

Torion T-9

Газовая хроматография /
Масс-спектрометрия

Портативный ГХ/МС Torion T-9 Экспресс анализ полуволетучих органических соединений (SVOCs) в воде.



Введение

За последние годы много типов аналитических приборов были уменьшены до портативных размеров или ручного формата, чтобы использовать их в полевых условиях. В частности, к таким приборам относятся анализаторы, основанные на рентгено-флуоресцентной спектрометрии (XRF), лазерной искровой спектрометрии (LIBS), рамановской спектроскопии или спектроскопии комбинационного рассеяния (Raman), ИК-Фурье спектроскопии (FT-IR), ближней ИК спектроскопии (NIR). Однако сокращение размеров газового хроматомасс-спектрометра (ГХ/МС) до портативной конфигурации при сохранении аналитических характеристик лабораторного прибора – гораздо более трудная задача. В большинстве предыдущих попыток был использован упрощенный подход “point-and-shoot” (выбрать и активировать), при котором не требовалось ни подготовки образца, ни специальных приставок для ввода проб. Поэтому практическая ценность портативных приборов существенно снижалась, если требовались сложная пробоподготовка образца и/или специализированные процедуры по вводу пробы в газовый хроматограф.

В этой статье описываются результаты, полученные с помощью нового портативного ГХ/МС Torion® T-9 (от компании PerkinElmer Inc., Shelton, CT), который использовался для экспресс-анализа (скрининга) образцов на наличие полуволетучих органических соединений (semi volatile organic compounds - SVOCs), а именно фенолов и фталатов в водных образцах. При этом суммарное время анализа составляло около 10 минут.

Технология ГХ/МС Torion T-9

Первоначальная система и ее применимость для анализа в полевых условиях были описаны в литературе [1, 2]. Недавно портативную ГХ/МС систему улучшили, заменив обычную капиллярную колонку на колонку низкой термальной массы (low thermal mass - LTM), которая нагревается прямым электрическим нагревом, а не с помощью конвекции. Данная технология практически исключает непрогретые области колонки, благодаря чему хроматографическое разделение пиков улучшается.

В масс-спектрометре применяется тороидальная ионная ловушка, которая хорошо подходит для миниатюризации в отличие от других типов масс-анализаторов. Новая конфигурация ионной ловушки обеспечивает низкий уровень шума, высокую чувствительность и хорошее качество спектров. Масс-анализатор с ионной ловушкой нагревается до ~175-210 °С в зависимости от целевых аналитов и работает в условиях вакуума. Благодаря этому электроды остаются чистыми в течение длительного времени, что минимизирует обслуживание прибора. За более подробным описанием технологии ГХ/МС Torion T-9 обратитесь, пожалуйста, к ссылке [3].

Модули для подготовки

Возможности портативного ГХ/МС для работы в полевых условиях можно существенно расширить, если использовать компактную, работающую от батареи приставку для работы с образцами SPS-3™ (PerkinElmer Inc., Shelton, CT) [4]. В качестве модулей для быстрого отбора проб предлагаются следующие варианты:

1. Твердофазная микроэкстракция ТФМЭ (solid-phase microextraction - SPME).
2. Отбор пробы из паровой фазы (headspace - HS).
3. Иглы-ловушки (needle traps - NT) для отбора газообразных образцов.
4. Технология purge and trap (P&T) и термическая десорбция (thermal desorption – TD)
5. Модули для добавления внутренних стандартов (internal standards - IS).

Используя такой гибкий подход к работе с образцами, можно легко сконфигурировать систему в соответствии с требованиями используемого метода к подготовке образцов и их анализу в конкретных местах отбора проб.

Рассмотрим подробнее методологию использования портативного ГХ/МС Torion® Т-9, как инструмента быстрого экспресс-анализа (скрининга) фенольных соединений и эфиров фталевой кислоты (фталатов) в водных образцах.

