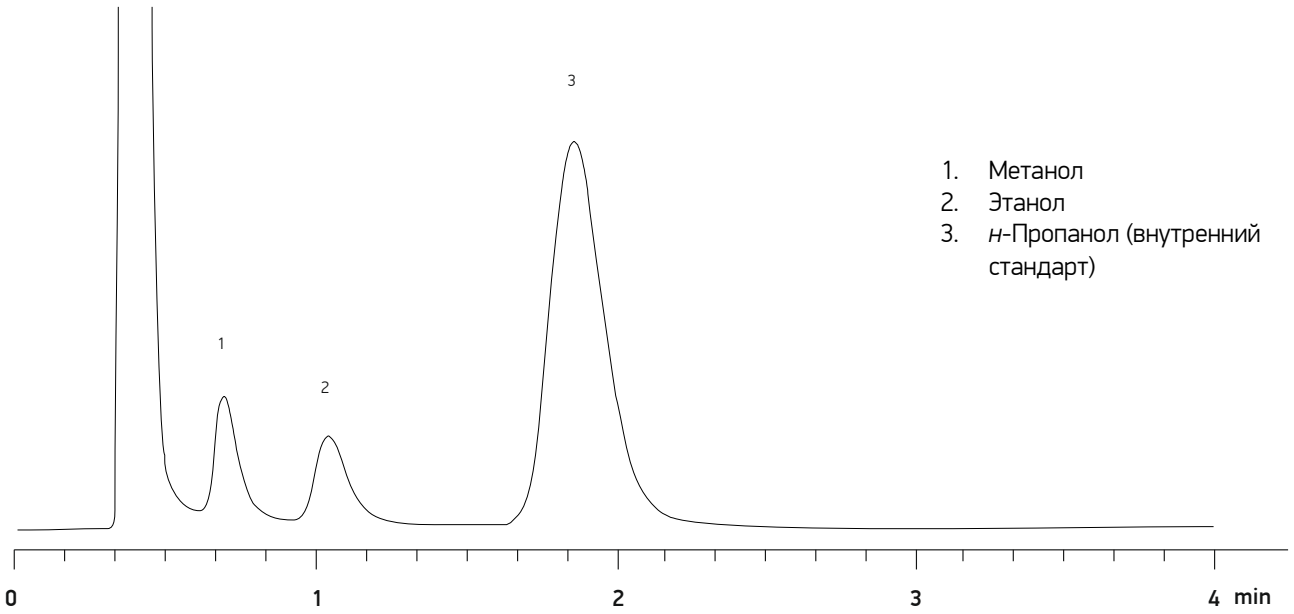


Рисунок 1 – Хроматограмма стандартного раствора (метанол и этанол 0,4 ‰, *н*-пропанол 4,0 ‰,)

Градуировочные зависимости анализируемых компонентов были построены в диапазоне концентраций от 0,4 до 6 ‰ (рисунки 2 и 3). Коэффициент детерминации градуировочной зависимости для метанола составил 0,99930 и 0,99977 для этанола.

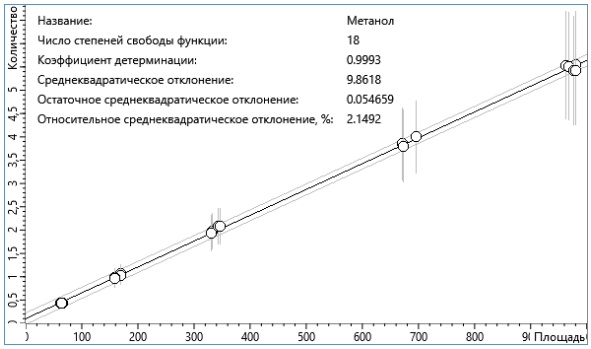


Рисунок 2 – Градуировочная зависимость метанола

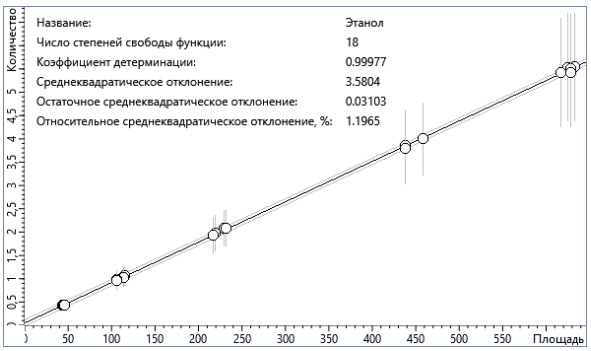


Рисунок 3 – Градуировочная зависимость метанола

Заключение

Портативный газовый хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000" может быть использован для экспрессного определение спиртов в биологических жидкостях алкилнитритным методом.

Предоставленная информация может быть изменена без предварительного уведомления
© ЗАО СКБ "Хроматэк". Все права защищены
Йошкар-Ола, Российская Федерация