

ИЗМЕРЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭТАНОЛА В КРОВИ И МОЧЕ НА ГАЗОВОМ ХРОМАТОГРАФЕ «МАЭСТРО-2» С ПЛАМЕННО-ИОНИЗАЦИОННЫМИ ДЕТЕКТОРАМИ

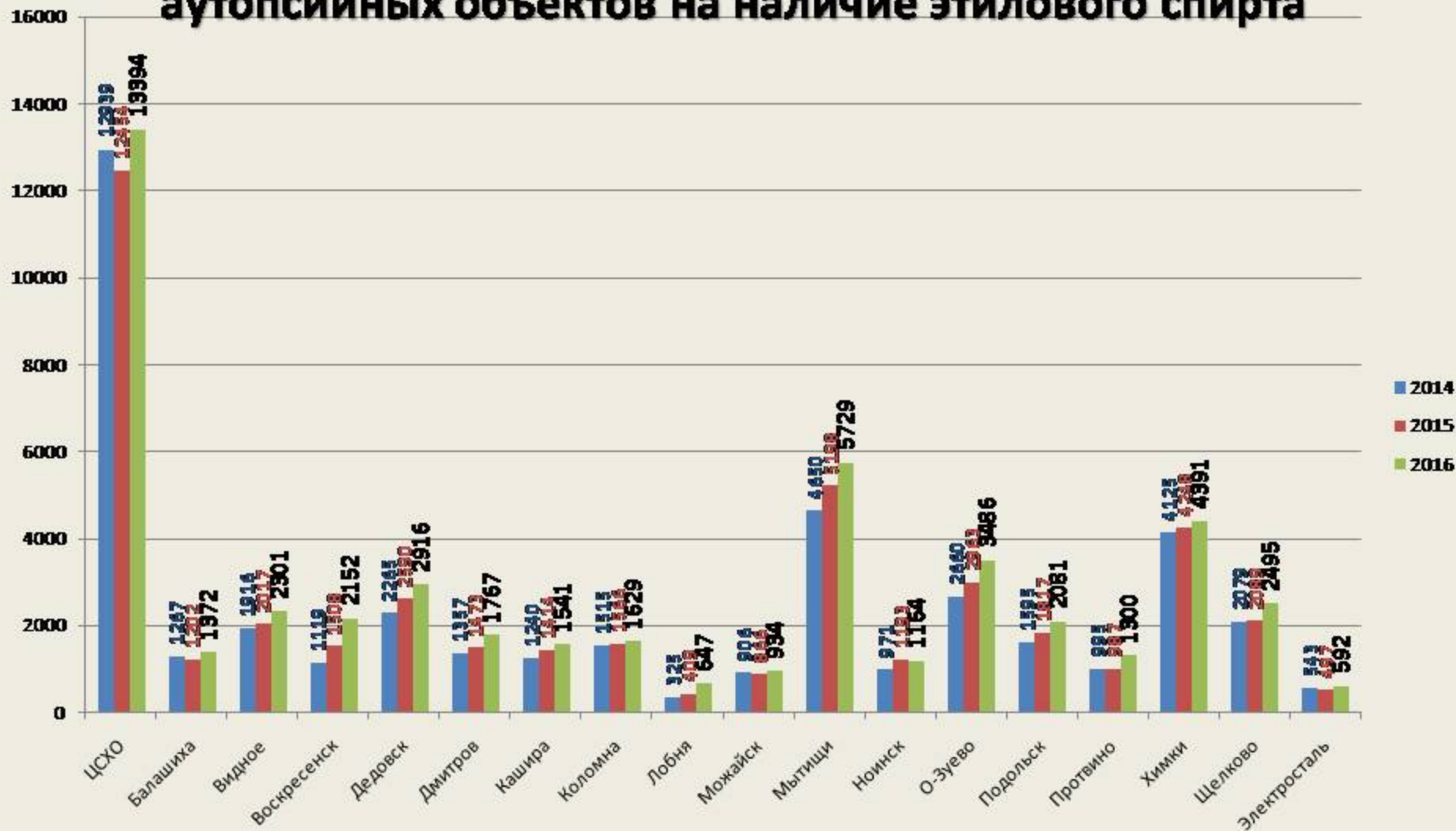
Н.А. Крупина^{1,2}, Е.П. Кириченко¹, Н.В. Коблова¹, Р.Р. Краснова¹

