

Судебно-медицинская экспертиза концентрации алкоголя в крови

с использованием ГХ Agilent 8860, оснащенного инертными колонками Agilent J&W DB-BAC1 UI и Agilent J&W DB-BAC2 UI, а также парофазным пробоотборником Agilent 7697A

Авторы

Лукас Видер (Lukas Wieder),
Джи Пан (Jie Pan)
и Ребекка Веенеман
(Rebecca Veeneman)
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808

Аннотация

В данных методических рекомендациях описано определение концентрации алкоголя в крови с использованием ГХ Agilent 8860 с двумя пламенно-ионизационными детекторами (ПИД) и парофазным пробоотборником Agilent 7697A. Система демонстрирует исключительные статистические характеристики, линейность отклика в ожидаемом диапазоне концентраций и повторяемость для множества вводов. Производительность значительно повышается при использовании делителя потока для параллельного разделения компонентов пробы на двух колонках: Agilent J&W DB-BAC1 UI и Agilent J&W DB-BAC2 UI.

Введение

Концентрация алкоголя в крови соответствует проценту этанола (этилового спирта) в кровотоке и может быть измерена при исследовании крови, мочи или дыхания.

Анализ концентрации алкоголя в крови является стандартным рутинным процессом для многих криминалистических лабораторий, включающим парофазный отбор проб и ПИД¹. Система GX 8860 хорошо подходит для рутинных анализов, таких как определение концентрации алкоголя в крови. Простая комплектация GX 8860 с двумя ПИД и парофазным пробоотборником под управлением CDS OpenLab версии 2.2 соответствует требованиям методики. В этих методических рекомендациях описывается метод определения концентрации алкоголя в крови с помощью GX 8860 с двумя ПИД и парофазного пробоотборника 7697A.

Экспериментальная часть

Оборудование

GX 8860 был оснащен испарителем с делением и без деления потока (SSL) и двумя ПИД, а отбор проб производился с помощью парофазного пробоотборника 7697A.

В GX 8860 могут использоваться устройства деления потока без дополнительного поддува. В этом случае для проведения анализа в конфигурации с двумя колонками и двумя ПИД устанавливался инертный тройник. На рис. 1 приведена схема, показывающая эту конфигурацию.

Расходные материалы

В табл. 1 перечислены расходные материалы, используемые в этих методических рекомендациях. В табл. 2 перечислены стандарты этанола, предлагаемые компанией Agilent. Эти стандарты могут комбинироваться для создания точных калибровочных стандартов или использоваться отдельно для проверки точности калибровочной кривой.

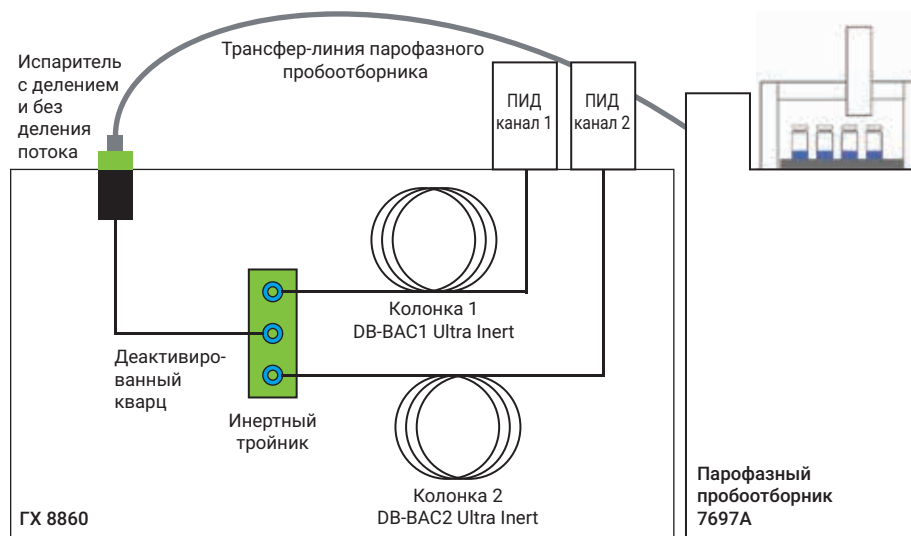


Рис. 1. Экспериментальная настройка с использованием конфигурации с двумя колонками и детекторами ПИД для анализа концентрации алкоголя в крови.

Таблица 1. Список расходных материалов, используемых в этой методике.

