

APARATURA

BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

Mobilne przyrządy GC-MS

*EDYTA BUDZYŃSKA, MICHAŁ GRABKA, ZYGFRYD WITKIEWICZ, JAROSŁAW PUTON,
KRZYSZTOF JASEK*

WOJSKOWA AKADEMIA TECHNICZNA, WARSZAWA, POLSKA

Słowa kluczowe: GC-MS, przyrządy mobilne, analiza środowiskowa

STRESZCZENIE:

Jednym z kierunków rozwoju analizy chemicznej – szczególnie w przypadku zanieczyszczeń środowiska – jest dążenie do wykonywania analiz w miejscach, w których istnieje potrzeba wykrycia substancji chemicznych, ich identyfikacji i oznaczenia ilościowego. Skutkuje to coraz większym zainteresowaniem przyrządami przenośnymi lub przewoźnymi, w których skład wchodzi chromatograf gazowy. Przyrządy mobilne, przeznaczone do stosowania poza laboratorium, charakteryzują się mniejszymi wymiarami i masami niż chromatografy laboratoryjne. Są to przyrządy przystosowane do przewożenia w samochodach lub takie, które może przetransportować jedna osoba. W niniejszym przeglądzie opisujemy mobilne przyrządy stanowiące połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem mas. Aby umożliwić wykonywanie analiz za pomocą przyrządów GC-MS w terenie, konieczne jest przystosowanie kolumny chromatograficznej do małych wymiarów przyrządu i do pracy w reżimie szybkiej chromatografii gazowej, zminiaturyzowanie detektorów mas, a także dopasowanie sposobu zaopatrzenia w energię elektryczną oraz gazy nośne do warunków polowych. W pracy tej podano przykłady komercyjnie dostępnych mobilnych przyrządów GC-MS wraz z ich zastosowaniami.

Mobile GC-MS devices

Keywords: GC-MS, mobile, environmental analysis

ABSTRACT:

One of the directions of development of chemical analysis is the pursuit of analysis, especially in the case of environmental pollution, where is a need to detect, identify and quantify chemicals. This results in a growing interest in portable or mobile devices, which include a gas chromatographs. Out-of-laboratory mobile instruments are characterized by smaller dimensions and masses than laboratory chromatographs. These are instruments carried in cars or which can be carried by one person. In this review we describe mobile devices that combine gas chromatograph with mass spectrometer. The process of transferring GC-MS analytical capabilities into the field consists of adjusting the chromatographic column to small dimensions of the instrument and working as fast chromatography, miniaturization of mass detectors as well as adjusting the way of supplying electricity and carrier gases to field conditions. This work also presents some examples of commercially available GC-MS mobile devices and their applications.

1. WPROWADZENIE

Jednym z kierunków rozwoju analizy chemicznej – szczególnie w przypadku zanieczyszczeń środowiska – jest dążenie do wykonywania analiz w miejscach, w których istnieje potrzeba wykrycia substancji chemicznych, ich identyfikacji i oznaczenia ilościowego. Dążenie to może być realizowane przez konstrukcję i używanie analitycznych przyrządów przewoźnych i przenośnych, o dobrych właściwościach użytkowych. Przyrządy te nie mają takich możliwości analitycznych jak przyrządy stacjonarne w laboratoriach i są często przystosowane do wykonywania określonych analiz. Szeroko stosowanymi urządzeniami tego typu są chromatografy gazowe sprzężone ze spektrometrami mas (GC-MS). Coraz większe znaczenie mają też mobilne przyrządy, w których chromatograf gazowy jest sprzężony ze spektrometrem ruchliwości jonów (GC-IMS) [1]. W niniejszym przeglądzie opisujemy mobilne przyrządy stanowiące połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem mas.

Przyrządy do badań polowych powinny umożliwiać oszczędzanie czasu i pieniędzy oraz dawać wystarczająco dobre wyniki wykrywania i monitorowania analitów w miejscu ich występowania, bez konieczności pobierania, transportu i przygotowania próbek do analizy w laboratorium. Należy jednak uwzględnić to, że przyrządy mobilne nie mają takich możliwości analitycznych (w zakresie warunków chromatografowania) i nie są tak uniwersalne jak przyrządy laboratoryjne [2].

