



**МИНИСТЕРСТВО
ВНУТРЕННИХ ДЕЛ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(МВД России)**

**Экспертно-криминалистический
центр**

123060, Москва, ул. Расплетина, 22

9.11.95 № 37/9-3414

на № _____ от _____

О проведении апробации хроматографа

Генеральному директору
ЗАО Институт хроматографии
"ЭкоНова"

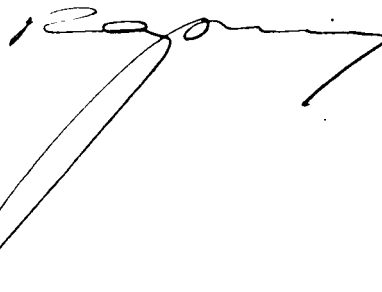
Перельройзену М.П.

Уважаемый Михаил Петрович !

Направляю заключение о результатах апробации высокоэффективного жидкостного хроматографа "Милихром А-02" ("ЭнвайроХром"), проведенной сотрудниками Центра.

Приложение: заключение - на 2 листах.

Начальник
доктор химических наук

 И.П.Карлин

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

о результатах апробации высокоэффективного жидкостного хроматографа "Миличром А-02" ("ЭнвайроХром").

Портативный высокоэффективный жидкостной хроматограф "Миличром А-02" (МВЖХ) был предоставлен в Экспертно-криминалистический центр МВД России институтом хроматографии "ЭкоНова" (г. Новосибирск) в октябре 1999 г.

Предоставленный МВЖХ "Миличром А-02", выпущенный серийно совместно с конверсионным предприятием ОАО "Бердский электромеханический завод", и зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений РФ (№ 15117-96), был апробирован сотрудниками Центра с использованием ранее разработанных методик исследования наркотических средств и взрывчатых веществ как при анализе модельных смесей, так и при выполнении исследований реальных объектов криминалистической экспертизы.

По сравнению с хроматографами серии "Миличром" раннего поколения ("Миличром-4"), имеющимися в Центре и в ряде экспертных подразделений ОВД, МВЖХ "Миличром А-02" имеет следующие отличия:

- наличие двух шприцевых насосов (вместо одного) и смесителя статического типа, что позволяет проводить анализы в программируемом градиентном режиме (линейном и ступенчатом);
- максимальное рабочее давление насосов увеличено в 1,5 раза - 7 МПа (вместо 5 МПа), что позволяет пропорционально увеличить скорость элюирования при проведении анализов на стандартной хроматографической колонке размером 75x2 мм;
- существенное изменение возможностей и функций автоматического дозатора проб: отмывка инъекционной иглы после анализа от остатка предыдущей пробы, промывка инжектора, подготовка пробы в виде "сэндвича", тест на герметичность жидкостной системы хроматографа;
- наличие сухого термостата колонок (твердотельный электронагреватель), стабилизирующего с высокой точностью (до 0,1°C) температуру колонки в широком диапазоне (от 35 до 90°C) с шагом 1°C;
- ускорена (примерно в 10 раз) работа детектора - минимальная величина постоянной времени - 0,02 сек (вместо 0,2 сек), что позволяет работать в 8-волновом режиме одновременного детектирования (вместо 5-волнового);
- введены дополнительные режимы работы детектора - однолучевой по любой из кювет, специальный сверхлинейный;
- гарантийный срок службы дейтериевой лампы увеличен в 10 раз (до 2000 часов);
- в спектрофотометре вместо фотоэлектронного умножителя используется фотодиод;
- внесены конструктивные изменения, повышающие надежность работы прибора: до 20 мкм (вместо 12 мкм) увеличена толщина приводной ленточки дифракционной решетки; повышено до 50 атм максимальное обратное рабочее давление, которое выдерживает измерительная ячейка с одновременным уменьшением ее объема и изменением конфигурации (используется ячейка Z-типа объемом 1,26 мкл); использование конических соединений подводных капилляров ячейки и всех коммуникаций жидкостной системы (вместо развальцовки);
- улучшены возможности проведения анализов: установлен автодозатор, программируемый на 46 образцов (вместо 29); уменьшен до 200 мкл объем пробирок (вместо 600 мкл); максимальное количество программируемых анализов увеличено до 200;
- вес хроматографа (без компьютера) снижен до 17 кг (вместо 50 кг);
- управление работой хроматографа и сбор хроматографических данных осуществляется с помощью персонального компьютера; при этом используется программное обеспечение, разработанное АО "АМПЕСЕНД" (г. Москва), специально адаптированное для работы с хроматографом "Миличром А-02".

