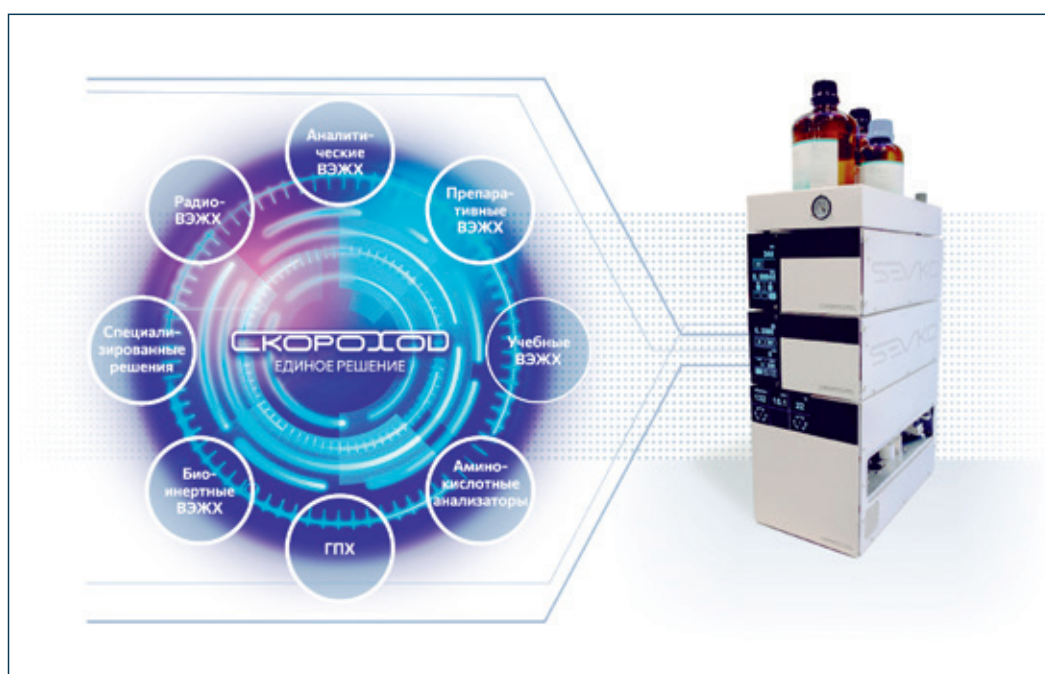


УНИКАЛЬНОЕ РЕШЕНИЕ В СЕРИИ ВЭЖХ "СКОРОХОД" – РОССИЙСКИЙ АВТОДОЗАТОР С ПРЯМЫМ ДОЗИРОВАНИЕМ ПРОБЫ

ВАК1.4.2; 2.2.4; 2.1.8
УДК 543.544; 54.07

Новожилова Н.А., к.х.н., Севко А.В., ИП Севко А.В. (компания Sevko&Co), nan@sevko.net



В апреле 2024 года на выставке "Аналитика Экспо" был представлен российский ВЭЖХ "Скороход", разработанный и созданный на семейном предприятии Александра Севко. Хроматограф стал гармоничным развитием хорошо известного и востребованного на российском рынке инструментального решения компании – анализатора аминокислот с приставкой для постколоночной дериватизации. Команда Sevko&Co не остановилась на достигнутом, и сегодня хроматографы "Скороход" решают широкий круг задач химического анализа, разделения и контроля качества в различных областях науки и промышленности. Какова же главная причина стремительного технологического развития предприятия в столь непростых экономических условиях? Несмотря на все трудности роста и постоянно меняющиеся условия рынка, неизменным для компании Sevko&Co остается одно – приверженность стратегии производства полного цикла и максимальная локализация всех узлов и деталей на территории России.

Один из уникальных модулей в составе ВЭЖХ "Скороход" – автоматический дозатор с прямым дозированием пробы (split-loop) (рис.1). Об этом не имеющем аналогов на российском рынке устройстве и пойдет речь в статье.

Автоматический дозатор проб ВЭЖХ "Скороход" принципиально отличается от многочисленных устройств аспирационного типа (pulled-loop) китайско-российского

производства, а также европейских и корейских OEM-марок, в изобилии представленных на российском рынке. Pulled-loop – это, по сути, усовершенствованный вариант



Рис.1. Автоматический дозатор ВЭЖХ "Скороход" с прямым дозированием пробы (split-loop)

автоматизированного ручного дозирования. В автодозаторе "Скороход" реализована принципиально иная, более эффективная технология – прямое дозирование пробы из иглы в инъекционный порт (split-loop). Этот принцип используют в своих системах лидеры мирового хроматографического рынка: Shimadzu в сериях приборов LC-20/LC-30/LC-40, LC-2030/LC-2040/LC-2050/LC-2060, Agilent в Infinity II/Infinity III, Thermo Fisher Scientific в хроматографах Ultimate 3000 и Vanquish, Waters в линейках Alliance iS и Acquity UPLC I-Class Plus. Разница конструктивных решений заключается лишь в наличии одного, как у Agilent или Thermo Fisher Scientific, или же двух, как у Shimadzu, шестипортовых кранов и, соответственно, в размещении измерительного насоса в области высокого или низкого давления.