¹Бюро судебно - медицинской экспертизы Московской области

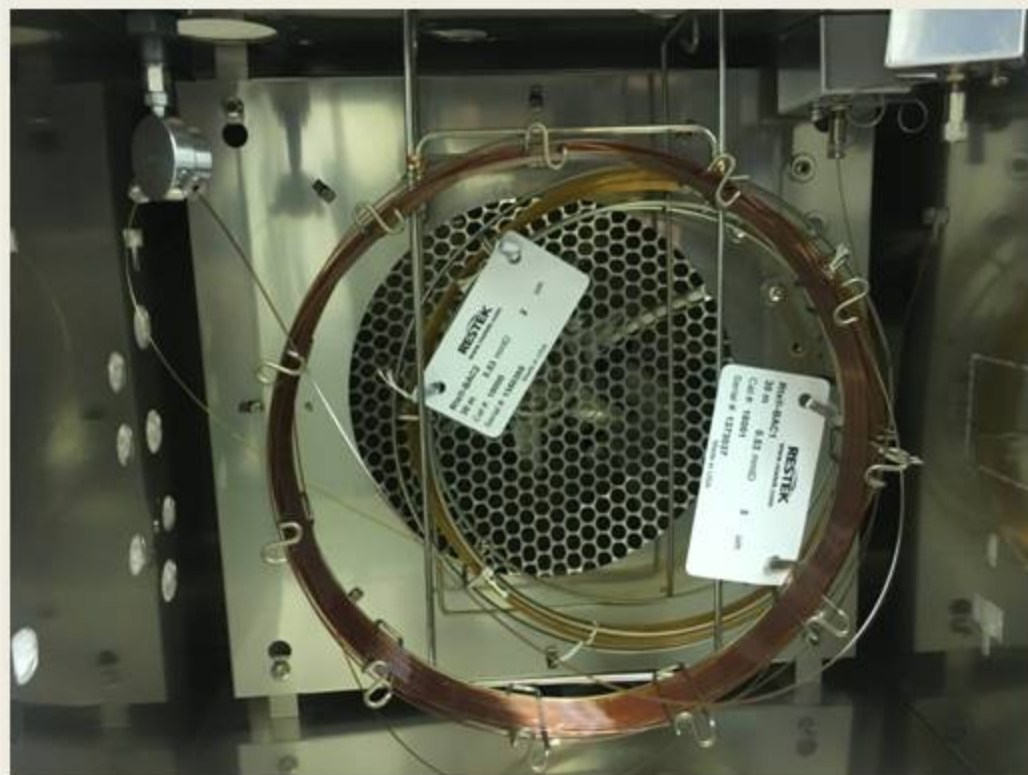
²Кафедра судебной медицины ФУВ ГБУЗ МО МОНИКИ им. М.Ф. Владимирского»

**Международный научно-практический конгресс
«Актуальные вопросы судебной медицины и экспертной практики -2017»,
12 – 14 апреля 2017 г., Москва**

Распределение по структурным подразделениям ГБУЗ МО «Бюро СМЭ» исследований (экспертиз) аутопсийных объектов на наличие этилового спирта



АПК на базе ГХ



Объекты исследования

- КРОВЬ
- МОЧА
- ВНУТРИГЛАЗНАЯ ЖИДКОСТЬ

Порядок расположения проб в лотке автосамплера для линий В и С:

- **1** – калибровочная смесь
(линия В или линия С)
- **2** – этанол стандарт 1 мг/мл
- **3** – контроль отрицательный
(только внутренний
стандарт)
- **4 - 40** – пробы
- **41** – этанол стандарт 1мг/мл
- **42** – калибровочная смесь
(линия В или линия С)



Подготовка проб и процедура проведения ГХ- анализа

1. В виалы вместимостью 20 мл вводят:

