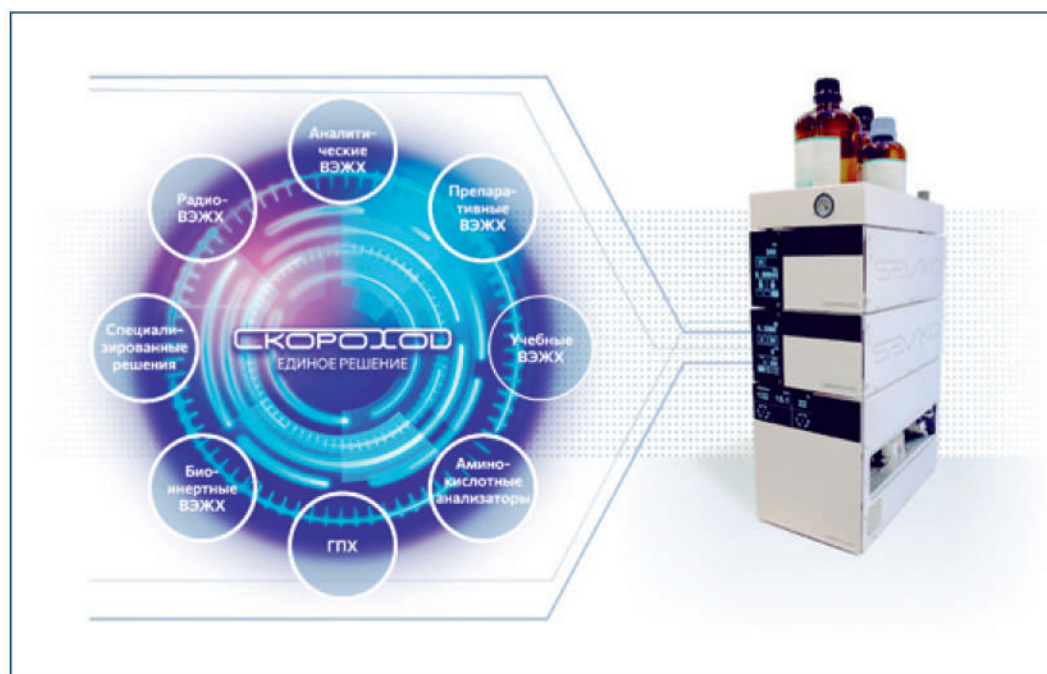


# УНИКАЛЬНОЕ РЕШЕНИЕ В СЕРИИ ВЭЖХ "СКОРОХОД" – РОССИЙСКИЙ АВТОДОЗАТОР С ПРЯМЫМ ДОЗИРОВАНИЕМ ПРОБЫ

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)



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 "Скорострел" с прямым дозированием пробы (split-loop)

автоматизированного ручного дозирования. В автодозаторе "Скорострел" 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 "Скорострел" 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

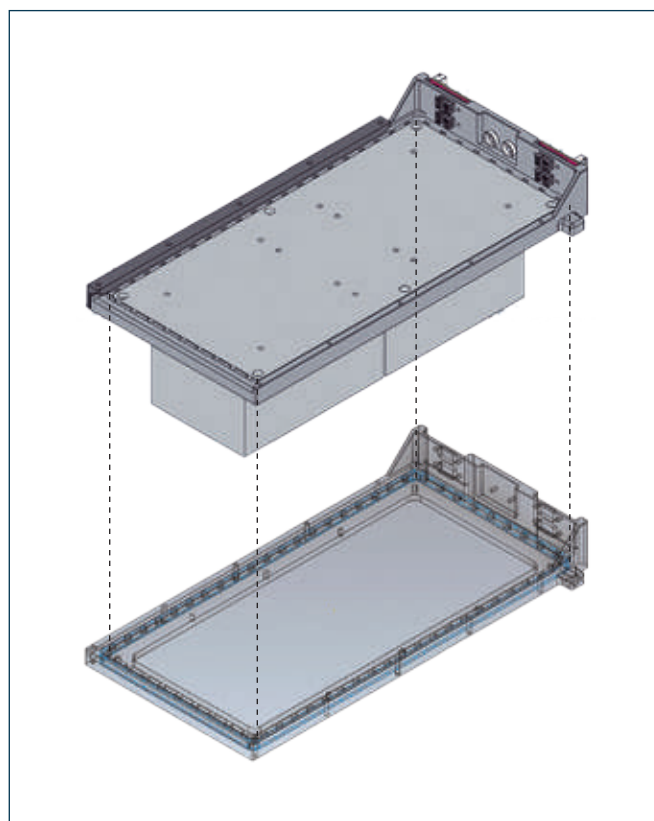


Рис.2. Канал для отвода конденсата в поддоне автодозатора (технология послойного наплавления)