ПРОИЗВОДСТВО

С появлением автоматического дозатора "Скороход" технология автоматического прямого дозирования стала доступна и для российских пользователей – без рисков параллельного импорта и вне зависимости от внешнеполитической конъюнктуры. Практически все узлы устройства делаются непосредственно в компании Sevko&Co – производство полностью укомплектовано современным оборудованием и в полной мере соответствует требованиям хроматографического приборостроения (подробнее читайте в репортаже: "Невозможное возможно: семейный бизнес Александра Севко", "Лаборатория и производство", № 3-4/2024). Отдельные элементы, например сапфировые плунжеры

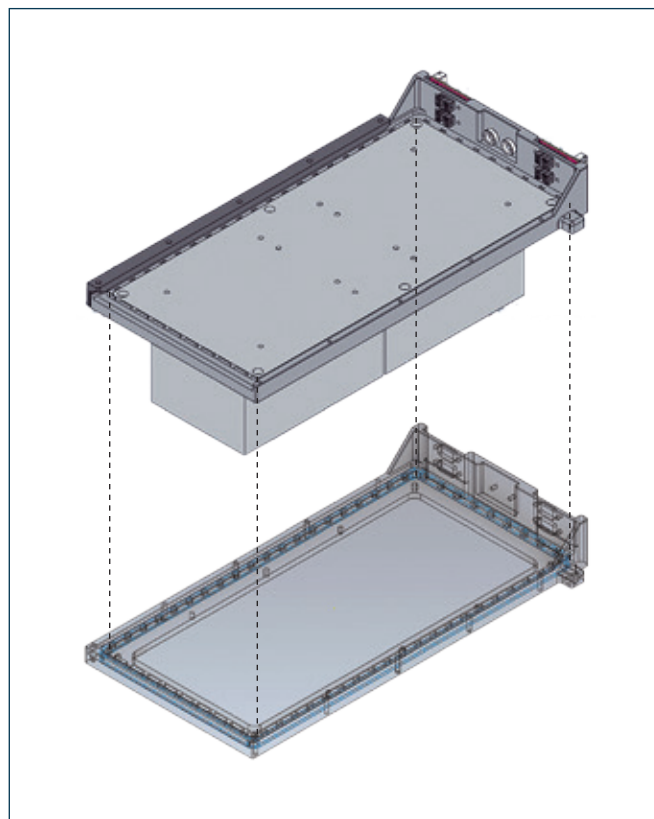


Рис.2. Канал для отвода конденсата в поддоне автодозатора (технология послойного наплавления)

насосов, заказываются на контрактной основе у надежных российских производителей.

Детали – тела вращения, используемые в дозаторе, вытачиваются на токарных станках с ЧПУ, шестерни приводов кранов высокого и низкого давления – на зубонарезных. Финальная обработка ключевых узлов со сложной геометрией – статоров кранов высокого и низкого давления, головки дозирующего насоса – проводится на высокоточных фрезерных станках с пятью независимыми осями движения, включая резку под углом. Это позволяет максимально точно выдержать геометрию, в частности пространственное расположение отверстий относительно друг друга, а также изготавливать узлы дозатора за минимально короткое время. Все размеры деталей строго контролируются, в том числе при помощи координатно-измерительной машины, установленной в специально оборудованной комнате.

Там, где это целесообразно, используются аддитивные технологии. Так, поддон с каналом для отвода конденсата, штатив для виал и механизм движения иглы создаются методом послойного наплавления, а панель управления – с помощью лазерной стереолитографии. Такой подход при малосерийном производстве (до

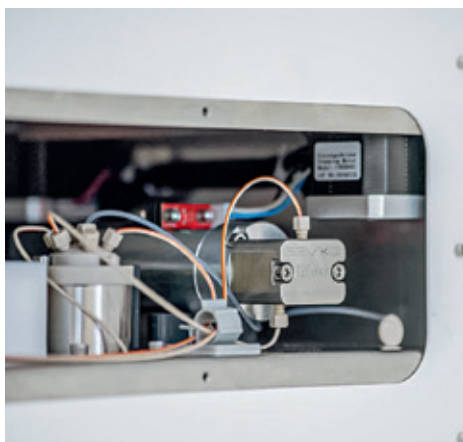


Рис.3. Дозирующий насос



Рис.4. Съемная боковая панель автодозатора "Скороход" с доступом к обслуживаемым узлам

300 штук в год) наиболее экономически целесообразен и, соответственно, значительно снижает себестоимость конечной продукции. Кроме того, создать эффективный канал для отвода конденсата (рис.2) и комплементарно вписать его в конструкцию прибора без использования 3D-печати было бы просто невозможно.

По мнению производителя, немаловажный плюс аддитивных технологий состоит еще и в том, что они позволяют любому пользователю лично принять участие в конструировании высокотехнологичного оборудования: самостоятельно напечатать держатель для сосудов любой формы и размеров в рамках габаритов эффективной поверхности автодозатора либо заказать его по индивидуальному проекту в компании Sevko&Co. Больше никаких ограничений по типам используемых планшетов не существует – все определяется только пожеланиями заказчика.