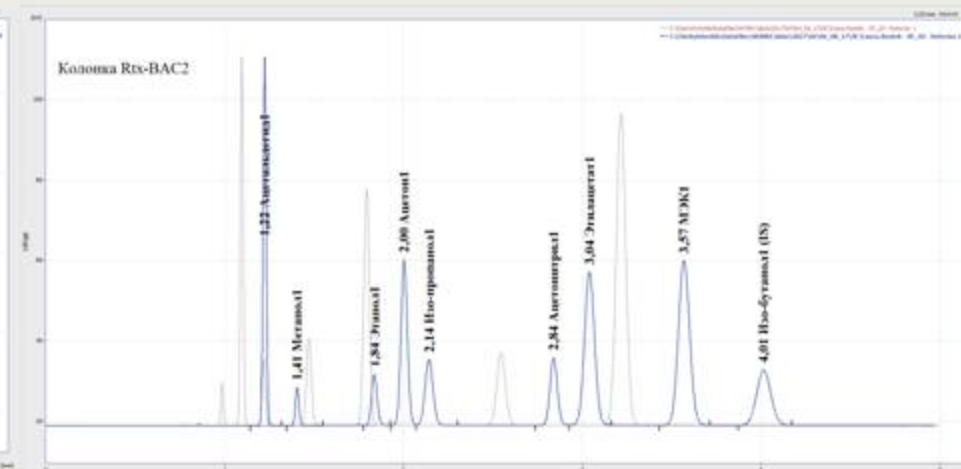
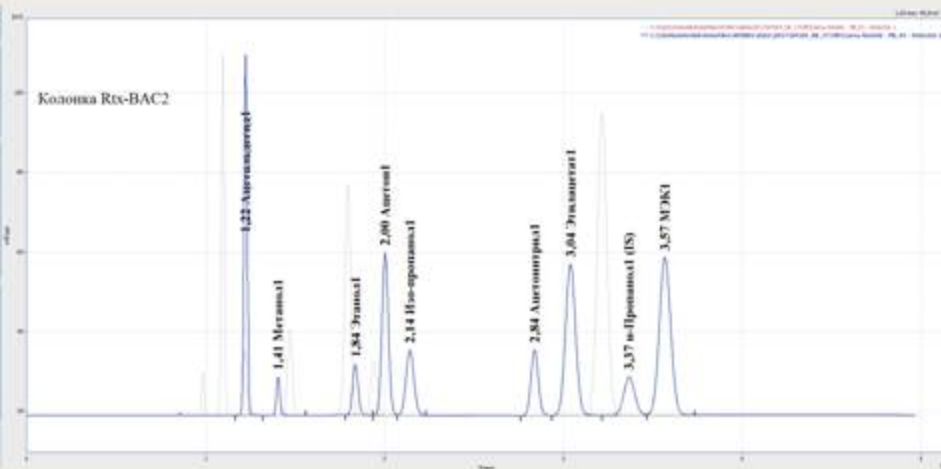
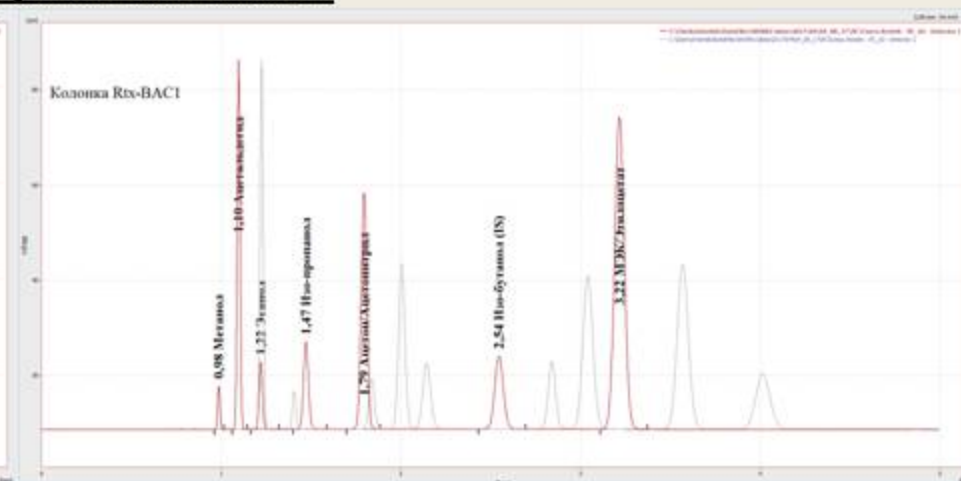
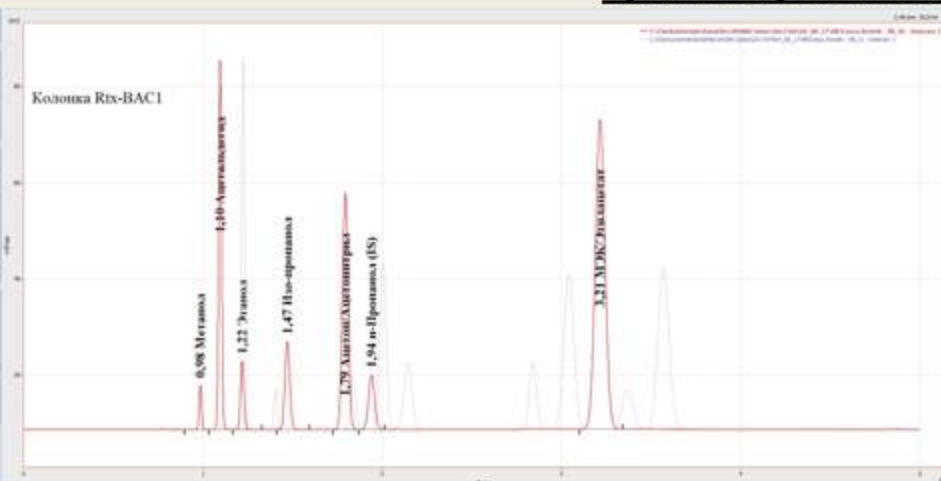
- по 1 мл раствора внутреннего стандарта (1-пропанол- линия В и 2-бутанол – линия С)**
- по 200 мкл пробы (крови, мочи, внутриглазной жидкости, тестовой смеси, стандартного раствора, калибраторов), виалы закрывают**

