

17. Возможность применения многокомпонентного комбинированного средства для коррекции иммунных нарушений / А.В. Сергиенко [и др.] // Аллергология и иммунология. – 2013. – Т. 4. – С. 102.
18. Ивашев М.Н. Влияние оксикоричных кислот на систему мозгового кровообращения / М.Н. Ивашев, Р.Е. Чулкин // Фармация и фармакология. – 2013. – № 1. – С. 44–48.
19. Ивашев М.Н. Йодинол и лихорадка Эбола / М.Н. Ивашев, В.С. Афанасов, А.В. Сергиенко, Е.Г. Чечулин // Успехи современного естествознания. – 2014. – № 11–3. – С. 125–126.
20. Клиническая фармакология ацетилцистеина / М.Н. Ивашев [и др.] Успехи современного естествознания. – 2013. – № 5. – С. 116–117.
21. Клиническая фармакология низкомолекулярных гепаринов / А.В. Сергиенко [и др.] // Современные наукоемкие технологии. – 2013. – № 3. – С. 92.
22. Клиническая эффективность растительного антиоксиданта «сосудистый доктор» у больных с сердечно-сосудистой патологией / В.С. Федоров [и др.] // Фармация. – 2005. – № 5. – С. 43–45.
23. Компьютерное прогнозирование биомолекул / И.П. Кодониди [и др.] // Международный журнал экспериментального образования. – 2013. – № 11–1. – С. 153–154.
24. Кручинина Л.Н. Изучение эффективности лечения больных язвенной болезнью желудка и двенадцатиперстной кишки в условиях санатория – профилактория / Л.Н. Кручинина, М.Н. Ивашев // Здравоохранение Российской Федерации. – 1981. – № 4. – С. 20–22.
25. Масликова Г.В. Роль селена и его соединений в терапии цереброваскулярных заболеваний / Г.В. Масликова, М.Н. Ивашев // Биомедицина. – 2010. – № 3. – С. 94–96.
26. Поиск веществ с глутаматергической активностью в ряду производных 1,3-диазинона-4 и их ациклических предшественников методом молекулярного докинга / Д.С. Пеньков, Г.В. Воробьев, А.А. Глушко, И.П. Кодониди, М.Н. Ивашев // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2012. – № 11. – С. 47–48.
27. Седова Э.М. Место миокардиального цитопротектора предуктала МВ в лечении хронической сердечной недостаточности у женщин в перименопаузе / Э.М. Седова // Вестник Волгоградского государственного медицинского университета. – 2008. – № 1. – С. 34–35.
28. Седова Э.М. Экспериментально-клиническое обоснование применения дибикора и предуктала МВ у больных женщин хронической сердечной недостаточностью в перименопаузе / Э.М. Седова // Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата медицинских наук. – ГОУВПО «Волгоградский государственный медицинский университет», Волгоград, 2008.
29. Седова Э.М. Опыт клинического применения таурина и триметазидина при хронической сердечной недостаточности у женщин в перименопаузе / Э.М. Седова, О.В. Магницкая // Кардиология. – 2010. – Т. 50, № 1. – С. 62–63.
30. Селенит натрия в масле «семакур» – средство стимуляции метаболических процессов / А.В. Сергиенко [и др.] // Депонированная рукопись № 322-B2003 18.02.2003.
31. Эффекты феруловой кислоты при адреналиновой тахикардии у животных / М.Н. Ивашев [и др.] // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2012. – № 11. – С. 18–19.
32. Эффекты феруловой кислоты при аконитиновой тахикардии у животных / М.Н. Ивашев [и др.] // Международный журнал экспериментального образования. – 2013. – № 3. – С. 11.
33. Эффекты феруловой кислоты при хлоридбариевой тахикардии в эксперименте / М.Н. Ивашев [и др.] // Успехи современного естествознания. – 2013. – № 3. – С. 149–150.
34. Эффекты церебролизина при адреналиновой тахикардии у крыс / Г.М. Оганова [и др.] // Современные наукоемкие технологии. – 2012. – № 12. – С. 29–30.

Химические науки

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДВУМЕРНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНО- ПАРАЛЛЕЛЬНЫМ СОЕДИНЕНИЕМ КОЛОНОК ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

Богословский С.Ю.

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва,
e-mail: b.su@bmstu.ru

Одним из приоритетных направлений развития технологии и техники контроля над состоянием окружающей среды является совершенствование хроматографического анализа. Эти исследования должны выполняться оперативно и в самых разных местах, порой весьма удалённых от крупных аналитических лабораторий. В таких условиях использование наиболее совершенного метода ГХ-МС, сочетающего разделение с помощью капиллярной хроматографии и детектирование с помощью масс-спектрометрии проблематично из-за малой мобильности подобных систем. Их всё ещё высокая стоимость в сочетании с длительным временем выхода прибора на рабочий режим и потерей эффективности молекулярным насосом при повышенной температуре окружающего воздуха, диктует стационарное использование в условиях хорошо оснащённой лаборатории.

Альтернативным методом, обеспечивающим достоверную идентификацию, является двумерная хроматография. Для его реализации достаточно наличия капиллярного газового хроматографа со специальным дополнительным оборудованием. Такой прибор мобилен, неприхотлив и может быть оперативно запущен в работу. Анализ осуществляется следующим образом: после разделения на колонке первой ступени, часть потока переносится на параллельные колонки второй ступени, разделяется и детектируется. Даже при использовании на второй ступени всего двух колонок, обладающих различной селективностью по отношению к загрязнителям, обеспечивается значительное повышение достоверности идентификации в сравнении с обычной капиллярной хроматографией.