Расходный компонент	Каталожный номер
Виалы для парофазного анализа стеклянные под обжимные крышки, 10 мл	5190-2285
Лайнер с разделением Ultra Inert со стекловолокном с малым перепадом давления	5190-2295
Инертный тройник технологии капиллярных потоков CFT	G3184-60065
Феррулы (графитовые, 0,4 мм для колонок диам. 0,25 мм)	500-2114
Феррулы для ПИД (графитовые, 0,5 мм для колонок диам. 0,32 мм)	5080-8853
Феррулы для технологии капиллярных потоков (гибкие металлические феррулы UltiMetal Plus с внутр. диам. 0,32 мм)	G3188-27502
Agilent J&W DB-BAC1 Ultra Inert (30 м × 320 мкм, 1,8 мкм)	123-9334UI
Agilent J&W DB-BAC2 Ultra Inert (30 м × 320 мкм, 1,2 мкм)	123-9434UI
Капилляр из деактивированного кварца, предколонка – инертный тройник (30 м × внутр. диам. 250 мкм × внешн. диам. 350 мкм)	160-2255-30

Таблица 2. Концентрации калибровочного стандарта этанола и соответствующие каталожные номера.

Стандартные	Каталожный номер
20 мг/дл	5190-9756
50 мг/дл	5190-9757
80 мг/дл	5190-9758
100 мг/дл	5190-9759
150 мг/дл	5190-9760
200 мг/дл	5190-9761
300 мг/дл	5190-9762
400 мг/дл	5190-9763

Экспериментальные параметры

В табл. 3 перечислены параметры метода как для ГХ, так и для парофазного пробоотборника, используемого в этих методических рекомендациях.

Пробоподготовка

Калибровочные стандарты были приготовлены в виалах для получения концентраций этанола в диапазоне от 10 до 320 мг/дл. Внутренний стандарт *n*-пропанола добавлялся для получения конечной концентрации 100 мг/мл.

С целью определения повторяемости были приготовлены стандарты этанола (*n* = 10) с концентрациями 15 и 60 мг/мл с использованием внутреннего стандарта 100 мг/дл.

Таблица 3. Параметры ГХ и парофазного пробоотборника.

Параметры ГХ	ГХ 8860
Газ-носитель	Гелий
Тип испарителя	С делением потока/без деления потока
Температура испарителя	110 °С
Входное давление	24 psi (2,76 бар)
Коэффициент деления потока	10:1
Программа термостата	40 °С в течение 4,5 мин
ПИД	250 °С
Параметры парофазного пробоотборника	Парофазный пробоотборник 7697А
Газ для создания давления в виале	Гелий
Размер петли инжектора	1 мл
Объем виалы	10 мл
Встряхивание виалы	Откл.
Крышки	Покрываются ПТФЭ
Расход в виале в режиме ожидания	20 мл/мин
Время установления равновесия в виале	7,00 мин
Время ввода	1,00 мин
Цикл ГХ	4,50 мин
Температура термостата	70 °С
Температура в петле	80 °С
Трансфер-линия	Септа с внутр. диам. 0,53 мм, деактивированный кварц
Температура транспортной линии	90 °С
Давление наполнения виалы	15 psi (1,03 бар)
Режим наполнения петли инжектора	Настраиваемый
Скорость изменения давления петли инжектора	30 psi/мин (2,07 бар/мин)
Конечное давление в петле инжектора	1,5 psi (1,03 бар)
Время установления равновесия в петле инжектора	0,05 мин
Продувка после инъекции	200 мл/мин в течение 3 мин
Газ-носитель под управлением ГХ	

Калибровка/линейность

Калибровка выполнялась для колонок J&W DB-BAC1 UI и J&W DB-BAC2 UI сначала в одноколоночной, а затем двухколоночной конфигурации с двумя ПИД. В обоих случаях была создана шестиуровневая калибровочная кривая при концентрациях водного раствора этанола 10, 20, 40, 80, 160

и 320 мг/мл с использованием *n*-пропанола с концентрацией 100 мг/мл в качестве внутреннего стандарта. На каждом уровне выполнялись повторные вводы ($n = 3$). На рис. 2 и 3 показаны калибровочные кривые для этанола на колонках J&W DB-BAC1 UI и J&W DB-BAC2 UI в одноколоночной конфигурации.

После индивидуальной калибровки колонок был установлен инертный тройник для определения параллельных калибровочных кривых. На рис. 4 и 5 показаны калибровочные кривые для конфигурации с двумя колонками и двумя ПИД-детекторами.