2. Помещают виалы в лотки автосамшлера, согласно представленной на предыдущем слайде схеме при условии полной загрузки

3. Запускают метод с параметрами представленными в представленных ранее таблицах, по которому 500 мкл паро-газовой фазы из виалы газоплотным шприцем, подогреваемым до 65°C, вводится в инжектор хроматографа

4. Идентификацию хроматографических пиков осуществляют путем сравнения времен удерживания хроматографических пиков измеряемых проб с временами удерживания хроматографических пиков стандартных веществ.

**Контроль разрешающей способности хроматографической системы:
стандартная смесь Restek с концентрацией каждого компонента - 0,100 г/дл в воде:
ацетальдегид, ацетон, ацетонитрил, этанол, этилацетат, 2-
пропанол, метанол, метилэтилкетон**



ГХ МАЭСТРО-2, линия В

ГХ МАЭСТРО-2, линия С

Количественное определение

Метод внутреннего стандарта

1-пропанола – для линии В

2-бутанола для линии С

Стандартные образцы водного раствора этанола с

концентрациями: 0,15; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мг/см³,

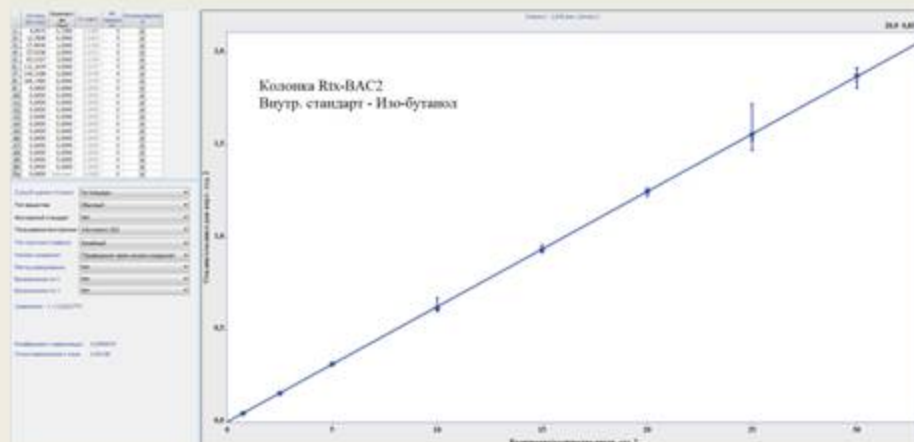
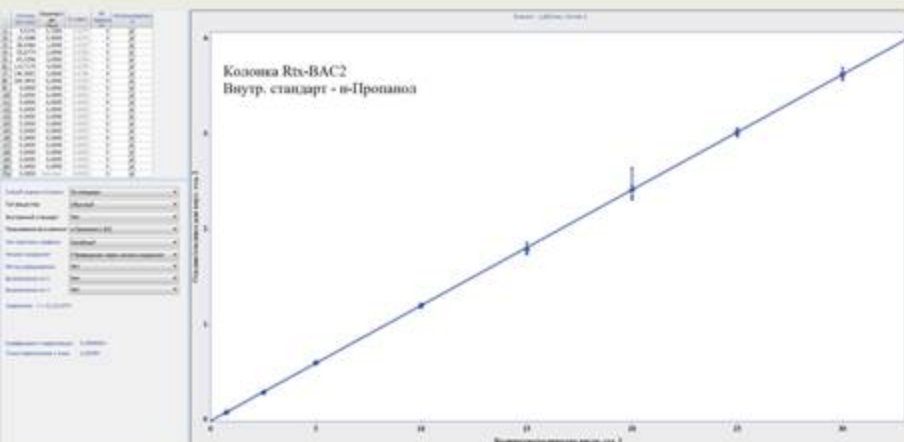
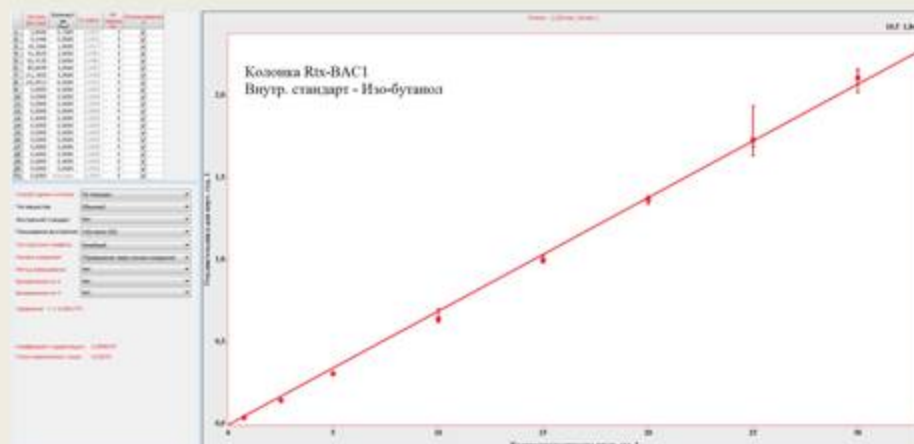
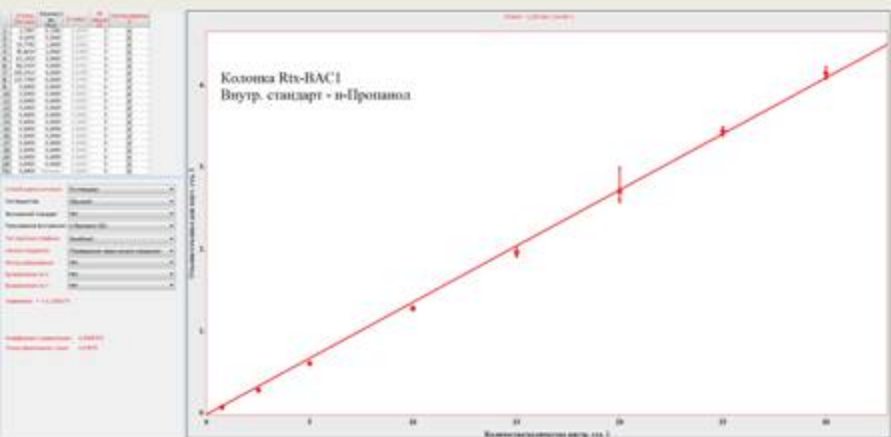
ООО «Мониторинг»

Проверка линейности градуировочного графика в диапазоне

концентраций: 0,15 - 6,0 мг/см³ для линий В и С.