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

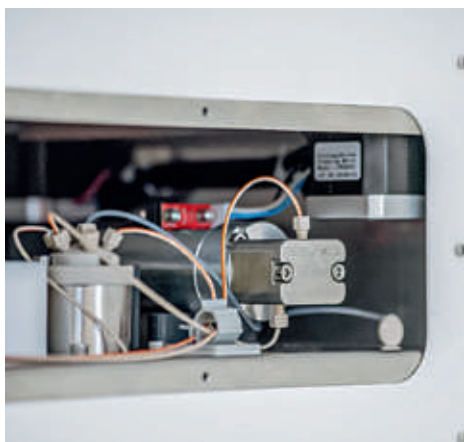


Рис.3. Дозирующий насос



Рис.4. Съемная боковая панель автодозатора "Скорход" 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 "Скорход", – 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 "Скорход" 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/Vesprel), на которой по кругу под углом 60° нарезаны три канавки. В автодозаторе "Скорход" 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 "Скорход" – 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-

# ВСЕЛЕННАЯ СКОРОХОД

Учебные  
ВЭЖХ

Препаративные  
ВЭЖХ



Биоинертные  
ВЭЖХ

Аналитические  
ВЭЖХ

Аминокислотные  
анализаторы

ГПХ

Радио-ВЭЖХ

Специализированные  
решения

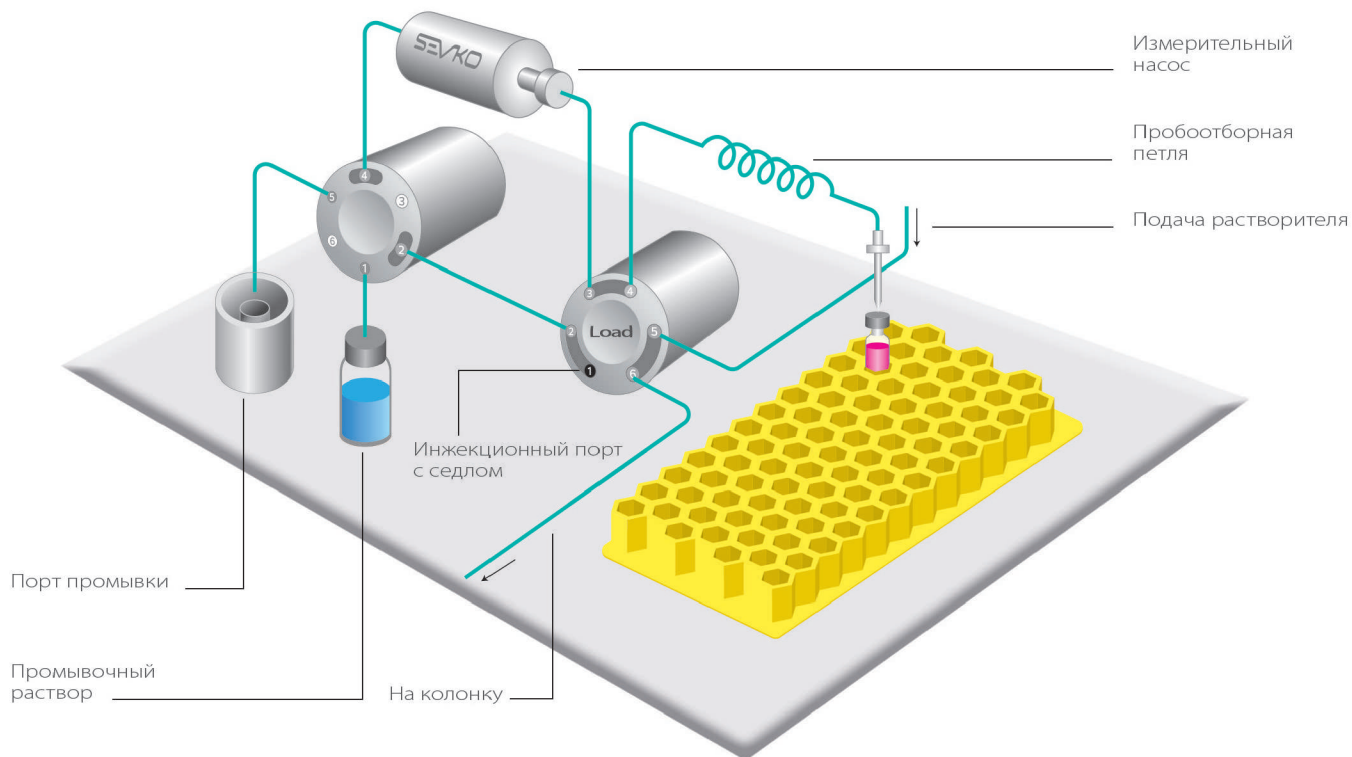
**СОБСТВЕННОЕ СЕРИЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО  
ПОЛНОГО ЦИКЛА:**

