

Vedelikkromatograafia meetodi valideerimine alkoholsetest jookidest leiduvate suhkrute ja glütserooli näitel

Simo Lõo (autor), Maria Kuhtinskaja, Riin Rebane (juhendajad), Keemiainstituut

OÜ Keskkonnauuringute Keskus alustas 2012. aastal alkoholsetest jookidest suhkrute ja glütserooli analüüsi ning sellest lähtuvalt seati eesmärgiks kiire suhkrute ja glütserooli meetodika väljatöötamine ja valideerimine tõestamaks meetodika sobivust ja usaldusväärsust analüüsil. Valideeritavateks karakteristikuteks olid robustsus, selektiivsus, rakendusala, lineaarne ala ning teostati ka avastamispiiri, määramispiiri ja määramatuse hindamine, mis aitasid tõestada meetodika sobivust.

Eesmärkide täitmiseks optimeeriti kromatograferimisparameetreid ning hinnati meetodika robustust. Leiti, et parimad töötingimused tagab eluendi ACN 75 %-ne suhe, voolukiirus 1,0 ml/min, proovi süstitav kogus 10 µl ja temperatuur 30°C kasutades Agilent Zorbax Carbohydrate kolonni. Meetodika ei omanud robustsust vaid eluendi koostise ja temperatuuri suhtes. Meetodika sobivus tõestati hea lahutuvuskriteeriumiga $R_s=1,3$ ja saagistega 97-102 %, millega võib väita, et maatriksiefekt puudub, mistõttu vastava standardi rakendusalasse kuuluva veini analüüsile sobib meetodika ka siidri, likööri ja muu alkoholse joogi analüüsiks. Lineaarne ala leidis kinnitust residuaalide kaudu. Avastamispiiri ja määramispiiri leidmisel saadi standardist esitatust mitte oluliselt kõrgemad sisaldused.

Määramatuse hinnangul, võttes arvesse ka korduvust ja korratavust kontrollkaartidelt, millega leiti, et meetodika on küll usaldusväärne, kuid rakendada tuleks teistsugust lähenemist edasisel meetodika valideerimisel ja proovide analüüsil. Lisaks hinnati võrdlusemõõtmiste abil tõesust ning leiti, et meetodika on tõene, andes võrreldavaid tulemusi.

Meetodika on valideeritud, EKUK-is akrediteeritud ning rutiinses kasutuses.

Käesolev magistritöö on osa projektist "Development of software for validation of chromatographic methods" (registreerimis number 3.2.1201.13-0020) Euroopa Regionaalarengu Fondi alammeetmes "Info- ja kommunikatsioonitehnoloogia alase teadus- ja arendustegevuse toetamine".