Градуировочные графики измерения массовой концентрации этанола

Линейность в пределах: 0,15; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мг/см³.



ГХ МАЭСТРО-2, линия В, ДИП-1 и ДИП-2

ГХ МАЭСТРО-2, линия С, ДИП-1 и ДИП-2

Статистические параметры методов для линий В и С

Предел обнаружения – 0,1 мг/мл

Предел определения – 0,15 мг/мл

Диапазон измерений массовой концентрации этанола – 0,15 мг/мл – 6 мг/мл

Погрешность (ошибка) метода – 2%

Воспроизводимость времени удерживания (RT) – 0,24%

Линейность, корреляция – 0,999

ОСКО (RSD) <1%

Правильность – 99%

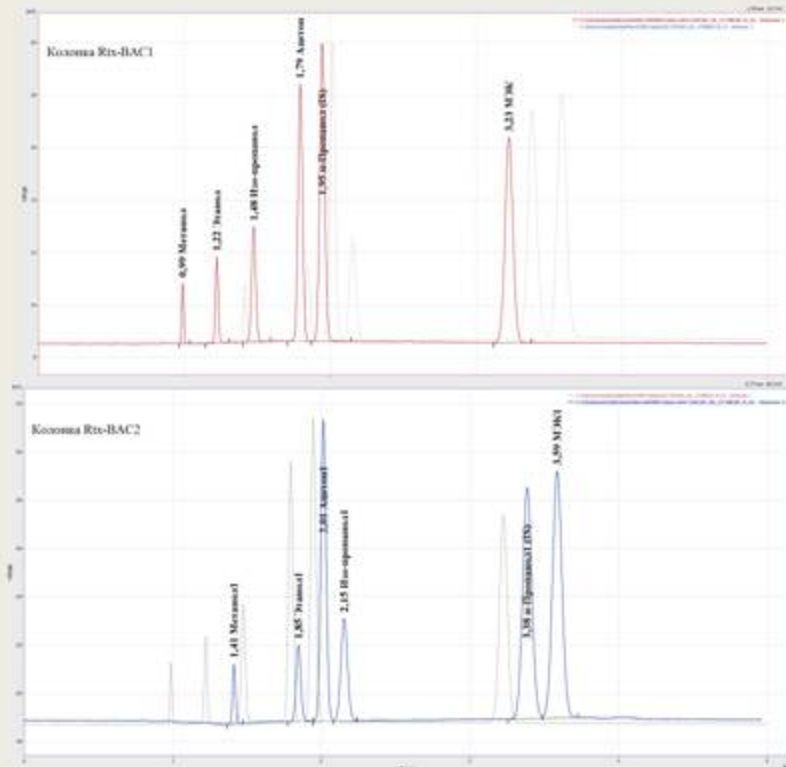
Калибровочные смеси (КС)

КС для линии В: содержит 0,32 мг/мл
каждого компонента:

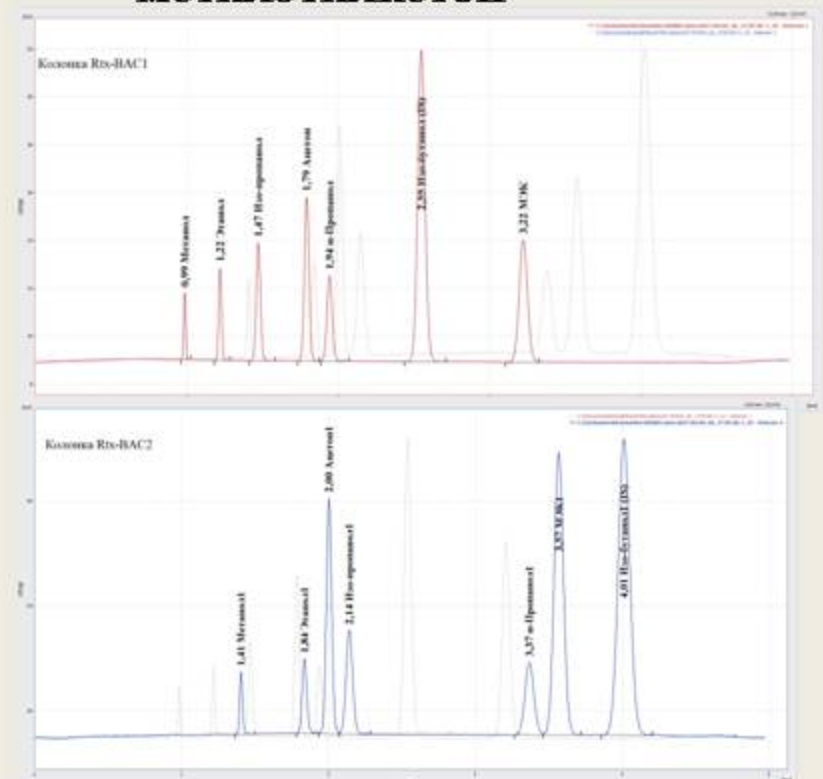
ацетон,
метанол,
этанол,
2-пропанол,
метилэтилкетон

КС для линии С: содержит 0,32 мг/мл
каждого компонента:

ацетон,
метанол,
этанол,
1-пропанол,