НАДЕЖНОСТЬ, РЕМОНТОПРИГОДНОСТЬ И ДОЛГОВЕЧНОСТЬ

Основополагающие требования, заложенные в конструкцию автодозатора, как, впрочем, и любого модуля хроматографа "Скороход", – высокая надежность, ремонтопригодность и большой рабочий ресурс. Один из основных узлов устройства – дозирующий насос (рис.3) характеризуется крайне низкой дискретностью и высокой точностью. Физическое разрешение составляет 0,08 мкл на 1 шаг двигателя, который, в свою очередь, используется в режиме деления шага 1/16. Таким образом, дискретность составляет всего 0,005 мкл, что позволяет точно и воспроизводимо дозировать объемы в диапазоне 0,1–100 мкл с шагом 0,01 мкл. Долговечность насоса многократно превышает ресурс стеклянных шприцев, используемых другими производителями. А поскольку детали и узлы хроматогра-

фов "Скороход" максимально унифицированы, уплотнение поршней насосов – дозирующего, инфузионного – это универсальный и легко заменяемый расходный материал.

При эксплуатации любого ВЭЖХ одна из наиболее требовательных деталей автодозатора, с которой чаще всего возникают проблемы, – ротор крана высокого давления. Обычно он представляет собой пластину из полимерного материала (PEEK/Tefzel/Vesrel), на которой по кругу под углом 60° нарезаны три канавки. В автодозаторе "Скороход" одна из трех канавок имеет нестандартную вытянутую форму, что делает ротор более стойким к истиранию при поворотах крана и позволяет ему безотказно и без возникновения течи работать большее число инъекций в сравнении со стандартным исполнением. Таким образом, рабочий ресурс ротора не являлся препятствием к длительной бесперебойной работе дозатора в режиме 24/7.

Доступ к обслуживаемым узлам автодозатора сразу с двух панелей – передней и боковой – делает удобным техническое обслуживание модуля, а при необходимости и его ремонт (рис.4). Замена любых расходных материалов не требует специальных инструментов. Например, замена петли на большую по объему в автодозаторе "Скороход" – это стандартная пользовательская процедура без привлечения сервисного ПО, сопутствующей замены дополнительных элементов конструкции (буферной трубки, шприца и др.), а тем более вызова сервисного инженера, чем грешат некоторые китайско-российские модели.

Стоит также отметить, что при проектировании в автодозатор был заложен гибкий функционал пробоподготовки – не только классическая предколоночная дериватизация или добавление внутреннего стандарта, но и автоматическое разбавление с построением калиб-

ВСЕПЕННАЯ СКОРОХОД

Учебные
ВЭЖХ

Препаративные
ВЭЖХ

Биоинертные
ВЭЖХ

Аналитические
ВЭЖХ

Аминокислотные
анализаторы

ГПХ

Радио-ВЭЖХ

Специализированные
решения

СОБСТВЕННОЕ СЕРИЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО ПОЛНОГО ЦИКЛА:

- ✦ короткие сроки поставки;
- ✦ стабильность и ритмичность производственного процесса;
- ✦ независимость от западных компонентов;
- ✦ большой гарантийный срок: 2 года;
- ✦ сервисная и методическая поддержка непосредственно от российского производителя

