



Torion T-9

Газовая хроматография /
Масс-спектрометрия

Авторы:

Специалисты по хроматографии
Shelton, CT

Экспресс-анализ летучих органических соединений (ЛОС) в почве с помощью портативного ГХ/МС Torion T-9 и твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ)

Введение

Возможность экспресс-анализа летучих органических соединений (ЛОС) в почве непосредственно в полевых условиях – ценное преимущество в случаях, когда необходимо принимать решения об отборах проб в реальном времени. Результаты такого экспресс-анализа (скрининга) могут помочь в выборе дальнейших действий по отбору проб и определению наиболее эффективных методов их пробоподготовки.

Метод экспресс-анализа EPA-3815 Агентства по Охране Окружающей Среды, США, (Environmental Protection Agency) дает неполную информацию о составе и концентрациях ЛОС, оценивая только общую концентрацию ЛОС в образце. В этом методе используется фотоионизационный детектор (ФИД, PID) без разделения анализируемых компонентов, поэтому качественный и количественный анализ индивидуальных ЛОС в общей смеси невозможен (только суммарная концентрация без идентификации состава) [1]. Отбор проб с помощью шприца Custodion® для твердофазной микроэкстракции (solid phase microextraction – SPME - ТФМЭ) с последующим анализом на портативном газовом хроматомасс-спектрометре (ГХ/МС) Torion® T-9 был использован для идентификации 37 летучих органических соединений и определения их относительной концентрации. Анализ проводился в полевых условиях, суммарное время анализа одной пробы составило около 8 мин (пробоподготовка около 5 мин, анализ пробы на ГХ-МС Torion T-9 менее трех минут).

Для экстракции и концентрирования ЛОС из почвы использовалась чистая вода, метод высаливания и шприц Custodion ТФМЭ. Твердофазная микроэкстракция и последующий анализ пробы на портативном ГХ/МС Torion T-9 - быстрый, надежный, не требующий специального лабораторного оборудования и растворителей, метод для анализа ЛОС в сложных матрицах в полевых условиях.

Экспериментальная часть

Шприц Custodion для ТФМЭ (SPME) состоит из волокна длиной 1 см, покрытого пленкой жидкого полимера, слоем твердого сорбента или их комбинацией; толщина покрытия составляет 50-100 мкм. Полимерная фаза SPME сорбирует целевые аналиты из воздуха, паровой фазы, жидкостей или растворенных твердых образцов [2]. Волокно SPME располагается внутри шприца Custodion аналогично тому, как выдвигающийся пишущий стержень находится внутри шариковой ручки. Пружинная кнопка в верхней части позволяет одной рукой выдвигать волокно SPME и убирать его обратно в защитный кожух. Для анализа ЛОС в образцах почвы использовался шприц Custodion ТФМЭ с неподвижной фазой полидиметилсилоксан / дивинилбензол (PDMS/DVB) толщиной 65 мкм.

В качестве экстрагирующего растворителя использовалась только вода, что исключило мешающее влияние органических растворителей на газохроматографический процесс и уменьшило общие затраты на отбор проб и анализ.

Для анализа использовался стандартный референсный образец почвы (NSI Solutions, Raliegh, NC), содержащий смесь 42 летучих органических соединений с концентрациями в диапазоне от ~15,000 мкг/кг (15 ppm, масс) до ~2400 мкг/кг (2.4 ppm, масс).