2-пропанол,
метилэтилкетон

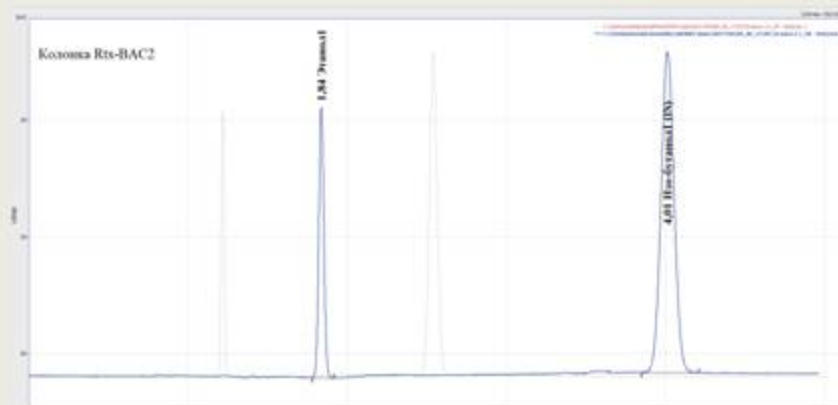
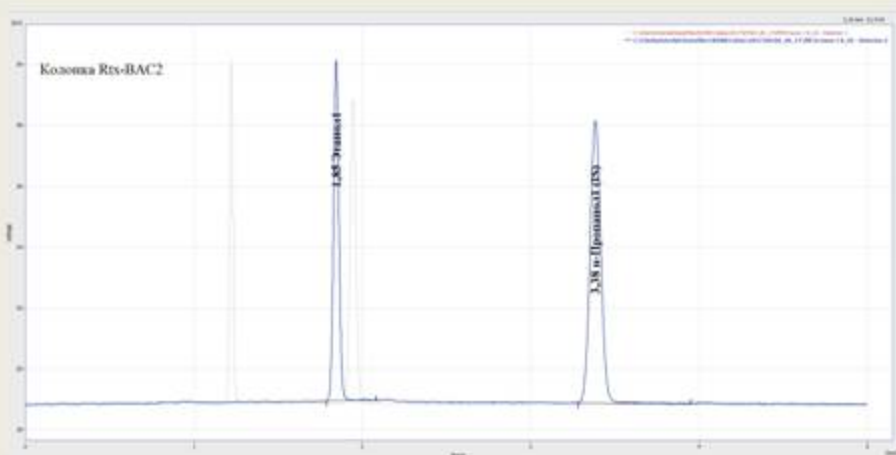
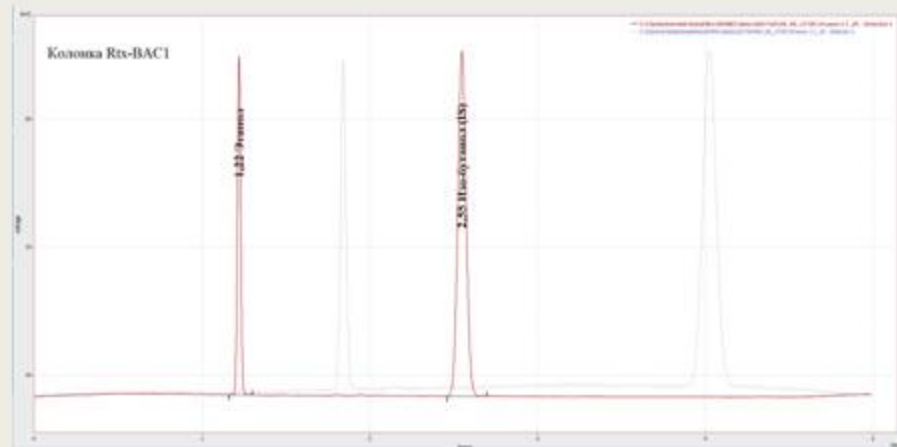
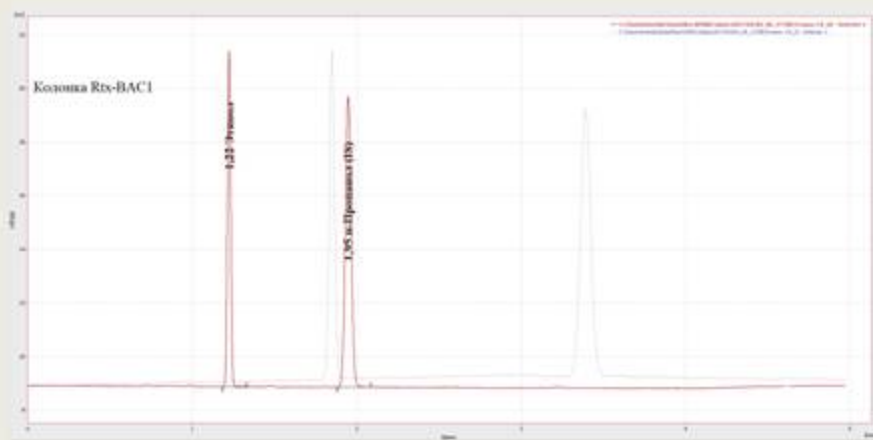