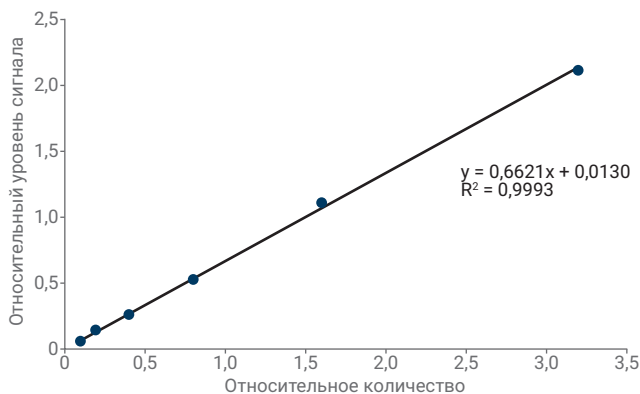


Рис. 2. Калибровочная кривая для этанола относительно внутреннего стандарта на колонке DB-BAC1 Ultra Inert в конфигурации с одной колонкой.

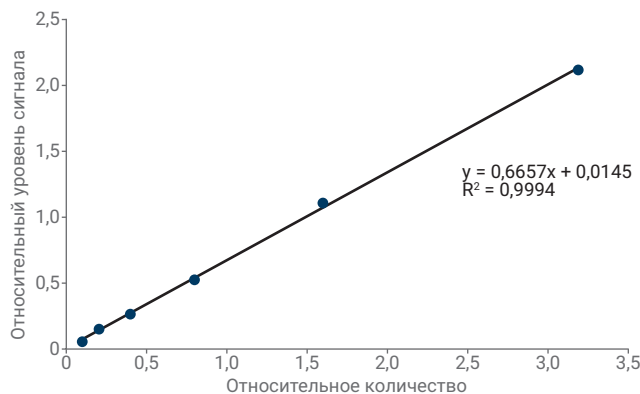


Рис. 3. Калибровочная кривая для этанола относительно внутреннего стандарта на колонке DB-BAC2 Ultra Inert в конфигурации с одной колонкой.

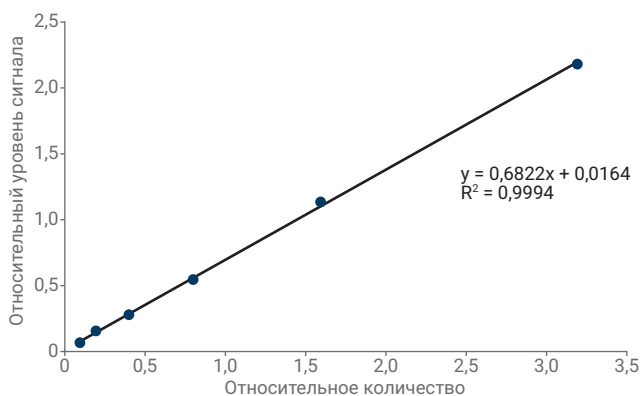


Рис. 4. Калибровочная кривая для этанола относительно внутреннего стандарта на колонке DB-BAC1 Ultra Inert в конфигурации с двумя колонками.

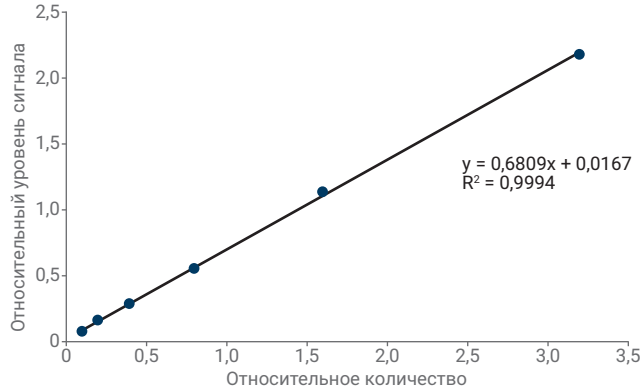


Рис. 5. Калибровочная кривая для этанола относительно внутреннего стандарта на колонке DB-BAC2 Ultra Inert в конфигурации с двумя колонками.

Воспроизводимость

Повторяемость площади и времени удерживания определяли при концентрациях 15 и 60 мг/дл соответственно (табл. 4–6).

В табл. 4 показано, что среднее стандартное отклонение для каждой концентрации и колонки составляет менее 2%.

Времена удерживания для всех комбинаций соединений, колонок и концентрации оставалось практически постоянным на уровне 0,07% или менее.

Тест общего разрешения с исследованием контрольной смеси для определения концентрации алкоголя в крови

Для документирования характеристик колонок J&W DB BAC1-UI и J&W DB BAC2-UI была проанализирована контрольная смесь для определения концентрации алкоголя в крови Agilent (каталожный номер 5190-9765) с использованием двухколоночной конфигурации. На рис. 6 приведены хроматограммы, показывающие разделение соединений в смеси на обеих колонках J&W DB-BAC1 UI и J&W DB-BAC2 UI.