К пяти граммам стандартного референсного образца почвы добавляли 5 мл 25% NaCl (водный раствор). Флакон с образцом интенсивно встряхивали рукой в течение 10 секунд, после чего вводили волокно Custodion SPME в паровую фазу над жидкостью и отбирали ЛОС (сорбировали на неподвижную фазу) в течение 50 секунд. Процесс встряхивания с последующим отбором ЛОС на SPME шприц Custodion повторяли пять раз, общее время отбора пробы составило около пяти минут. После экстракции шприц Custodion SPME вводился в порт ввода проб (инжектор, температура 250°C) портативного ГХ/МС Torigon T-9, где происходила десорбция ЛОС с волокна шприца с последующим хроматографическим разделением аналитов на капиллярной колонке низкой термальной массы (МХТ-5, 5 м x 0.1 мм, 0.4 мкм df). В качестве газа-носителя использовали гелий высокой чистоты. Поток газа-носителя 0.2 мл/мин, температурная программа ГХ: от 40° до 280°C со скоростью 2 °C/сек, так что общее время каждого анализа составляло менее 2.5 минут. Диапазон сканирования масс-спектрометрического детектора, 41-500 Да (Дальтон), средняя скорость сканирования ~10 Гц. Для идентификации ЛОС использовалась библиотека целевых соединений и алгоритм обработки полученных хроматограмм и масс-спектров (деконволюция), встроенных в ПО портативного ГХ/МС Torigon T-9. Хроматографические условия и параметры масс-спектрометра представлены в таблице 1.

Таблица 1. Хроматографические условия и параметры масс-спектрометра.

Отбор проб	Твердофазная микроэкстракция (SPME)
Фаза SPME	Дивинилбензол/ полидиметилсилоксан (DVB/PDMS, 65 мкм)
Температура инжектора	250°C
Колонка ГХ	МХТ-5, 5 м x 0.1 мм, 0.4 мкм df
Газ-носитель	Гелий, 0.2мл/мин.
Температурная программа	40-280°C нагрев 2°C/сек
Линия переноса	250°C
Деление потока	20:1
Масс-анализатор	Тороидальная ионная ловушка (TMS)
Диапазон масс	41-500 Да
Режим ионизации	Электронная ионизация (EI)
Детектор	Электронный умножитель
Вакуум	Форвакуумный и турбомолекулярный насосы
Разрешение	Менее одной атомной массы до 230 amu (a.e.m.), номинальная единица массы до 500 amu

Обсуждение результатов

На рисунке 1 показана хроматограмма анализа ЛОС, экстрагированных из стандартного референсного образца почвы (NSI Solutions, Raliegh, NC), содержащего смесь 42 летучих органических соединений. Менее чем за две минуты были идентифицированы 37 соединений из 42 ЛОС. Несмотря на то, что в некоторых случаях аналиты элюировались совместно (например, ЛОС 15-17 (1,3-Дихлорпропен (E), Тoluол и 1,1,2-Трихлорэтан), они были уверенно идентифицированы библиотекой целевых соединений с использованием автоматического встроенного алгоритма деконволюции. Пять из 42 ЛОС не были идентифицированы (2-гексанон, ацетон, бромметан, хлорэтан и хлорметан). Эти соединения достаточно летучи и, возможно, были утеряны из образца во время его хранения или процесса пробоподготовки. Вероятно, именно эти соединения подверглись «селективной дискриминации» в ходе отбора пробы методом твердофазной микроэкстракции.