SEVKO

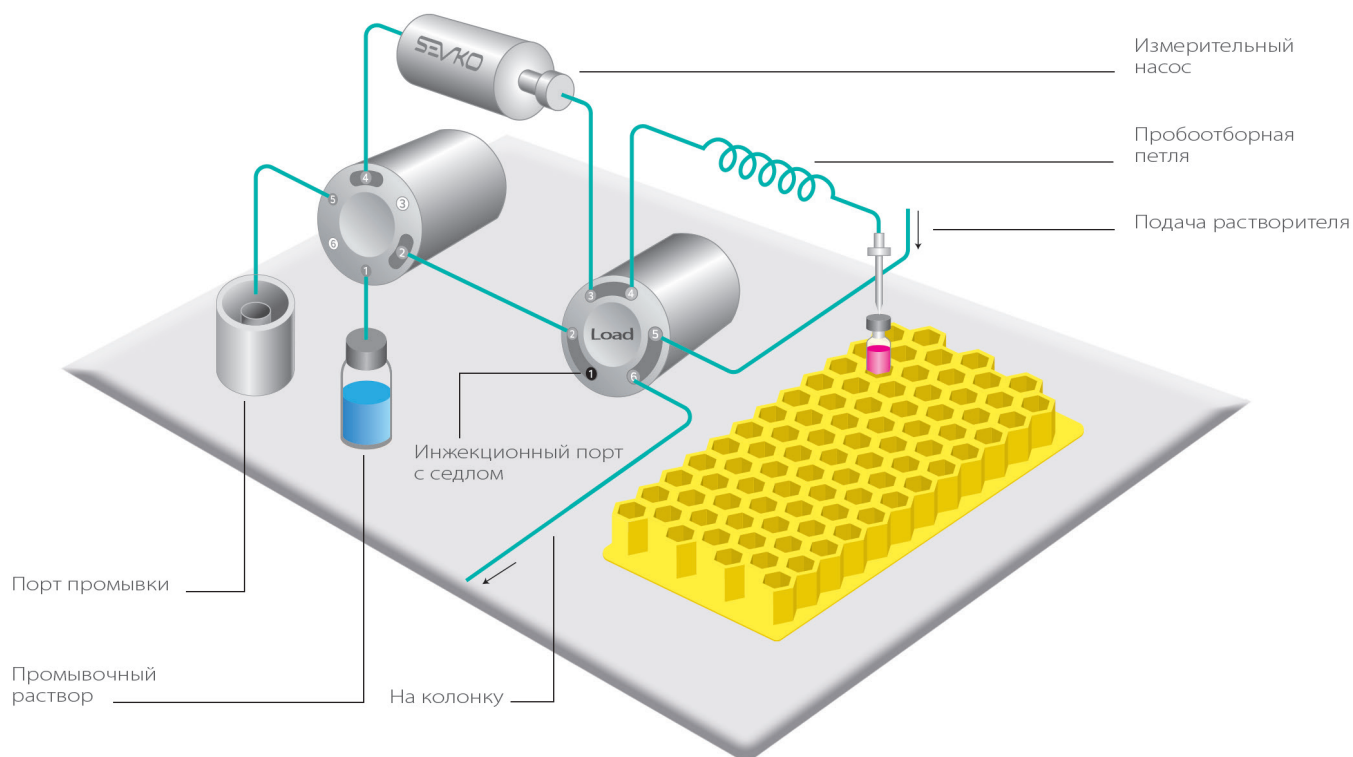
@ nan@sevko.net

📍 📞 📧 +7(926)1429512

- ✦ Отбирается только анализируемый объем пробы
- ✦ Нулевой кросс-перенос
- ✦ Непрерывная промывка дозирующей линии (игла + петля) подвижной фазой
- ✦ Не требует подбора промывочной жидкости или режима дозирования
- ✦ Промывка иглы с возможностью программирования алгоритма
- ✦ Короткий цикл инъекции
- ✦ Дополнительный инъекционный кран высокого давления для реализации двухканальных схем
- ✦ Автоматическая пробоподготовка: разбавление, добавление дериватизирующего агента, внутреннего стандарта, совместная инъекция



Единственный в России автодозатор для ВЭЖХ с прямым дозированием пробы (split-loop)



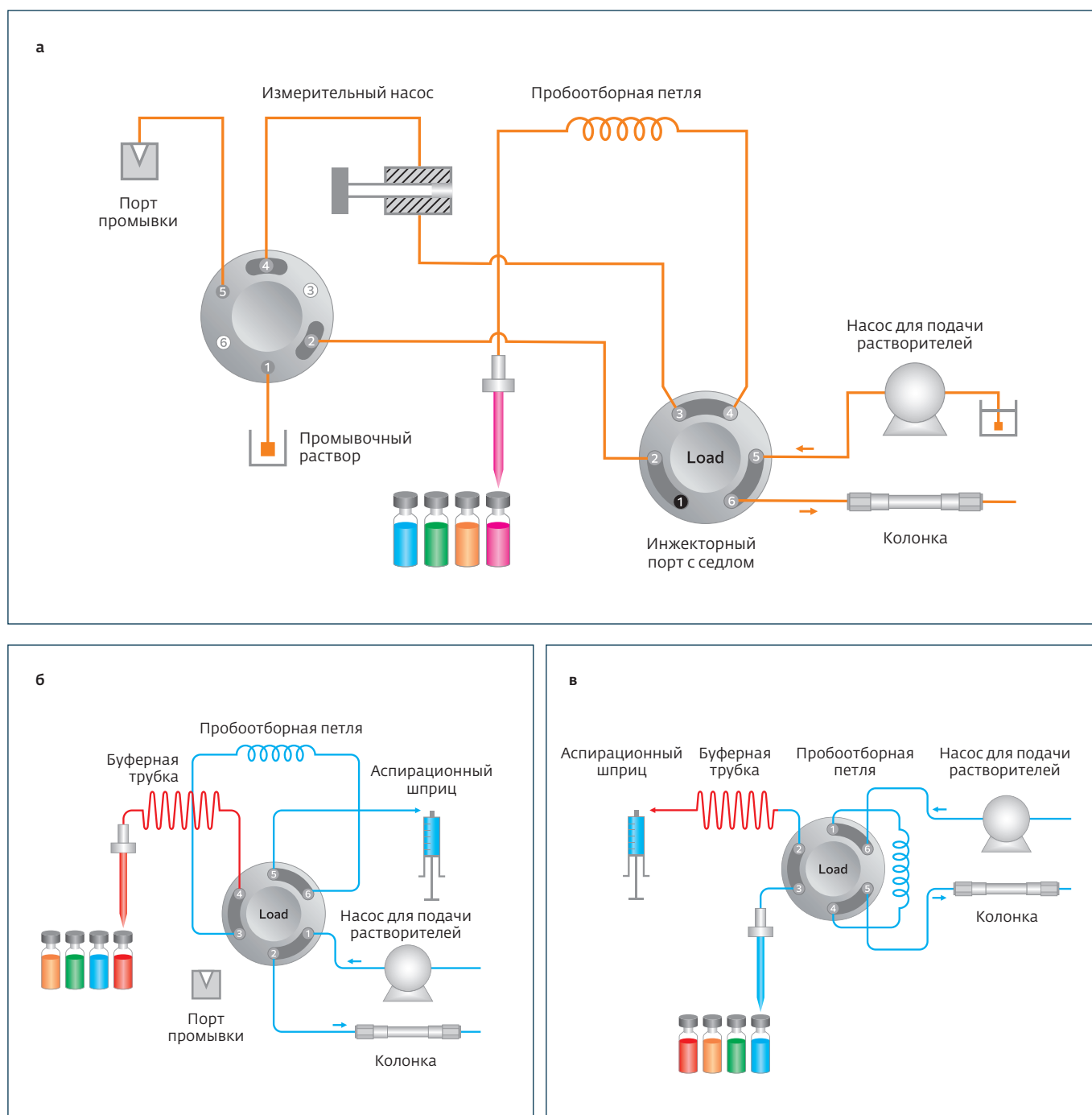


Рис.5. Схемы дозирования: а – прямое, б, в – аспирационное

ровочной зависимости, а также совместная инъекция. Последняя позволяет отобрать пробу вместе с растворителем для разбавления из отдельной виалы, чтобы минимизировать дисперсию по колонке и избежать уширения пика. Влияние органического растворителя на дисперсию пробы в наибольшей степени наблюдается при уменьшении диаметра капилляров до 0,1 мм, то есть при применении быстрой хроматографии, а также

при увеличении объема инъекции. Так, если при введении 1–2 мкл пробы уширения пика почти не отмечается, уже при 5–10 мкл эффект будет заметен.