2. OGÓLNA CHARAKTERYSTYKA MOBILNYCH URZĄDZEŃ GC-MS

Przyrządy mobilne, przeznaczone do stosowania poza laboratorium, charakteryzują się mniejszymi wymiarami i masami niż chromatografy laboratoryjne. Są to przyrządy przystosowane do przewożenia w samochodach lub takie, które może przynieść jedna osoba. Aby to osiągnąć, stosuje się elementy budowy przeznaczone dla zmminiaturyzowanych urządzeń.

W celu zmniejszenia wymiarów oraz przystosowania kolumny chromatograficznej do małych wymiarów przyrządu i do pracy w reżimie szybkiej chromatografii gazowej, stosuje się szczególne rozwiązania konstrukcyjne. Wykorzystuje się kapilarne kolumny ogrzewane w taki sposób, aby możliwe było ich szybkie ogrzewanie i utrzymanie właściwej temperatury. Kolumny są umieszczane w termostatach kompaktowych, z bezpośrednim ogrzewaniem kolumny. Wykorzystuje się np. technologię LTM (*low thermal mass*), która pozwala na szybkie grzanie i chłodzenie kolumny chromatograficznej, co skutkuje dużą szybkością analizy i wysoką rozdzielczością. Jest to możliwe dzięki połączeniu kolumny kapilarnej, wykonanej z wysokiej jakości stopionej krzemionki o małej pojemności termicznej, z elementami grzejnymi i czujnikami temperatury. Połączenie odpowiednich wymiarów kolumny z technologią LTM pozwalającą na grzanie i chłodzenie kolumny z szybkością osiągającą nawet 1200°C/min pozwala na rozdzielanie skomplikowanych mieszanin w bardzo krót-

kim czasie. Kolumny kapilarne wykorzystywane w przenośnych urządzeniach GC-MS mają zazwyczaj długość od 5 do 15 m. Bardzo ważnym parametrem jest również średnica wewnętrzna kolumny. Najczęściej stosowane są kolumny o średnicy wewnętrznej od 0,1 mm do 0,4 mm. Na szybkość przeprowadzanej analizy ma również wpływ grubość filmu fazy stacjonarnej, która zwykle przyjmuje wartość rzędu dziesiątych części mikrometra. Oprócz wymiarów kolumny ważny jest także rodzaj zastosowanej w niej fazy stacjonarnej. W urządzeniach przenośnych kluczowe jest zapewnienie odpowiedniego, zwykle określonego zakresu zastosowań, o którym decyduje rodzaj użytej fazy stacjonarnej. W urządzeniach mobilnych stosuje się np. fazę RTX-TNT1 [3], której głównym przeznaczeniem jest analiza materiałów wybuchowych. Szerszym spektrum zastosowań charakteryzuje się kolumna MXT-5 [4]. Można ją stosować zarówno w analizie narkotyków, pestycydów, węglowodorów, jak i średnio lotnych związków organicznych.

Ważnym elementem mobilnych chromatografów gazowych są detektory, które oprócz małych rozmiarów muszą charakteryzować się dobrą wykrywalnością, uniwersalnością, prostotą i niezawodnym działaniem. Dlatego w wielu przyrządach mobilnych z chromatografem gazowym łączy się spektrometr mas. Spektrometr mas w mobilnych przyrządach GC-MS musi mieć takie wymiary i parametry techniczne, aby spełniał wymagania urządzeń przenośnych. Skonstruowanie pod koniec lat 70. pułapki jonowej (Finnigan) oraz kwadrupolowego analizatora mas (Hewlett-Packard), które były znacznie mniejsze niż we wcześniej proponowanych rozwiązaniach, przyczyniło się do rozwoju przenośnych urządzeń GC-MS [5].

W aktualnie dostępnych urządzeniach stosuje się między innymi miniaturowe toroidalne pułapki jonowe [6]. Zastosowanie takiej pułapki umożliwia rejestrowanie jonów w zakresie stosunku m/z od 50 do 422 z wysoką rozdzielczością. Oprócz toroidalnych pułapek jonowych miniaturyzacja obejmuje również filtry kwadrupolowe. Stosowane jako analizatory masy pozwalają one na analizę związków z zakresu mas od 45 do 300 m/z [7]. Na rynku dostępne są również przyrządy mobilne z cylindryczną pułapką jonową [8].