- ✦ 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

- ✦ 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 инжекционный 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)



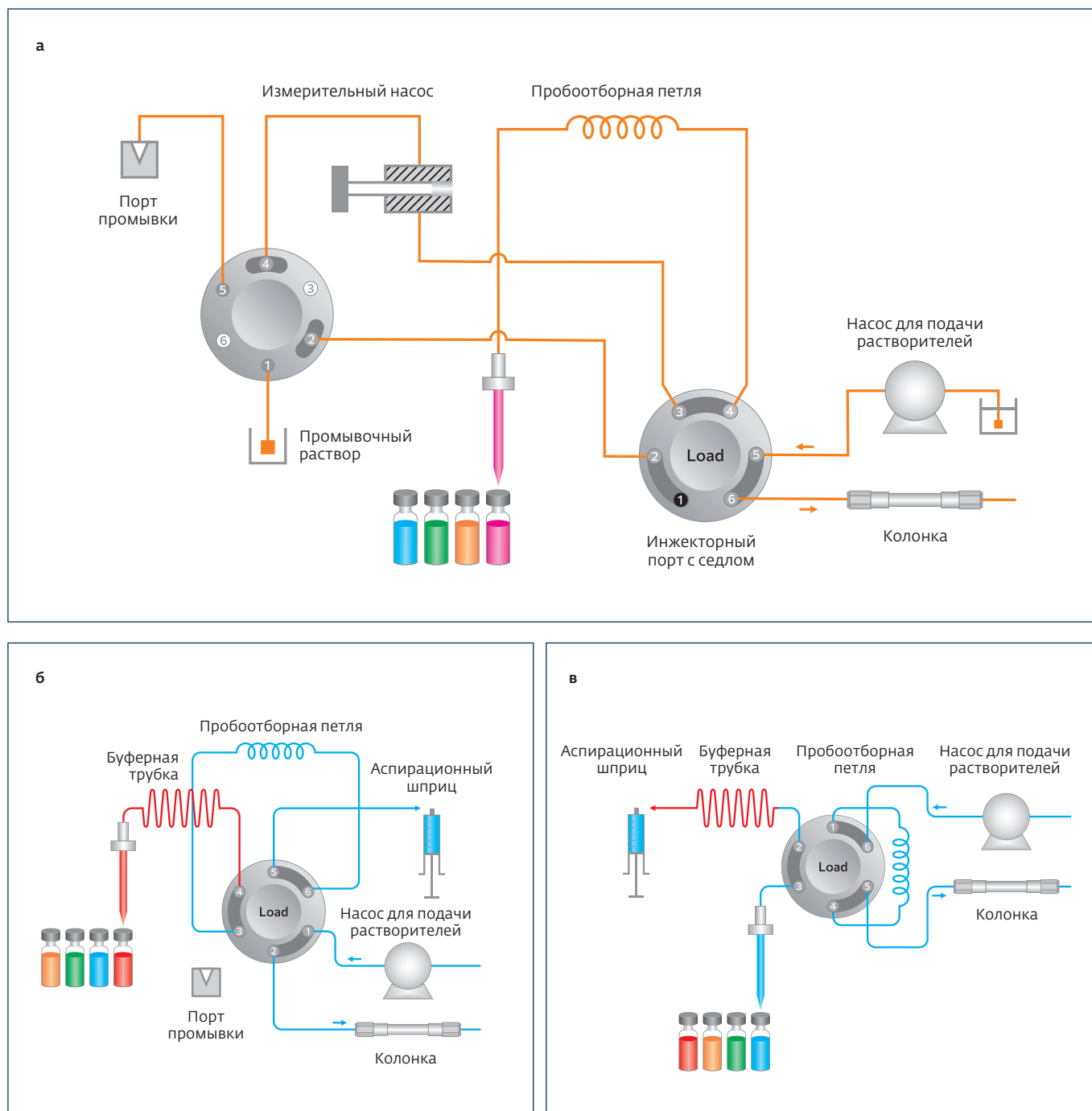


Рис.5. Схемы дозирования: а – прямое, б, в – аспирационное

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,

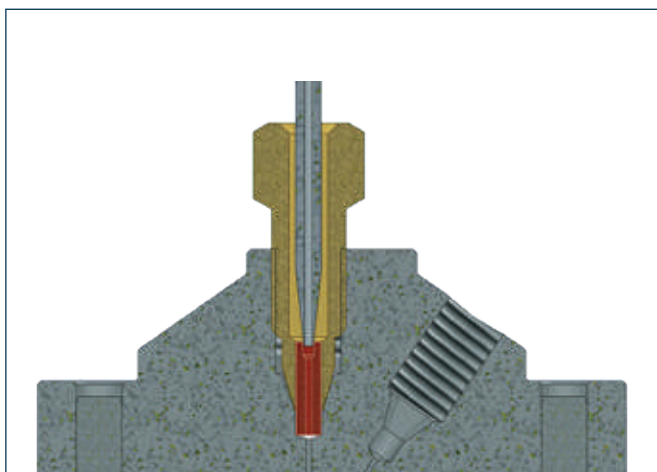


Рис.6. Проточный дизайн узла ввода пробы

по сути, является частью петли; дозирование с вытянутой петлей или аспирационный