Хроматограммы на рис. 6 показывают, что все 12 соединений в контрольной смеси для определения концентрации алкоголя в крови разделены на обеих колонках, включая ацетальдегид и этанол. Все пики также демонстрируют симметрию на обеих колонках.

Таблица 4. Относительное стандартное отклонение (СОС, %) для 10 вводов для отклика этанола относительно внутреннего стандарта при концентрациях 15 и 60 мг/дл на каждой колонке.

Колонка/концентрация этанола	15 мг/дл	60 мг/дл
Agilent J&W DB-BAC1 UI	1,33%	1,08%
Agilent J&W DB-BAC2 UI	1,25%	1,10%

Таблица 5. Относительное стандартное отклонение в процентах времени удерживания этанола при концентрациях 15 и 60 мг/дл для 10 вводов.

Колонка/концентрация этанола	15 мг/дл	60 мг/дл
Agilent J&W DB-BAC1 UI	0,07%	0,03%
Agilent J&W DB-BAC2 UI	0,07%	0,03%

Таблица 6. Относительное стандартное отклонение в процентах времени удерживания *n*-пропанола для наборов данных с концентрациями этанола 15 и 60 мг/дл для 10 вводов.

Колонка/концентрация этанола	15 мг/дл	60 мг/дл
Agilent J&W DB-BAC1 UI	0,05%	0,02%
Agilent J&W DB-BAC2 UI	0,05%	0,05%

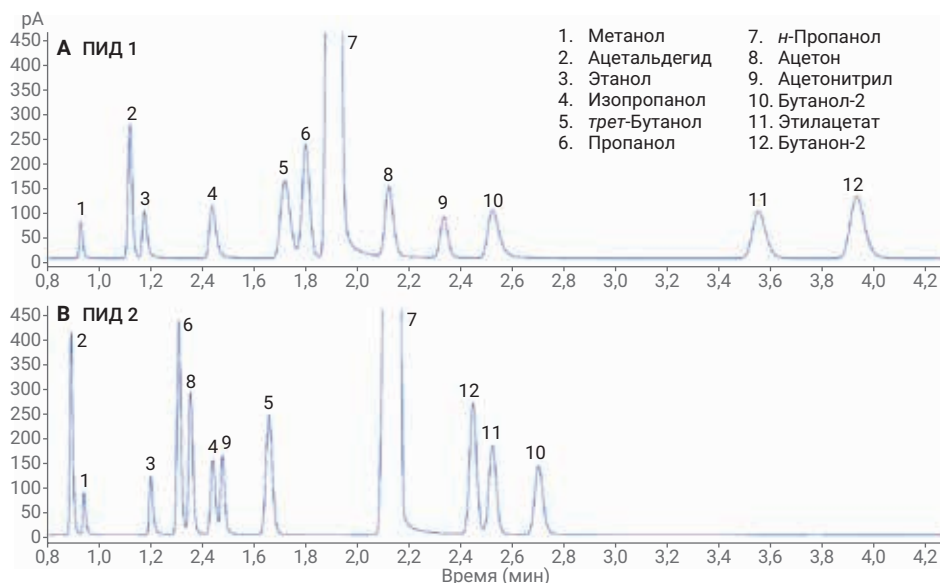


Рис. 6. Хроматограммы контрольной смеси для определения концентрации алкоголя в крови, разделенной с использованием колонок J&W DB-BAC1 UI (А) и J&W DB-BAC2 UI (В).

Выводы

Система GX 8860, оснащенная парофазным пробоотборником 7697A, позволяет идентифицировать, количественно определять и подтверждать наличие определяемых веществ в крови в одном анализе и соответствует большинству требований методики. Линейность, точность площади и времени удерживания, а также способность эффективно разделять все представляющие интерес соединения на обеих колонках превосходна как в одноколоночной, так и в двухколоночной конфигурации. GX 8860 обеспечивает экономичную, но эффективную методику определения концентрации этанола в рутинных анализах.

Литература

1. Boswell, H. A.; Dorman, F. L. Uncertainty of Blood Alcohol Concentration (BAC) Results as Related to Instrumental Conditions: Optimization and Robustness of BAC Analysis Headspace Parameters. *Chromatography* **2015**, 2, 691–708.

www.agilent.com/chem

Для использования в криминалистике.

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2019
Напечатано в США 8 января 2019 г.
5994-0443RU