Trudne, a wręcz niemożliwe, w warunkach polowych jest użycie stosowanych w laboratoriach stacjonarnych standardowych systemów próżniowych, wytwarzających wymaganą w spektro-

metrze mas próżnię. Dlatego też stosowane są pompy o mniejszych rozmiarach. Przykładem jest system próżniowy składający się z dwóch pomp. Umożliwia on wytworzenie próżni $1 \cdot 10^{-3}$ tora w ciągu 2 minut, przy przepływie helu przez kolumnę równym $0,5 \text{ cm}^3/\text{min}$. Alternatywnym rozwiązaniem jest system, w którym zastosowana została pompa chemiczna (NEG Non-Evaporable Getter). Pompa waży 19 kg, a jej wymiary wynoszą $46 \text{ cm} \times 43 \text{ cm} \times 18 \text{ cm}$, co sprawia, że jest lżejsza i zajmuje mniej miejsca od pomp mechanicznych. Wadą tego urządzenia jest ograniczona żywotność. Średni czas pracy pompy, po którym podlega ona wymianie, to 350 godzin (około 40 dni 8-godzinnej pracy) [9].

Poza miniaturyzacją podstawowych elementów mobilnego przyrządu GC-MS ważne jest, aby takie urządzenie spełniało kilka wymogów technicznych związanych z jego użytkowaniem w warunkach polowych. Niezbędne jest zasilanie bateryjne lub bateryjno-sieciowe. W dostępnych na rynku urządzeniach jeden zestaw baterii wystarcza na około 50 analiz bez konieczności ich wymiany. W warunkach polowych ważne jest również odpowiednie zaopatrzenie w gaz nośny. W tym celu stosuje się butle o pojemnościach znacznie mniejszych niż standardowe butle laboratoryjne. Przykładem jest butla z helem o pojemności 90 cm^3 , wystarczająca na około 100 analiz [4].

Cały system, łącznie z oprzyrządowaniem elektronicznym i systemem próżniowym, może się mieścić na aluminiowym podwoziu lub w wygodnej walizce. Kompletny przyrząd, w zależności od tego, czy jest urządzeniem przenośnym czy przewoźnym, waży od kilkunastu do kilkudziesięciu kilogramów.

Elementem dodatkowym do mobilnego GC-MS może być oprzyrządowanie służące do pobierania i przygotowania próbek do analizy. Wśród stosowanych technik przygotowania próbek jest mikroekstrakcja do cienkiego filmu (TFME – thin film microextraction) oraz mikroekstrakcja do fazy stacjonarnej (SPME). W przypadku SPME pobieranie i dozowanie próbek realizowane jest przez operatora przy użyciu włókna SPME z zastosowaniem specjalnie zaprojektowanego uchwytu. Obok technik ekstrakcyjnych w przyrządach mobilnych stosowany jest również przenośny układ do analizy fazy nadpowierzchniowej (Headspace Sampling System) próbek wodnych i próbek gleby zawierających lotne i średniolotne związki organiczne o temperaturze wrzenia do 300°C [10]. Stosun-

kowo nowym rozwiązaniem jest termiczna sonda separacyjna (TSP – Termal Separation Probe). TSP pozwala na przeprowadzenie w stan gazowy nielotnych lub małolotnych związków z próbek o skomplikowanych matrycach.

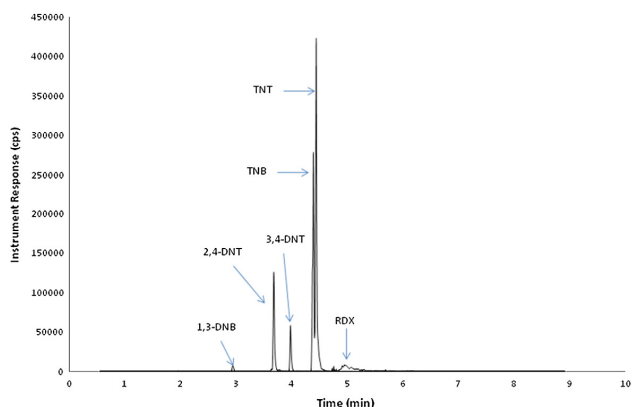
Poprzez połączenie wszystkich elementów i zastosowanie odpowiedniego oprzyrządowania tworzone są przyrządy, dzięki którym uzyskuje się krótkie czasy analiz próbek o skomplikowanych matrycach. Całkowity czas potrzebny do pobrania, przygotowania próbki do analizy i rozdzielania jej w kolumnie wynosi od kilku do kilkunastu minut. W przypadkach analiz mniej złożonych próbek czas analizy może wynieść tylko kilkadziesiąt sekund.