тип, представляющий продвинутой 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-

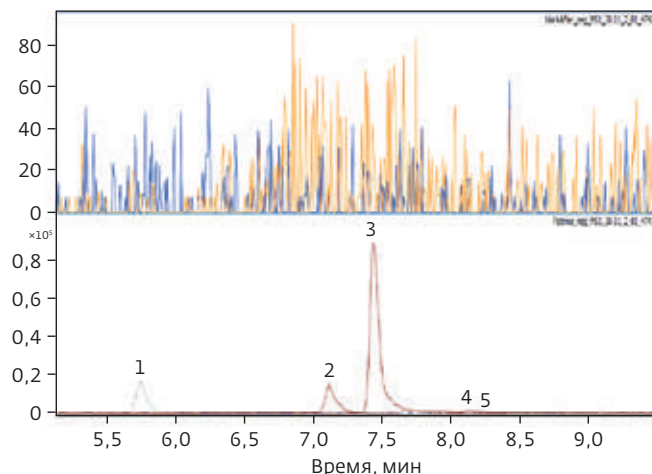


Рис.7. Масс-спектры, полученные на Bruker Maxis Impact HD (Q-TOF) с хроматографом "Скоростар" в качестве фронтального ВЭЖХ: сверху – пустая проба; снизу – растительный экстракт

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 "Скоростар"	Agilent Agilent 1260 Infinity II	Waters Alliance iS	Типовой автодозатор аспираторного 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