ТЕХНОЛОГИЯ ПРЯМОГО ДОЗИРОВАНИЯ

Существует три схемы работы автоматических дозаторов: дозирование с разделенной петлей или прямое дозирование пробы из иглы, которая в этом случае,

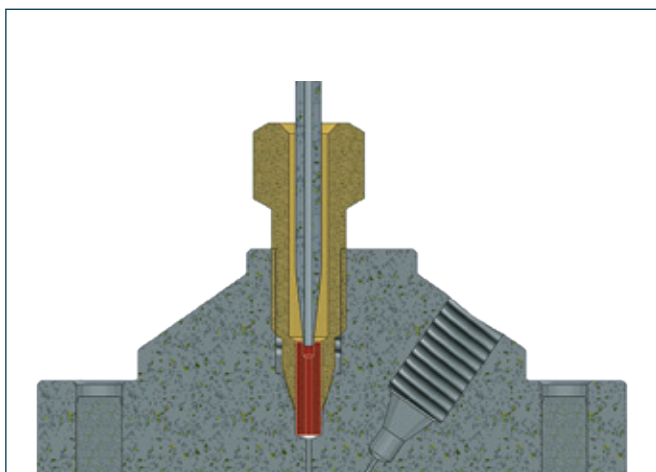


Рис.6. Проточный дизайн узла ввода пробы

по сути, является частью петли; дозирование с вытянутой петлей или аспирационный тип, представляющий продвинутый и автоматизированный вариант ручного дозирования; а также доставка пробы в петлю из аспирационного капилляра при помощи нагнетания давления стеклянным шприцем (pushed-loop). Последний подход не получил широкого распространения, поэтому остановимся на сравнении первых двух (рис.5).

Аспирационный тип дозирования более прост в исполнении, так как не требует уплотнения иглы в инъекционном порту (седла иглы). Пожалуй, на этом преимущества данного типа дозирования заканчиваются.

К примеру, при прямом типе дозирования отбирается исключительно аналитический объем пробы, и она не расходуется зря. В автодозаторах же аспирационного типа к аналитическому объему пробы всегда отбирается дополнительный, чтобы заполнить длинную буферную трубку, идущую от крана высокого дав-

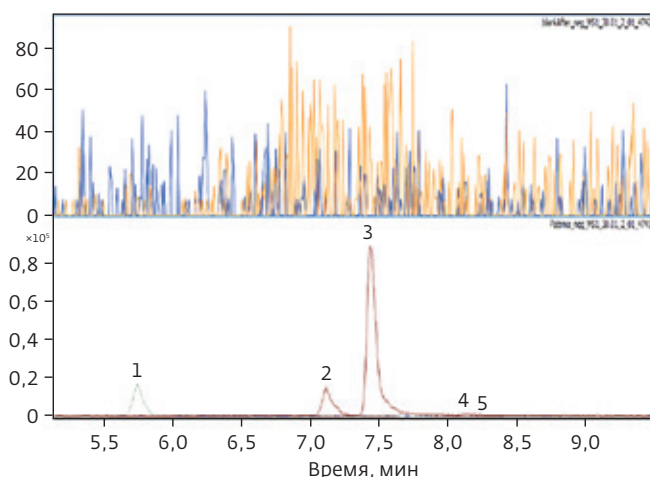


Рис.7. Масс-спектры, полученные на Bruker Maxis Impact HD (Q-TOF) с хроматографом "Скорход" в качестве фронтального ВЭЖХ: сверху – пустая проба; снизу -- растительный экстракт

ления до шприца или до иглы, и тем самым обеспечить надлежащую воспроизводимость. Дополнительный объем может достигать пятикратного значения аналитического, что для многих анализируемых образцов неприемлемо. Конечно, в автодозаторах аспирационного типа обычно предусмотрено несколько режимов ввода пробы, например совместная инъекция с растворителем или с прослойкой воздуха, которые призваны сократить разницу между аналитическим и реально отбираемым объемом. Однако эти механизмы помогают только уменьшить, но не нивелировать разницу полностью. Кроме того, подбор и изучение разных режимов ввода ведет к потере уже не только пробы, но и времени химика-аналитика. Таким образом, аспирационный тип дозирования сложно признать оптимальным и эффективным.