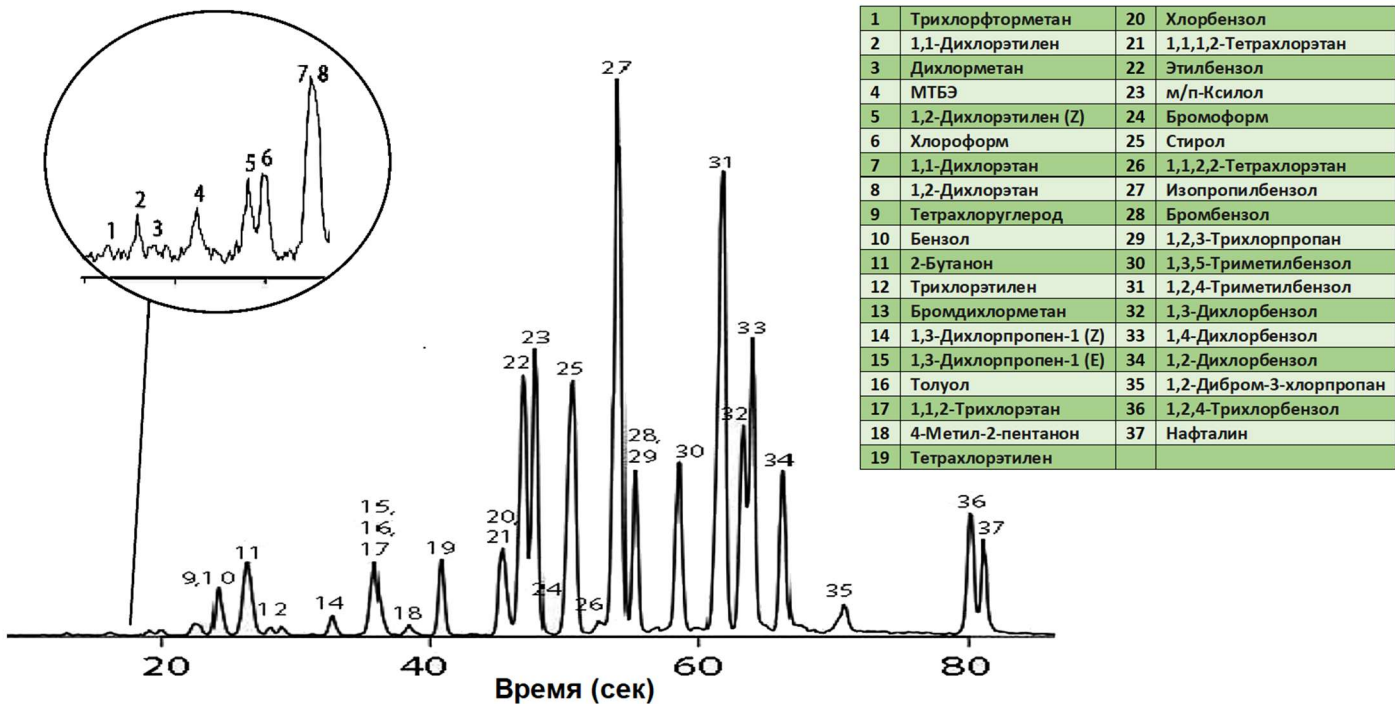


Рисунок 1. Хроматограмма анализа референсного образца почвы (NSI Solutions, Raleigh, NC).

Заключение

Шприц Custodion ТФМЭ и портативный ГХ/МС Torion Т-9 идеально подходят для экспресс-анализа ЛОС и других органических соединений практически в режиме реального времени, что способствует быстрому принятию решений в полевых условиях. Если требуются анализы дополнительных образцов, результаты могут быть получены за минуты. Сочетание методов ТФМЭ-ГХ/МС для экспресс-анализа образцов позволяет пользователю идентифицировать присутствие индивидуальных ЛОС в пробе и определять их относительные концентрации. После первоначального экспресс-анализа (скрининга) высококонцентрированные образцы можно разбавить, прежде чем они приведут к перекрестному загрязнению во время анализов с применением лабораторных приборов. Это уменьшит затраты на повторный анализ образцов и снизит вероятность простоя стационарного прибора из-за загрязнений, к которым может привести анализ высококонцентрированных образцов.

Список литературы.

- [1]. EPA SW-846 Method 3815 Screening Solid Samples for Volatile Organics, Revision 0, February 2007, <http://www.epa.gov/epawaste/hazard/testmethods/sw846/pdfs/3815.pdf>.
- [2]. Zhang, Zhouyao; Pawliszyn, Janusz. Analysis for organic compounds in environmental samples by headspace solid phase microextraction. Journal of High Resolution Chromatography (1993), 16(12), 689-92.

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 ©2015, PerkinElmer, Inc. All rights reserved. PerkinElmer® is a registered trademark of PerkinElmer, Inc. All other trademarks are the property of their respective owners.