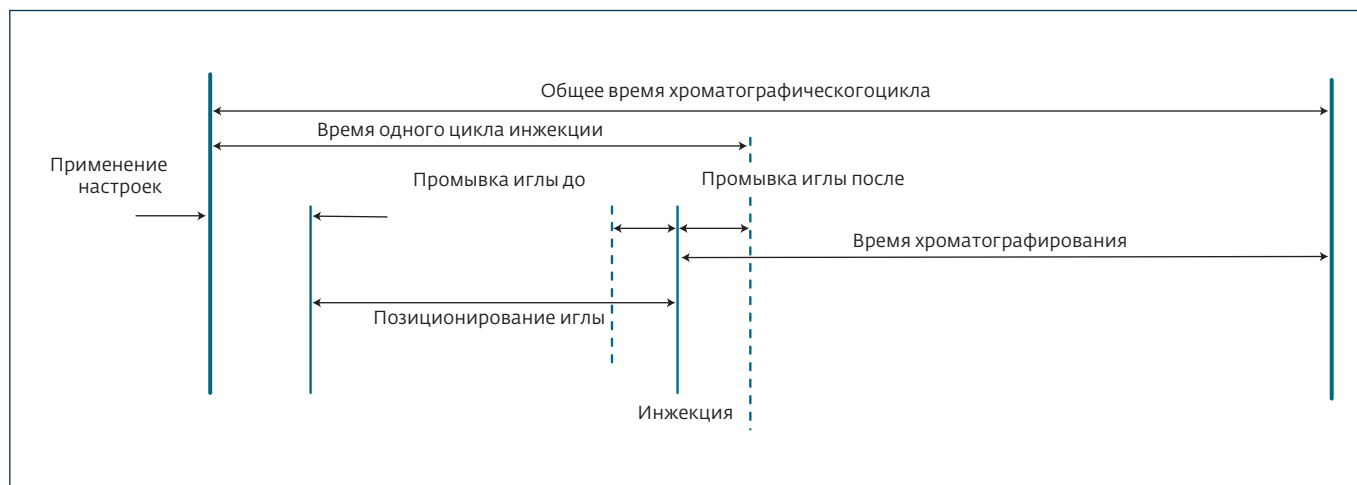


Рис.8. Схема цикла инъекции

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 "Скорострел" 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 "Скорострел" 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 быстродействие. 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 "Скорострел" (153×2 мл)

Табл.2. Автодозатор «Скорострел». 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

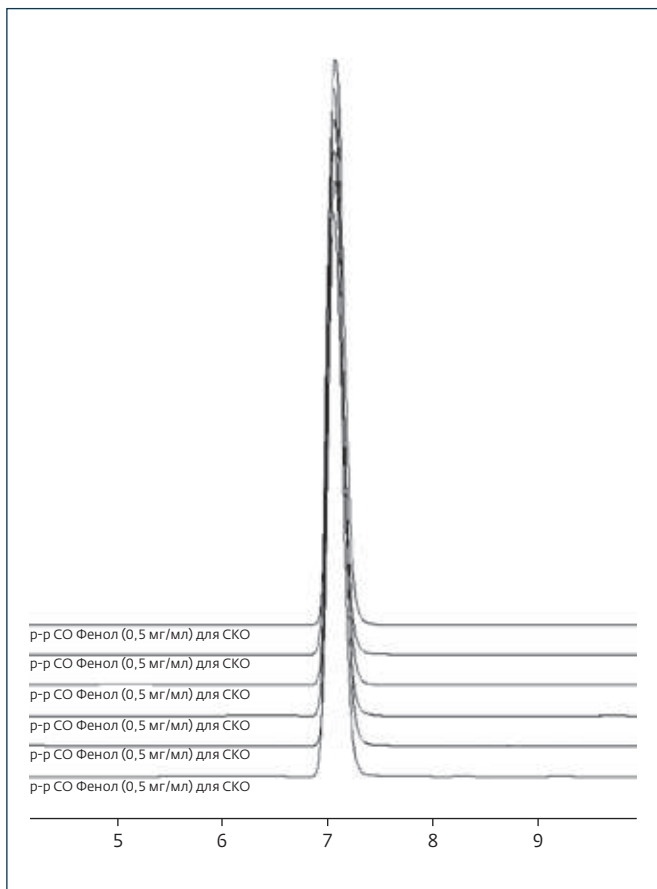


Рис.9. Автодозатор "Скороход". Повторяемость площади пика (СО фенола, 0,5 мг/мл, 5 мкл, n=6). Детектор: СФД-1000

и время одного цикла дозирования пробы, равное 50 с, можно смело утверждать, что этот инструмент не только не потратит зря вашу пробу, но и сэкономит 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