Табл.1. Производительность автодозаторов разных типов

Производитель, модель Характеристика	Sevko&Co "Скорход"	Agilent Agilent 1260 Infinity II	Waters Alliance iS	Типовой автодозатор аспирационного типа
Время одного цикла инъекции, с	50	51	60	<90
Количество виал объемом 2 мл	153	132	144; 162	96–108
Схема дозирования	split-loop	split-loop	split-loop	pulled-loop

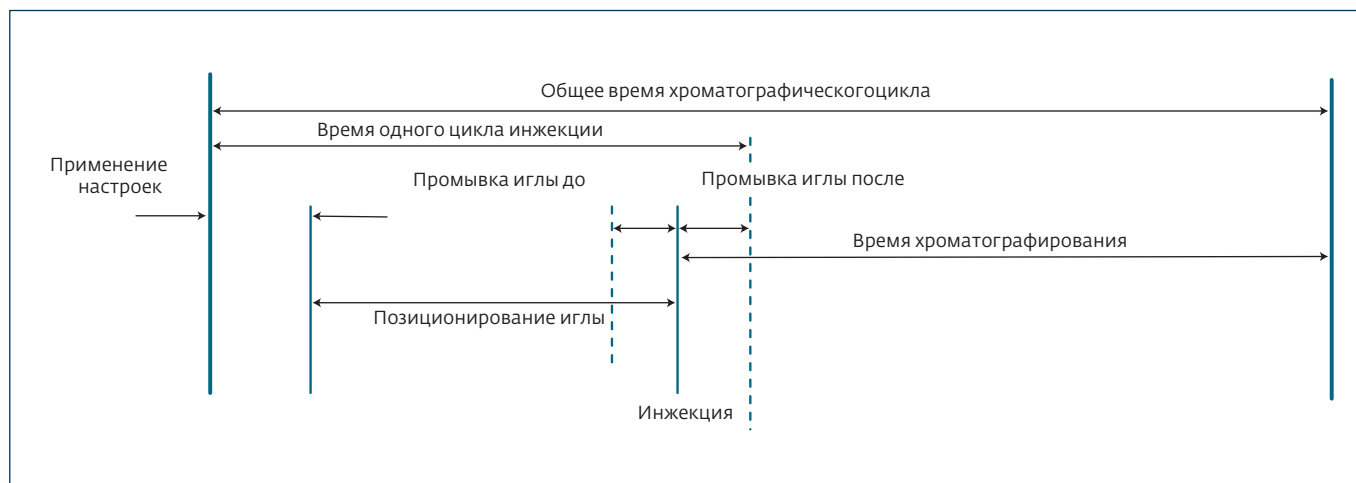


Рис.8. Схема цикла инъекции

Если говорить о затратах времени и удобстве оператора, при аспирационной схеме каждая смена методики связана с трудоемким подбором промывочной жидкости, которая в этом случае промывает иглу как снаружи, так и внутри, внося существенный вклад в деконтаминацию. Неоптимальный или ошибочный выбор чреват повышением уровня перекрестного загрязнения между инъекциями, и, как следствие, отсутствием повторяемости. При прямом дозировании интегрированная линия отбора пробы, состоящая из иглы с петлей, непрерывно промывается подвижной фазой, а промывочная жидкость используется только для очистки внешней поверхности иглы. Дополнительное преимущество автодозатора "Скороход" состоит в программируемом алгоритме промывки, который исключает кросс-перенос даже в самых сложных применениях и образцах, склонных к адсорбции на поверхности иглы.

Как правило, чем больше в конструкции дополнительных элементов, тем выше риск перекрестного загрязнения проб. Автодозаторы прямого дозирования сконструированы оптимальным образом, не содержат длинной буферной трубки, поэтому загрязнений не накапливают. Более того, автодозатор "Скороход" имеет совмещенный с дозирующим краном инъекционный порт, в результате чего трансферная линия между этими элементами просто отсутствует. Такое конструктивное решение, а также проточный дизайн узла ввода (рис.6), при котором инъекционный порт соосен плоскости вращения дозирующего крана, приводят к фактически нулевому кросс-переносу. Это иллюстрируется масс-спектрами (рис.7) реальной пробы растительного экстракта (снизу) и пустой пробы, введенной после однократной промывки иглы

(сверху) – на последнем следов пробы не регистрируется.

Немаловажным преимуществом автодозаторов прямого дозирования является их быстроедействие. Если сравнить время одного цикла дозирования с промывкой иглы до и после инъекции (табл.1, рис.8) для автодозаторов разного типа, видно, что в среднем автодозаторы прямого ввода в 1,8 раза быстрее. Учитывая вместительный держатель для виал автодозатора "Скороход" (153×2 мл)

Табл.2. Автодозатор «Скороход». Повторяемость площади пика (ОСКО), %

Инъекция, № п/п	Площадь, мВ×с
1	5 226,9253
2	5 228,8436
3	5 216,1358
4	5 224,4435
5	5 215,5386
6	5 221,3296
Среднее	5222,2027
СКО	5,5391
ОСКО, %	0,1061