ГХ МАЭСТРО-2, линия В



ГХ МАЭСТРО-2, линия С

Хроматограммы раствора этанола с концентрацией 1 мг/см³ в присутствии внутренних стандартов для линий В (1-пропанол) и С (2-бутанол)



ГХ МАЭСТРО-2, линия В

ГХ МАЭСТРО-2, линия С

ВЫВОДЫ

- 1. На двух колонках получено полное разделение шести веществ -хорошая разрешающая способность позволяет разделять и идентифицировать основные низкомолекулярные летучие вещества: проверено влияние 32 веществ; установлено, что ацетон элюируется с ацетонитрилом, а МЭК с этилацетатом на колонке DB-ALC-1, но на колонке DB-ALC-2 все они разделяются; не установлено других веществ, элюирующихся с аналитами на обеих колонках;**
- 2. Метод имеет преимущества по сравнению с забором паро-газовой фазы после переведения в алкилнитриты и ввода в инжектор ручным способом**
- 3. Определение алкоголя в пробе одновременно в двух хроматографических системах обеспечивает надежность получаемого результата.**
- 4. Результаты, полученные с помощью газовых хроматографов, укомплектованных двумя колонками и двумя пламенно-ионизационными детекторами и соответствующей методологией подтверждают, что эта система может успешно использоваться для анализа алкоголя в биожидкостях.**

Дополнительные преимущества методики

- **Обнаружение и определение других легколетучих веществ, в .т.ч. бутана и пропана**
- **Обнаружение ацетальдегида**
- **Увеличение суточной пропускной способности анализа проб для обнаружения, идентификации и определения содержания алкоголя и других легколетучих веществ в крови и других жидких средах организма.**