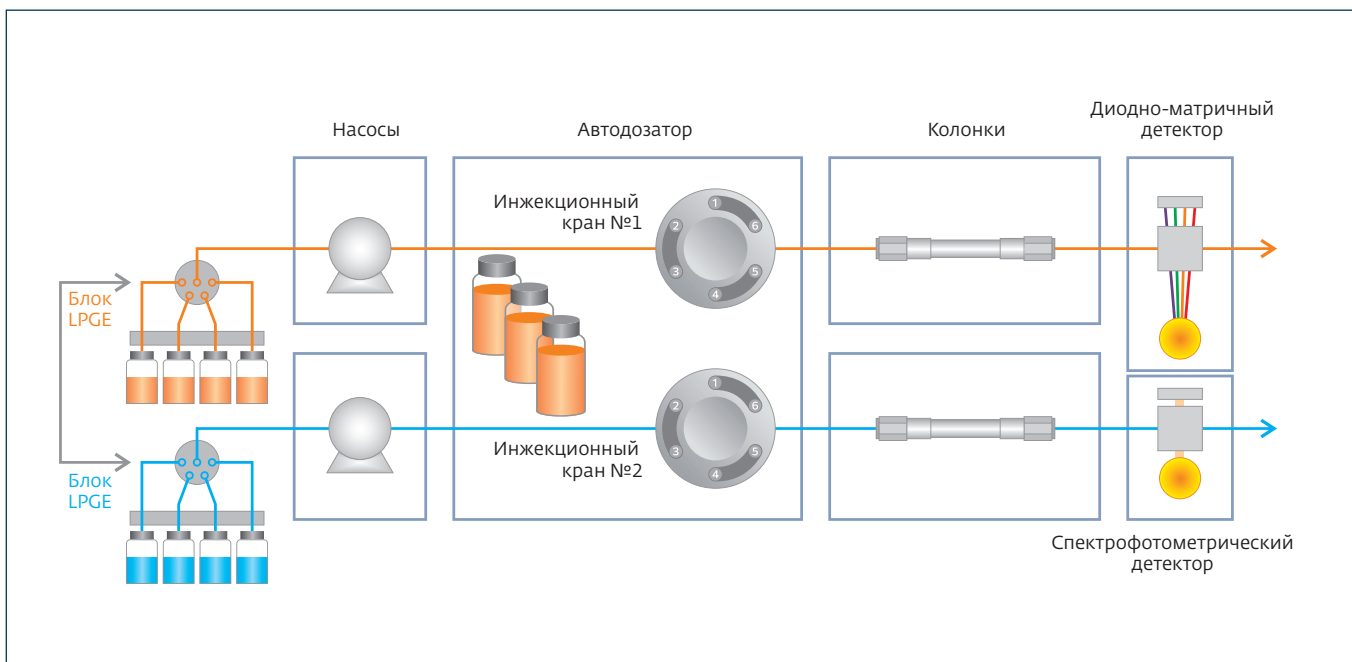


Рис.10. Схема двухканального ВЭЖХ "Скороход" с единым автодозатором

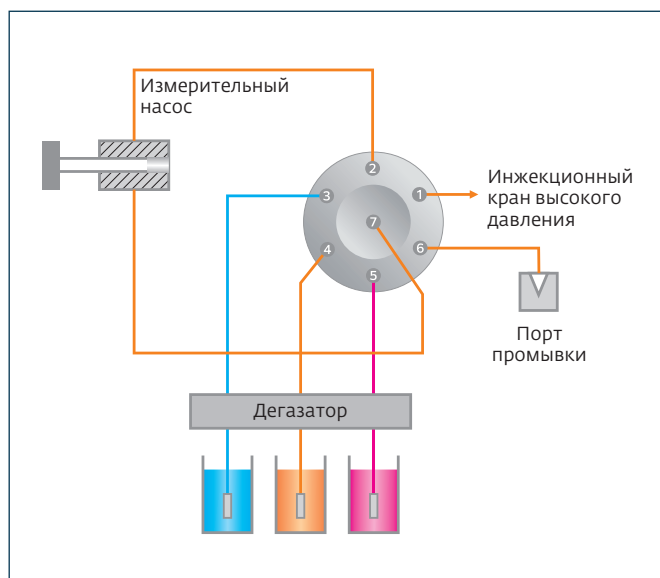


Рис.11. 7-портовый кран низкого давления с возможностью выбора промывочных жидкостей

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 "Скоруход" 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 "Скоруход" 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 "Скоруход", удоб-

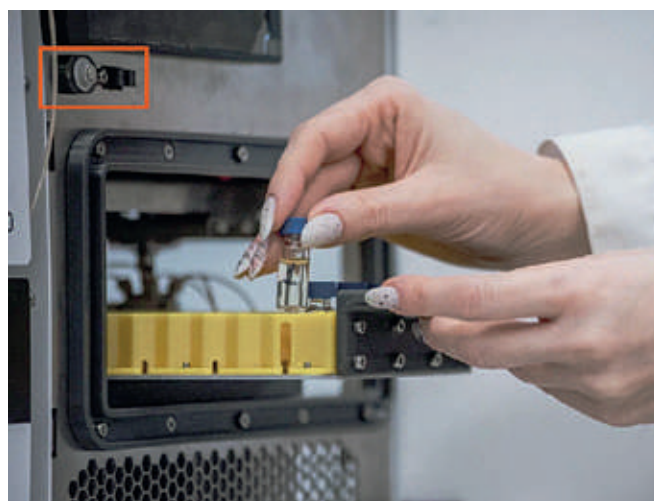


Рис.12. Датчик открытия двери

стве эксплуатации и бесперебойной штатной работе, но и о безопасности сотрудников лабораторий. Автодозатор "Скоруход" 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 "Скоруход" 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 "Скоруход" 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 "Скоруход", 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.