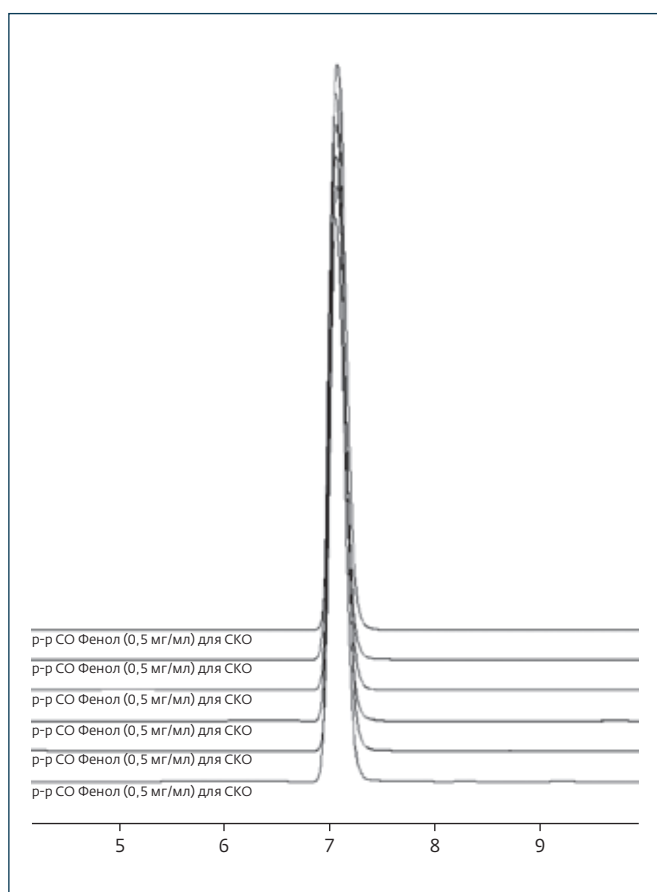


Рис.9. Автодозатор "Скороход". Повторяемость площади пика (СО фенола, 0,5 мг/мл, 5 мкл, n=6). Детектор: СФД-1000

и время одного цикла дозирования пробы, равное 50 с, можно смело утверждать, что этот инструмент не только не потратит зря вашу пробу, но и экономит время, повысив тем самым производительность лаборатории.

Высокие точность и повторяемость автодозатора прямого дозирования "Скороход", подтвержденные испытаниями (табл.2, рис.9), заложены непосредственно в конструкцию прибора, которая исключает риски неправильного подбора промывочной жидкости, контаминации, некорректно выбранного режима ввода пробы и т.п.

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ

Автодозатор "Скороход" представляет собой гибкую и универсальную платформу, которая легко масштабируется для специальных применений. Например, в конструкцию может быть включен дополнительный инжекционный кран высокого давления, что позволит создавать двухканальные схемы (рис.10). При этом возможен как последовательный, так и одновременный ввод проб в хроматограф.

Такие схемы могут быть полезны при разработке методик, когда одну и ту же пробу требуется проанализировать в нескольких хроматографических режимах с использованием разных подвижных фаз и/или детекторов, а также при параллельном определении в пробе катионов и анионов. Можно, напротив, сконфигурировать две независимые аналитические линии