Инструмент быстрого экспресс-анализа для полуволетучих (SVOCs) органических соединений

Портативный ГХ/МС Torion® Т-9 может успешно применяться в качестве инструмента общего экспресс-анализа полуволетучих органических соединений в воде с использованием жидкостной микроэкстракции (micro liquid extraction - MLE). Полученный экстракт вводится в инжектор ГХ/МС с помощью шприца Custodion® Coiled Microextraction (CME) с выдвигной инертной спиральной проволоочной нитью из нержавеющей стали (Рисунок 1).

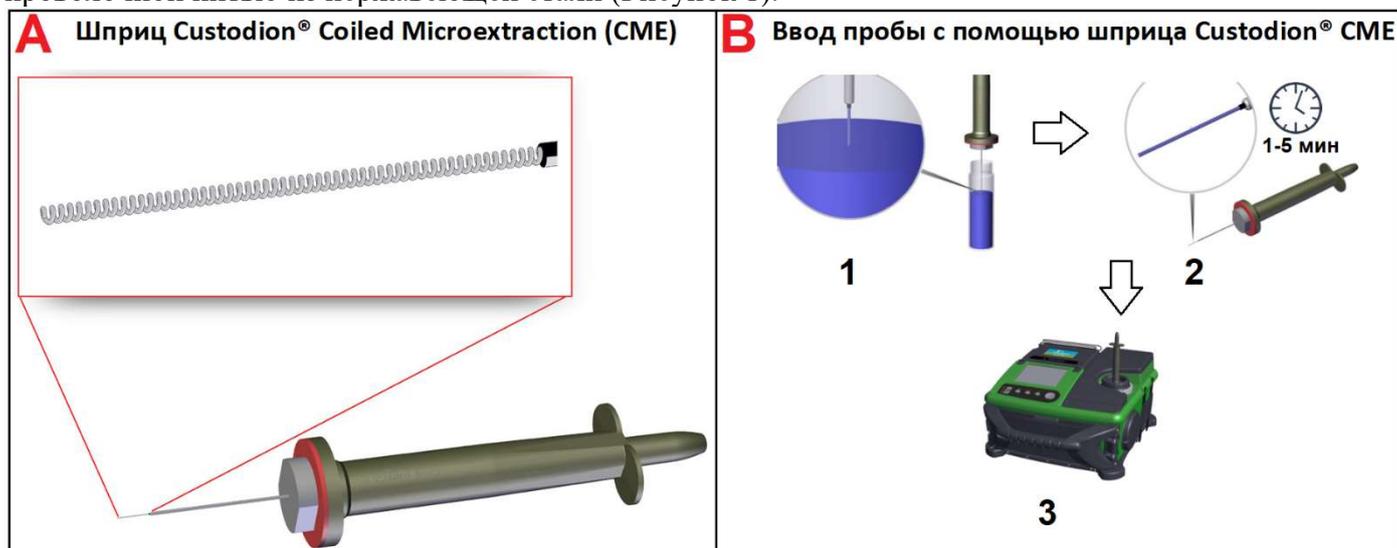


Рисунок 1 (А, В). Шприц Custodion® CME(А) и ввод пробы с в портативных ГХ/МС помощью шприца Custodion® CME (В).

Эксперименты проводились с водопроводной водой, в которую добавлялись стандарты SVOCs (фенолов и фталатов). Концентрации аналитов в полученных растворах находились в диапазоне от нескольких ppb до значений близких к ppm. Для экстракции использовалось небольшое количество (0.2-0.5 мл) подходящего растворителя, например, дихлорметан, гексан или пентан. Для ускорения процесса экстракции, можно применять ручное встряхивание и высаливание 0.5-3 % раствором NaCl. Экстракцию проводят в течение нескольких минут, затем экстракт наносят на спираль шприца Custodion CME, погружая спираль шприца в экстракт. Если необходимо, экстракт можно сконцентрировать. Ввод пробы в инжектор портативного ГХ/МС с использованием шприца Custodion CME выполняют после того, как испарится растворитель на его спирали. Параметры масс-спектрометра и хроматографические условия анализа фенолов и фталатов указаны в таблице 1.