Проведенная в ЭКЦ МВД России апробация хроматографа "Миличром А-02" показала его пригодность для решения ряда криминалистических задач. По удобству работы и некоторым

аналитическим характеристикам он значительно превосходит хроматограф "Милихром - 4".

В частности, это касается возможности работы в режиме линейного градиентного анализа, особенно при разделении сложных многокомпонентных смесей. Например, были проведены анализы модельных смесей опийных алкалоидов и их ацетильных производных, а также анализы реальных объектов криминалистического исследования - образцов героина и ацетилованного опия. Используемый при этом режим градиентного элюирования позволил провести расшифровку качественного и количественного компонентного состава указанных объектов. При анализе этих же объектов, проведенном параллельно на хроматографе "Милихром -4" в изократическом режиме элюирования, при прочих равных условиях, имелись некоторые затруднения по разделению компонентов с близкими значениями времен удерживания.

При исследовании модельных систем, содержащих основные типы взрывчатых веществ, были адаптированы методики, разработанные ранее для прибора "Милихром-4". Изучена возможность разделения этих соединений как в изократическом, так и в градиентном режиме. Прибор обеспечил большую эффективность деления при гораздо меньшем уровне шумов. Высокая стабильность в работе насосов позволяет производить спектральную регистрацию со сдвигом в коротковолновую часть УФ диапазона, что для взрывчатых веществ, имеющих в этой части спектра высокие молярные коэффициенты поглощения, дает возможность существенно повысить пределы детектирования и надежность идентификации этих компонентов в составе анализируемой смеси. При анализе взрывчатых веществ класса полинитроароматических соединений чувствительность прибора сопоставима с уровнем чувствительности при исследовании методом газовой хроматографии. Особые преимущества метода жидкостной хроматографии и испытываемого прибора отмечены при анализе взрывчатых веществ класса нитраминол (гексоген, октоген), обнаружение которых методом газовой хроматографии вызывает существенные трудности, а в ряде случаев, и практически невозможно. В частности, при обнаружении следовых количеств гексогена на реальных объектах криминалистической экспертизы удалось быстро и достоверно установить их наличие в условиях, когда газовая хроматография дала отрицательные результаты.

Удобная схема заполнения, промывки насосов и аналитической колонки, возможность быстрого перехода с одного состава элюента на другой, большая стабильность в работе всей гидравлической схемы прибора существенно ускоряет время единичного анализа, и как следствие, общую производительность исследований.

Затруднений при работе на хроматографе и серьезных замечаний по его надежности отмечено не было.

Имеется пожелание к разработчикам программного обеспечения. УФ спектры компонентов хроматограмм, снимаемые в режиме "остановленного потока" должны быть записаны не в директорию "DATA", а в директорию "SPECTR". При этом обозначения файлов следует производить не в той системе, которая предусмотрена программой (цифровое обозначение), а в виде 8-разрядного буквенного обозначения, достаточного для того, чтобы отразить название анализируемого соединения. Всё это в дальнейшем значительно облегчит поиск в архиве УФ спектра нужного соединения, например, при необходимости сравнения двух спектров, снятого в данный момент и библиотечного.

МВЖХ "Милихром А-02" может быть рекомендован для использования в экспертных подразделениях ОВД при исследовании широкого круга объектов криминалистической экспертизы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, в том числе наркотических средств и взрывчатых веществ.

Главный эксперт 9 отдела
Старший эксперт 10 отдела



М.А. Дроздов
Ю.Б. Тузков