3. ZASTOSOWANIA PRZENOŚNYCH URZĄDZEŃ GC-MS

Wizja przeniesienia możliwości analitycznych oferowanych przez laboratoryjne GC-MS w teren, w celu prowadzenia analiz on-site, mobilizowała liczne zespoły naukowe do konstruowania przyrządów przewoźnych i przenośnych oraz badania ich możliwości analitycznych. Za początek tych prac można uznać badania nad wykorzystaniem GC-MS jako elementu pokładowej aparatury analitycznej lądowików i orbiterów, prowadzone przez NASA w latach 70. XX wieku. Urządzenia skonstruowane na potrzeby analizy składu atmosfery planety Wenus (misje Pioneer Venus) oraz przyrząd Spektrotek lądownika Viking stanowiły pierwsze i bardzo udane rozwiązania w tej dziedzinie [11]. Zastosowanie chromatografii gazowej w badaniach kosmicznych opisano w pracy [12]. Za sukcesem NASA poszli czołowi producenci aparatury analitycznej, tworząc komercyjne systemy przewoźne [5].

Obecnie wiele firm oferuje przewoźne i przenośne (mobilne) GC-MS do zastosowania w warunkach polowych. Jednymi z dobrze znanych systemów obecnych na rynku, są przyrządy serii Griffin firmy FLIR Systems. Przyrządy te doskonale nadają się np. do analizy symulantów bojowych środków trujących. Do rodziny tych przyrządów zalicza się modele Griffin 400, Griffin 460 [8] oraz Griffin 450. Griffin 450 może być stosowany do monitorowania zanieczyszczeń wód gruntowych. W pracy [3] został on użyty do wykrycia i ilościowego oznaczenia zanieczyszczeń wód gruntowych, pochodzących z produkcji materiałów wybuchowych. Uzyskane wyniki porównano

z wynikami uzyskanymi za pomocą wysokosprawnego chromatografu cieczonego wyposażonego w detektor UV. Analizowano 6 związków: nitrobenzen (NB), 1,3-dinitrobenzen (1,3-DNB), 2,4-dinitrotoluen (2,4-DNT), 3,4-dinitrotoluen (3,4-DNT), trinitrobenzen (TNB), trinitrotoluen (TNT) i heksahydro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazynę (RDX). Analizy wykonywane były przy przepływie helu 1 cm³/min, temperatura dozownika wynosiła 200°C. Użyto pięciometrowej kolumny kapilarnej Restek – RTX-TNT1, o średnicy wewnętrznej 0,18 mm i grubości filmu fazy stacjonarnej 0,20 μm. Program temperaturowy kolumny zaczynał się od 40°C, które były utrzymywane przez 1,5 min, po czym kolumnę grzano do 135°C z szybkością 30°C/min. Następnie szybkość grzania zwiększano do 50°C/min. Temperatura końcowa wynosiła 280°C i była utrzymywana przez 2 min. Całkowity czas analizy wraz ze zbieraniem danych wynosił około 9 min. Objętość dozowanych próbek wynosiła 1 mm³. Otrzymany chromatogram przedstawiono na Rysunku 1.

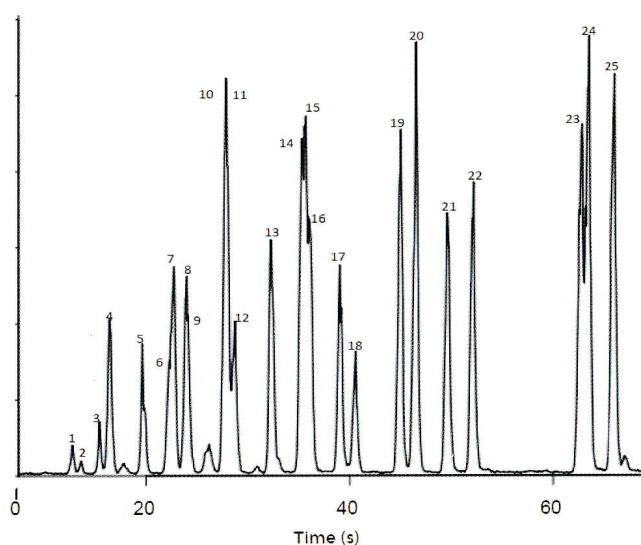


Rysunek 1 Chromatogram jonowy materiałów wybuchowych wyekstrahowanych z wody [3].
Objaśnienia akronimów w tekście

