



TORION T-9

Газовая хроматография/
Масс-спектрометрия

Авторы:

Специалисты по хроматографии

Shelton, CT

Идентификация летучих органических соединений в воде с помощью портативного ГХ/МС Torion T-9 и ТФМЭ (SPME)

Введение

Источники грунтовых вод регулярно проверяются на наличие летучих органических соединений (ЛОС), представляющих интерес с точки зрения защиты окружающей среды. В настоящее время стандартная процедура состоит в сборе образцов воды в специальные контейнеры и транспортировке их при низких температурах в стационарные лаборатории для анализа. Лаборатории могут находиться далеко от места отбора проб и описанная процедура может представлять проблему, т.к. летучие целевые аналиты могут быть потеряны во время хранения и транспортировки образцов. Кроме того, некоторые летучие соединения подвержены биологическому разложению в условиях окружающей среды, когда одной только заморозки может оказаться недостаточно для того, чтобы сохранить эти соединения в водных образцах в течение более семи дней [1]. Для сохранения образцов в целостности и сохранности можно выполнять отбор проб, экстракцию и анализ на месте. Метод твердофазной микроэкстракции - ТФМЭ (SPME) и использование портативного хроматомасс-спектрометра (ГХ/МС) Torion® T-9 позволяет проводить анализ ЛОС на месте практически в режиме реального времени с целью обнаружения аналитов, подверженных разложению в образцах окружающей среды.

Экспериментальная часть

Для анализа ЛОС в образцах воды использовался шприц Custodion SPME с неподвижной фазой полидиметилсилоксан / дивинилбензол (PDMS/DVB) толщиной 65 мкм.

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.

В образец чистой воды добавили смесь 25 целевых ЛОС, растворенных в метаноле (стандарт Restek, Bellefonte, PA); концентрация каждого ЛОС в финальном растворе составляла около 0.04 мкг/мкл (Рисунок 1). Волокно SPME шприца Custodion погружали в образец на 5 секунд, что было достаточно для сорбции ЛОС на волокне SPME. После экстракции ЛОС SPME шприц Custodion вводили в инжектор (температура инжектора 270°C) портативного ГХ/МС Torion T-9, где летучие аналиты быстро десорбировались с волокна SPME. Программирование температуры с высокой скоростью (нагрев от 40°C до 270°C со скоростью 2°C в секунду) обеспечивает минимальное время анализа. Диапазон сканируемых масс составил от 41 до 500 Да (дальтон), что подходит для обнаружения большинства аналитов, представляющих интерес для экологии. Библиотека целевых ЛОС была заранее загружена в общую библиотеку целевых соединений портативного ГХ/МС Torion T-9 и использовалась вместе с запатентованным алгоритмом деконволюции (алгоритм обработки хроматограммы и масс-спектров) для идентификации летучих веществ в образце. Для анализа образца и идентификации соединений потребовалось менее четырех минут.

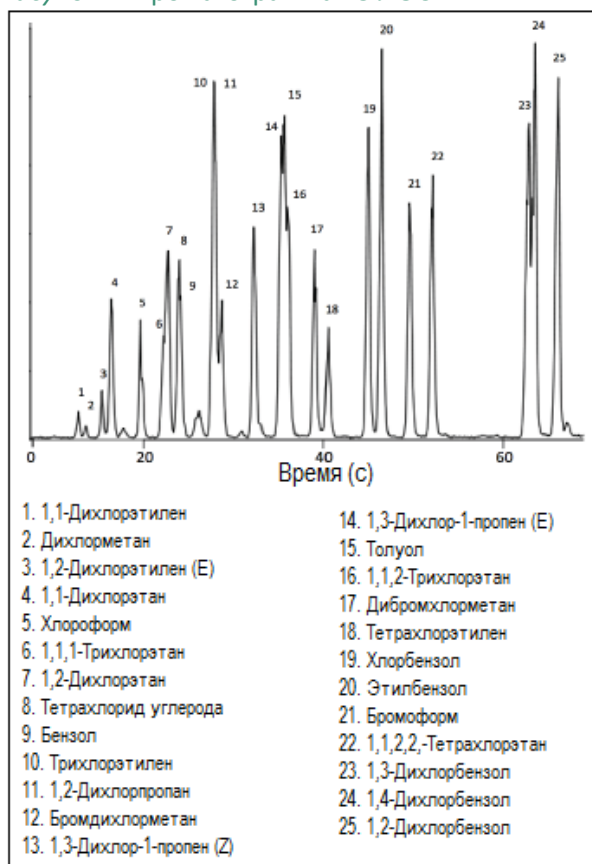
Таблица 1. Параметры метода ГХ/МС.

Отбор проб	Твердофазная микроэкстракция (SPME)
Фаза SPME	Дивинилбензол/ полидиметилсилоксан (DVB/PDMS, 65 мкм)
Температура инжектора	270 °C
Колонка	МХТ-5, 5 м x 0.1 мм, 0.4 мкм d _f
Газ-носитель	Гелий, 0.2мл/мин
Температура колонки	40-270 °C нагрев 2 °C/сек
Линия переноса	270 °C
Деление потока	20:1
Масс-анализатор	Тороидальная ионная ловушка (TMS)
Диапазон масс TMS	41-500 Да
Режим ионизации	Электронная ионизация (EI)
Детектор	Электронный умножитель
Вакуум	Форвакуумный и турбомолекулярный насосы

Результаты

На рисунке 1 показана хроматограмма стандарта 25 ЛОС, введенных в матрицу питьевой воды. Благодаря быстрому градиенту температуры ГХ, время анализа составляет около 70 сек, при этом общее время цикла, включая автоматическую обработку результатов, составило менее четырех минут. Благодаря встроенному алгоритму деконволюции совместно элюируемые соединения трихлорэтилен и 1,2-дихлорпропан (Рисунок 1, соединения 10 и 11) были уверенно идентифицированы.

Рисунок 1. Хроматограмма 25 ЛОС



Заключение

Летучие органические соединения (ЛОС) были сконцентрированы из образца воды в течение пяти секунд с помощью шприца Custodion™ SPME. ЛОС были проанализированы с использованием портативного ГХ/МС Torion T-9. Данная методика SPME-ГХ/МС может успешно применяться для эффективной экстракции, концентрирования и идентификации ЛОС в образцах воды менее чем за четыре минуты в полевых условиях.

Ссылки

[1]. 40 CFR Chapter 1(7-1-07 edition), Appendix A to Part 136, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, Method 624-Purgeables.

Чтобы увидеть полный перечень наших офисов во всем мире, зайдите на сайт: www.perkinelmer.com/ContactUs

Copyright ©2015-2016, PerkinElmer, Inc. Все права защищены. PerkinElmer® - зарегистрированная торговая марка компании PerkinElmer, Inc. Все остальные торговые марки являются собственностью соответствующих владельцев.