

Российская Академия наук
Научный совет по аналитической химии РАН
Институт катализа им. Г.К.Борескова СО РАН

VII КОНФЕРЕНЦИЯ
"АНАЛИТИКА СИБИРИ
И ДАЛЬНЕГО ВОСТОКА – 2004"

11-16 октября, 2004
НОВОСИБИРСК

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

Новосибирск – 2004

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ БАЗЫ ДАННЫХ "ВЭЖХ-УФ" ДЛЯ ХРОМАТОГРАФА "МИЛИХРОМ А-02"

И.Н. Азарова, Г.И. Барам

Лимнологический институт, СО РАН, 664033 Иркутск, а/я 4199, ina@lin.irk.ru

В последние годы в ВЭЖХ явно просматривается тенденция к разработке унифицированных методик, позволяющих анализировать в одной хроматографической системе большое число веществ. Унификация условий анализа дает возможность значительно экономить время и расходные материалы, а также реализовать еще одно направление ВЭЖХ – идентификацию веществ и их количественное определение с помощью параметров, заранее заложенных в базы данных (БД).

Нами разработана унифицированная ВЭЖХ-методика идентификации и количественного определения УФ-поглощающих веществ, реализуемая на хроматографах "Милихром А-02" (ЗАО "ЭкоНова", Новосибирск). Анализ проводится в следующих условиях:

Колонка: Ø2x75 мм с обращенно-фазовым сорбентом C₁₈.

Элюенты: **А** - [4М LiClO₄ – 0.1М HClO₄] : H₂O (5:95); **В** – MeCN.

Поток: 100 мкл/мин. Градиент: от 5%**В** до 100% **В** за 40 мин; 100% **В** 3 мин.

Температура: 40°C. Детектор: 210, 220, 230, 240, 250, 260, 280 и 300 нм.

Проверка правильности работы хроматографической системы проводится путем хроматографирования смеси из 5 компонентов с последующим вычислением 14 характерных параметров. Для каждого из них установлены границы относительной погрешности.

Идентификация веществ в исследуемых образцах осуществляется путем сопоставления их хроматографических и спектральных параметров с аттестованными значениями, включенными в БД: предварительно – по объемам удерживания в пределах интервала " $V_R \pm 10\%$ " и окончательно – по спектральным отношениям $S_\lambda/S_{210} \pm \Delta$. Для количественного расчета в БД приведены удельные площади пиков веществ (S_{210}). Относительная погрешность определения массовой концентрации на уровне 0.2 мг/мл составляет 10%. В начале 2004 г. БД включала в себя характеристики для более чем 100 веществ, и этот список может быть расширен до нескольких сотен названий.

Методика аттестована Госстандартом РФ (Свидетельство об аттестации №37-03 от 10.12.2003.).