

Разработка стандартного образца состава кофеина

Шимолин А. Ю., Собина А. В.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: alex-shimolin@yandex.ru

Аннотация: Кофеин является традиционным установочным веществом для метрологического обеспечения высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Однако в России отсутствовали ранее стандартные образцы (СО) состава кофеина. Данная публикация содержит основные сведения об этапах разработки СО состава кофеина, предназначенного для метрологического обеспечения ВЭЖХ в области обеспечения единства измерений. Расширенная неопределённость аттестованного значения СО составляет не более 1%.

Ключевые слова: ГЭТ 176, ГВЭТ 208-1, кулонометрия, ВЭЖХ, стандартный образец, кофеин, йодометрия

В настоящее время метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ) находит широкое применение в химической, фармацевтической, пищевой, нефтеперерабатывающей и др. отраслях промышленности России. ВЭЖХ применяют для контроля качества сырья и готовой продукции, контроля технологических процессов, научных исследований, а также контроля показателей экологической безопасности. Однако в Российской Федерации на данный момент отсутствует достаточное количество типов стандартных образцов (далее – СО), необходимых для поверки, калибровки, испытаний средств измерений (далее – СИ), в том числе в целях утверждения типа, а также построения градуировочных характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения.

Кофеин является одним из традиционно применяемых веществ для поверки жидкостных хроматографов. Согласно сведениям из Федерального информационного фонда (ФГИС «АРШИН») по состоянию на май 2022 г.[1], из 62 типов жидкостных хроматографов кофеин применяется для поверки 14 типов, и только в 2021 году было поверено 1421 единиц таких хроматографов. Таким образом, разработка СО состава кофеина является актуальной метрологической задачей.

Материалом стандартного образца состава кофеина (далее – СО Кфн) был выбран промышленно выпускаемый реактив кофеина для фармакопеи. Материал СО Кфн представляет собой белые кристаллы, растворимые в воде и темнеющие на свету. Молярная масса – 194,1908 г/моль [2].

Установление метрологических характеристик СО Кфн проводили методом кулонометрического титрования на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 (далее – ГЭТ 176) [3] и методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 (далее ГВЭТ 208-1)[4].

Подлинность вещества была установлена по УФ-спектру с применением ГВЭТ 208-1 с точностью до 2 нм по [5], а также по ИК-спектру с применением ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS5 и баз данных HR Spectra IR Demo, Georgia State Forensic Drugs, Georgia State Crime Lab Sample Library. Соответствие исследуемого вещества соединению «кофеин» установлено со степенью соответствия 97,70%.

Исследование однородности материала СО, а также кратковременной и долговременной стабильности, проведены с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35-2015[6] на ГЭТ 176 методом кулонометрического титрования с применением ГСО 11713-2021 СО состава йодата калия (КЮ₃ СО УНИИМ) [7] в качестве источника йода [8].

Установление аттестованного значения массовой доли кофеина, а также суммарного среднего квадратического отклонения от способа определения аттестованного значения СО и стандартной неопределенности от способа определения аттестованного значения СО проведено с учетом положений ГОСТ Р 8.736-2011 на ГВЭТ 208-1 в соответствии с [5].

Метрологические характеристики СО Кфн (партия № 1) приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение	Абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения при $k=2$, $P=0,95$, %	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95$, %
Массовая доля кофеина, %	99,97	0,45	$\pm 0,45$

В результате исследований был разработан стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ), ГСО 11873-2022 [9], предназначенный для поверки, калибровки, испытаний средств измерений СИ, в том числе в целях утверждения типа, а также построения градуировочных характеристик жидкостных хроматографов и контроля точности методик измерений в процессе их применения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральная государственная информационная система “Аршин” [Электронный ресурс]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry> (дата обращения 09.05.2022)
2. Atomic weights of the elements 2019 // IUPAC Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights : официальный сайт. 2021. URL: <https://www.qmul.ac.uk/sbcs/iupac/AtWt/>. (дата обращения 04.08.2022)
3. ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/1382712> (дата обращения: 04.08.2022).
4. 2.1.ZZC.0259.2017 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208-1-2016 / институт хранитель УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/399340> (дата обращения: 04.08.2022).
5. ГФ 14 ФС.2.1.0116.18 Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издание // Федеральная электронная медицинская библиотека : официальный сайт. 2011. URL: <https://femb.ru/record/pharmacopea14> (дата обращения: 04.08.2022)
6. ГОСТ ISO Guide 35-2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М. : Стандартинформ, 2017. С. 59.
7. ГСО 11713-2021 Стандартный образец состава йодата калия (КЮ₃ СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1391862> (дата обращения: 04.08.2022).
8. Shimolin A.J., Sobina A. V., Zyskin V.M. Potassium iodate purity determination by high precision coulometric titration: new measurement procedure implementation // proceedings of the 2nd International Ural Conference on Measurements (Uralcon), Chelyabinsk, 17-19th October 2017. 2017, p. 311-315, <https://doi.org/10.1109/URALCON.2017.8120729>
9. ГСО 11872-2022 Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. 2017. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/1396509> (дата обращения: 04.08.2022).