Таблица 1. Параметры масс-спектрометра и хроматографические условия анализа фенолов и фталатов.

Хроматографические условия		
	Фенолы	Фталаты
Ввод пробы	Custodion CME	Custodion CME
Тип ввода пробы	С делением/ без деления потока (10 с без деления)	С делением/ без деления потока (10 с без деления)
Температура инжектора	290°C	300 °C
Температура линии переноса	270°C	280 °C
Температура масс-анализатора	200°C	200 °C
Начальная температура колонки	50°C в течение 10 сек	50 °C в течение 10 сек
Скорость нагрева колонки	2 °C/сек	2 °C/сек
Конечная температура колонки	290°C в течение 60 с	300 °C в течение 60 с
Параметры масс-спектрометра		
Масс-спектрометр	Тороидальная ионная ловушка	
Ионизация	Электронная ионизация	
Рабочая температура МС	200°C	
Диапазон масс	45-500 amu (а.е.м.)	
Разрешение	<0.5 m/z при 300 amu (а.е.м.)	
Скорость сканирования МС	10-15 сканирований в секунду	

На рисунке 2 показана хроматограмма анализа фенолов в воде (режим полного ионного тока). Справа показана EIC хроматограмма (extracted ion chromatogram) пика фенола (пик фенола отмечен красной стрелкой) и его референсный спектр из библиотеки NIST. Все идентифицированные пики фенолов перечислены слева направо: (1) фенол, (2) 4-метилфенол, (3) 2-нитрофенол, (4) 3,5-дихлорфенол, (5) 3-метил-4-хлорфенол, (6) 2,4,6-трихлорфенол, (7) 4-нитрофенол, (8) 4,6-динитро-2-метилфенол, и (9) пентахлорфенол.

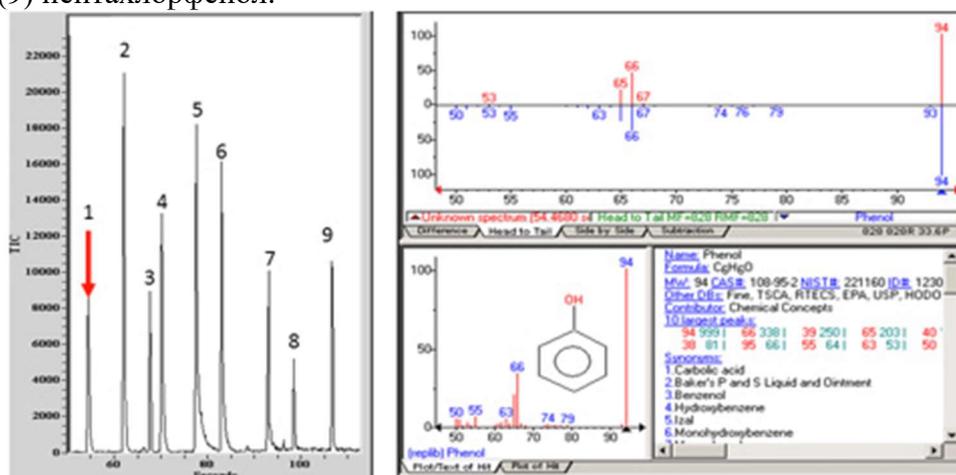


Рисунок 2. Хроматограмма полного ионного тока анализа фенолов в воде.

На рисунке 3 показана хроматограмма анализа фталатов (режим полного ионного тока). Справа показана EIC хроматограмма (extracted ion chromatogram) пика диметилфталата (пик диметилфталата отмечен красной стрелкой) и его референсный спектр из библиотеки NIST. Все идентифицированные пики фталатов перечислены слева направо: (1) диметилфталат, (2) диэтилфталат, (3) дибутилфталат, (4) бензилбутилфталат (5) диизооктилфталат и (6) ди-н-октилфталат.