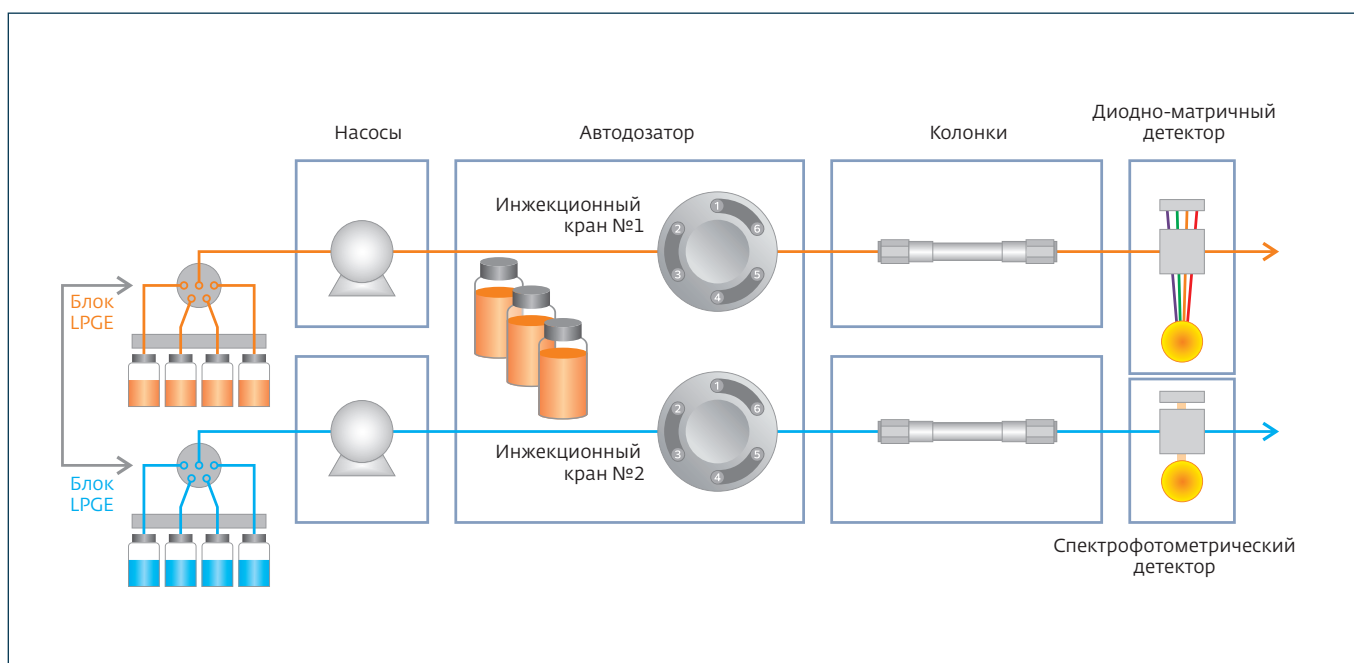


Рис.10. Схема двухканального ВЭЖХ "Скороход" с единым автодозатором

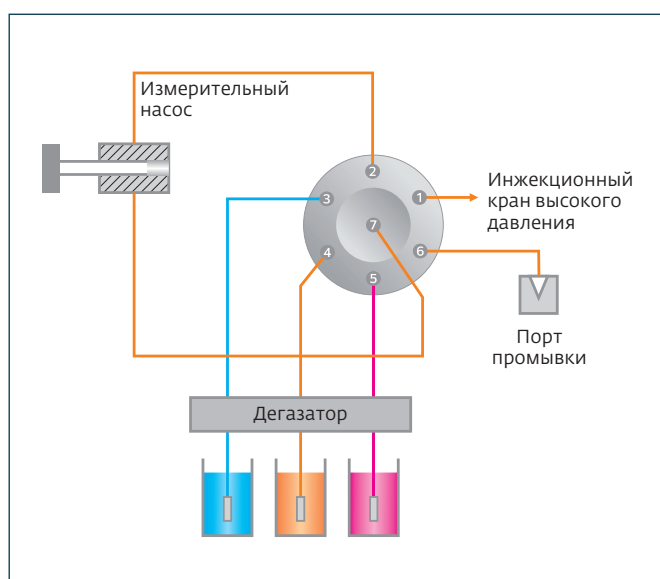


Рис.11. 7-портовый кран низкого давления с возможностью выбора промывочных жидкостей

с созданием градиента и одновременным анализом двух различных образцов. Например, при фармацевтическом контроле качества готовых ЛС одну линию использовать для определения родственных примесей, вторую – для теста на эффективность АФС. Таким образом, время, необходимое для регламентных испытаний, сократится вдвое икратно увеличится производительность лаборатории.

В автодозаторе "Скороход" можно вместо 6-портового крана низкого давления установить 7-портовый кран с промывкой внешней поверхности иглы сразу несколькими растворителями (органическими, кислотными, щелочными и т.д.) или с возможностью выбора, по аналогии со старшими моделями хроматографов Shimadzu LC-30 и LC-40. В настоящее время данная конфигурация – опциональная, в дальнейшем она запланирована в качестве базовой (рис.11).

Для высокопроизводительных анализов, например с масс-спектрометрическим детектором, актуально большое количество проб. Платформа автодозатора "Скороход" позволяет легко масштабировать стандартное исполнение, рассчитанное на 153 виалы объемом 2 мл или три 96-луночных планшета. По заказу возможно исполнение с 306 виалами по 2 мл или шестью 96-луночными планшетами, т.е. увеличение производительности вдвое.

Кроме того, универсальность платформы позволяет использовать ее не только для автодозатора, но и для конструирования автоматического коллектора фракций.

Компания Sevko&Co заботится не только о функциональности всех модулей ВЭЖХ-системы "Скороход", удоб-

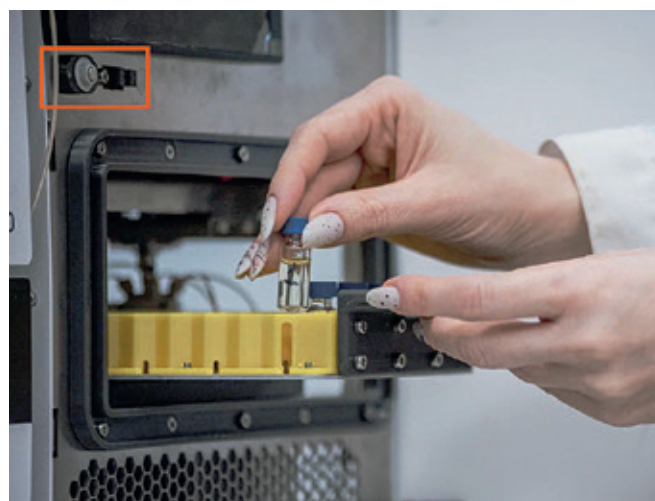


Рис.12. Датчик открытия двери

стве эксплуатации и бесперебойной штатной работе, но и о безопасности сотрудников лабораторий. Автодозатор "Скороход" соответствует всем требованиям промышленной безопасности и оснащен системой блокировки. При открытии двери срабатывает датчик (рис.12), и работа манипулятора с иглой автоматически останавливается. Это полностью исключает травмирование персонала.

Автодозатор "Скороход" компании Sevko&Co эффективно работает со сложными пробами и минимальными объемами образцов; экономит время оператора и делает его работу комфортной и безопасной; практически полностью исключает перекрестную контаминацию, тем самым повышая качество и повторяемость измерений; обладает высокой точностью и быстродействием; легок в обслуживании и ремонте. Можно уверенно сказать, что этот инновационный инструмент будет незаменимым помощником при проведении хроматографических анализов в любой лаборатории.

В хроматографах серии "Скороход" не используются дефицитные импортные компоненты. Это гарантирует стабильность производства и в 2 раза более короткие сроки поставки в сравнении с другими производителями. Компания Sevko&Co предоставляет пользователям большой двухлетний гарантийный срок на все модули ВЭЖХ "Скороход", а в случае возникновения внештатных ситуаций собственные сервисные инженеры оперативно окажут техническую и методическую поддержку, в кратчайшие сроки доставят в любую точку РФ не только расходные материалы, но и запасные части вплоть до электронных плат, проведут необходимое обслуживание и ремонт.