Помимо этого, использование двухступенчатой схемы позволяет очистить представляющие интерес соединения от растворителя, примесей и балластных компонентов пробы. Избавление от растворителя сочетает концентрирование с хроматографированием, а удаление ненужных компонентов пробы с большим временем удерживания существенно ускоряет анализ.

Для первой ступени оптимальна широкая кварцевая капиллярная колонка высокой ёмкости. Её использование позволяет получить на выходе первой ступени достаточный объём пробы для дозирования без разбавления в несколько капиллярных колонок второй ступени обычного диаметра.

Неподвижная фаза колонки первой ступени должна быть универсальной, а длина достаточной для эффективного разделения пика анализируемого компонента и его достоверного детектирования перед дозированием на вторую ступень.

Самым ответственным элементом схемы является устройство дозирования пробы на вторую ступень. Обычно узел состоит из пневматического переключателя Динса, дополненного делителем потоков в случае наличия более одной колонки на второй ступени. Для стабильной работы такой системы необходимо добиться устойчивого пропорционального деления потока газа-носителя на несколько потоков, подаваемых в капиллярные колонки с различными детекторами, чьё общее пневматическое сопротивление, как правило, отличается. Для этого схему дополняют пневмосопротивлениями и производят их настройку, весьма трудоёмкую из-за характерной для открытых колонок малой скорости потока газа-носителя. Наиболее удобны схемы, в которых пневмосопротивления размещены снаружи хроматографа на каждом выходе газа-носителя из детектора. При анализе токсичных веществ, полезно дополнить схему адсорбционными фильтрами с активированным углём и пропускать газ через них газ перед сбросом в атмосферу для защиты персонала.

Если предполагается частая смена хроматографических колонок или периодическое отключение части колонок второй ступени, переключатель Динса может быть заменён многоходовым краном с малым мёртвым объёмом, из числа специально разработанных, для соединения с кварцевыми капиллярными колонками. Проба изолируется в петле из кварцевого капилляра, соединённой с краном, а система за точкой деления потока конструируется с достаточным буферным объёмом для уменьшения флуктуаций давления при переключении крана. Объём петли рассчитывается исходя из объёма целевого пика на выходе из колонки первой ступени, и зависит от её диаметра. После настройки, производится оценка качества хроматографической системы с использованием смеси углеводородов гомологического ряда, имеющих температуры кипения немного выше температур кипения загрязнителей, для анализа которых она предназначена. Полезно ввести в стандартную смесь спирт, например гексанол-1, для контроля отсутствия в системе нежелательной адсорбции. Если полученная эффективность на первой ступени недостаточна, скорость газа-носителя немного изменяют и повторяют тестирование. Для нахождения оптимума обычно достаточно двух – трёх испытаний внутри оптимального для данной колонки диапазона скоростей. Когда хроматографические пики всех компонентов стандартной смеси симметричны и обеспечена требуемая степень разделения, система готова к работе.

В обычной схеме с предколонкой на вторую ступень направляют неподелённые компоненты

пробы для их дальнейшего разделения на колонке с иной полярностью неподвижной фазы. В результате исследователь получает лишь одну характеристику удерживания и вынужден подтверждать обнаружение загрязнителя МС или ИК-детектированием. При использовании двумерной хроматографии с последовательно-параллельным соединением колонок, даже при использовании на выходе второй ступени одинаковых детекторов, например, пламенно-ионизационных, достоверность идентификации повышается благодаря получению нескольких характеристик удерживании целевого компонента на разных колонках второй ступени с неподвижными фазами различной селективности.

Если чувствительность детектора по теплопроводности или иного неdestructивного детектора позволяет использовать его для обнаружения целевого компонента пробы после колонки первой ступени, это упрощает газовую схему. Кроме того, на вторую ступень дозируют весь целевой пик, что особенно полезно, если исследователь изучает следовый компонент, сбор которого потребовал значительных усилий. При использовании на первой ступени destructивного детектора, подключённого через дополнительный делитель потока, на вторую ступень естественно направляется лишь часть компонента, что необходимо учитывать при расчётах в количественном анализе.

Оптимальная длина колонок второй ступени зависит от сложности анализируемой смеси. Если целевой пик полностью разделён на первой ступени и не содержит примесей, то возможно их укорочение ради сокращения общего времени анализа.

Таким образом, двумерная хроматография с последовательно-параллельным соединением колонок является достаточно простым в реализации методом анализа загрязнений воздуха, воды и почвы, позволяющим наилучшим образом использовать разделительную способность хроматографических колонок, повысить достоверность идентификации загрязняющих веществ, упростить пробоподготовку, сократить продолжительность и удешевить анализ сложных смесей. Всё это позволяет использовать данный метод как альтернативу ГХ-МС анализу для целей оперативного мониторинга окружающей среды.

ГЕТЕРОПОВЕРХНОСТНЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ В СЛЮНЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ

¹Богословский С.Ю., ²Сердан А.А.

¹МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва;

²МГУ им. Н.В. Ломоносова, Москва,
e-mail: b.su@bmstu.ru

Одним из приоритетных направлений развития технологий в разделе «науки о жизни»