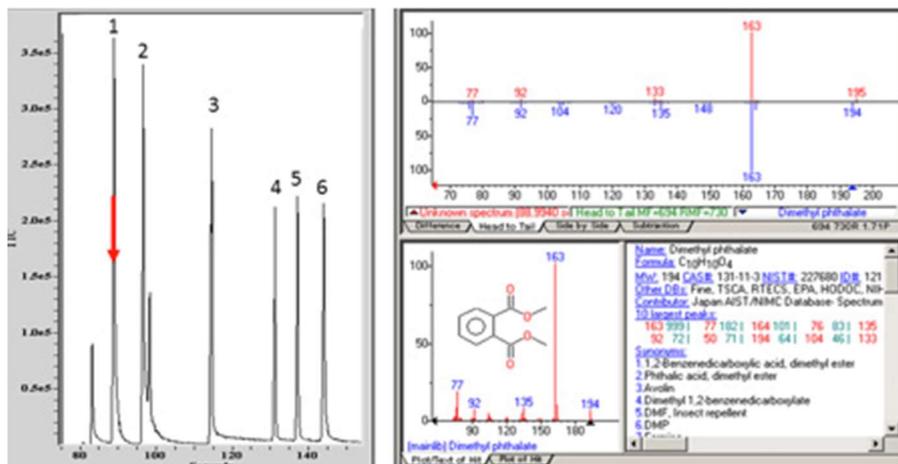


Рисунок 3. Хроматограмма полного ионного тока анализа фталатов в воде.

Общее время, затраченное на проведение этих экспресс-анализов как для фенолов, так и для фталатов, составляло около пяти минут. Идентификация аналитов проводилась с помощью встроенного в ПО алгоритма деконволюции (алгоритм автоматической обработки хроматограммы и спектров) и библиотеки NIST. Динамические диапазоны и пределы обнаружения в реальных образцах будут определены и представлены в будущих исследованиях.

Заключение

Потребность в анализах следовых количеств органических соединений в образцах воздуха, воды и твердых матрицах в полевых условиях неуклонно растет. Данное исследование продемонстрировало возможность получать результаты такого же качества, что и в лаборатории, непосредственно в полевых условиях, благодаря использованию портативного ГХ/МС в сочетании с методиками быстрой пробоподготовки образцов. Такое сочетание позволяет проводить самые разнообразные исследования окружающей среды с целью получения как качественных (экспресс-анализ), так и количественных результатов, позволяя быстро получать необходимые данные в полевых условиях.

Список литературы

1. Hand-Portable Gas Chromatograph-Toroidal Ion Trap Mass Spectrometer (GC-TMS) for Detection of Hazardous Compounds; J. A. Contreras et.al., Journal of American Society of Mass Spectrometry, Vol 19, Issue 10, p 1425–14, (2008). – Переносной портативный газовый хроматограф - масс-спектрометр с тороидальной ионной ловушкой (ГХ-ТМС) для обнаружения опасных соединений; Д.А. Контрерас и др., Журнал Американского общества масс-спектрометрии; том 19, выпуск 10, стр. 1425 – 14 (2008).
2. Trace Analysis in the Field Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry; T. V. Truong et.al., Scientia Chromatographica, 6(1):13-26, (2014).
3. T-9 Portable GC/MS Product Note,
https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Torion-T-9-GCMS_012311B_01.pdf
4. SPS-3 Sample Preparation Module for Torion T-9,
[http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station\(013095_01\).pdf](http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station(013095_01).pdf)

Scheltec авторизованный дистрибьютор PerkinElmer в странах СНГ, Грузии и Монголии

<http://www.scheltec.ru>

PerkinElmer, Inc.
 940 Winter Street
 Waltham, MA 02451 USA
 P: (800) 762-4000 or
 (+1) 203-925-4602
www.perkinelmer.com



For a complete listing of our global offices, visit www.perkinelmer.com/ContactUs

Copyright ©2017, PerkinElmer, Inc. All rights reserved. PerkinElmer® is a registered trademark of PerkinElmer, Inc. All other trademarks are the property of their respective owners.