Użycie przenośnego GC-MS pozwoliło na ilościowe oznaczenie pięciu z sześciu badanych związków. Brak miarodajnych wyników dla RDX może być spowodowany jego niestabilnością termiczną podczas rozdzielania w kolumnie chromatograficznej. Badania wykazały, że wyniki otrzymane za pomocą przyrządu Griffin 450TM są porównywalne z otrzymanymi w warunkach laboratoryjnych. Wyniki analiz otrzymywanych za pomocą GC-MS różnią się nieznacznie od otrzymywanych za pomocą HPLC/UV. Jest to związane z różnymi cechami charakterystycznymi tych metod. Wykazano jednak, że przyrząd przenośny bardzo dobrze nadaje się do badań wykonywanych w warunkach polowych, a jego niepodważalnymi zaletami

jest szybkość, cena oraz możliwość wykonywania analiz bezpośrednio po pobraniu próbek.

Urządzeniem pozwalającym na analizy w warunkach polowych jest przenośny GC-TMS Guardion firmy Smith Detection, sprzedawany w innej wersji jako Tridion 9 GC-TMS. Dużą zaletą w porównaniu do innych popularnych rozwiązań konstrukcyjnych jest krótki czas rozdzielania, czyli działanie w reżimie szybkiej chromatografii gazowej. 25 lotnych związków wyekstrahowanych z wody, przy zastosowaniu programowania temperatury, rozdzielono w ciągu 70 sekund – Rys. 2 [13].

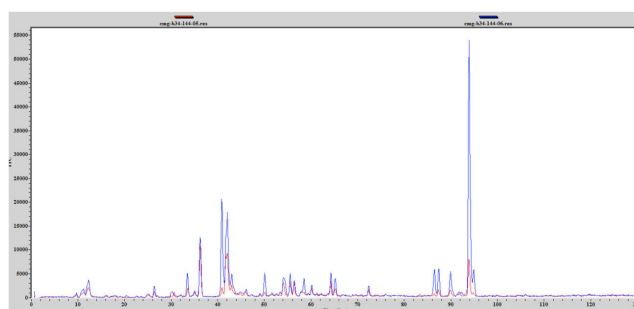


Rysunek 2 Chromatogram 25 lotnych związków wyekstrahowanych z próbki wody, otrzymany za pomocą przenośnego GC-MS pracującego jako szybki chromatograf gazowy [13]

Za pomocą przenośnego GC-MS, w warunkach polowych analizowano w wodzie pestycydy, osiągając wykrywalności zbliżone do uzyskiwanych za pomocą urządzeń stacjonarnych [15]. Analizę wykonano za pomocą przyrządu Tridion 9 w połączeniu z TFME jako metodą przygotowania próbek. Oprócz naturalnie występujących w wodzie substancji wykryto zanieczyszczenia takie jak: toluen, etylobenzen, ksylen, diizomaślan 2,2,4-trimetylo-1,3-pentanodiolu i tris(1-chloro-2-propylo) fosforan.

Oprócz analiz środowiskowych Tridion 9 został wykorzystany do analizy lotnych związków wytwarzanych przez chaber wełnisty [15]. Do eksperymentu wykorzystano rośliny rosnące w różnych warunkach: zdrową roślinę doniczkową, zniszczoną roślinę doniczkową, zdrową roślinę rosnącą w warunkach naturalnych i zniszczoną roślinę rosnącą w warunkach naturalnych. Wyniki pozwoli-

ły na porównanie związków wytwarzanych przez różne rośliny oraz na ocenę ilości tych związków. Wykryto 31 związków produkowanych przez chaber wełnisty rosnący w różnych warunkach. Rysunek 3 przedstawia chromatogramy związków chemicznych wytwarzanych przez zdrową roślinę doniczkową (czerwony) i przez zniszczoną roślinę rosnącą w warunkach naturalnych (niebieski). Zwraca uwagę krótki czas rozdzielania tak wielu składników mieszaniny – poniżej 100 sekund.

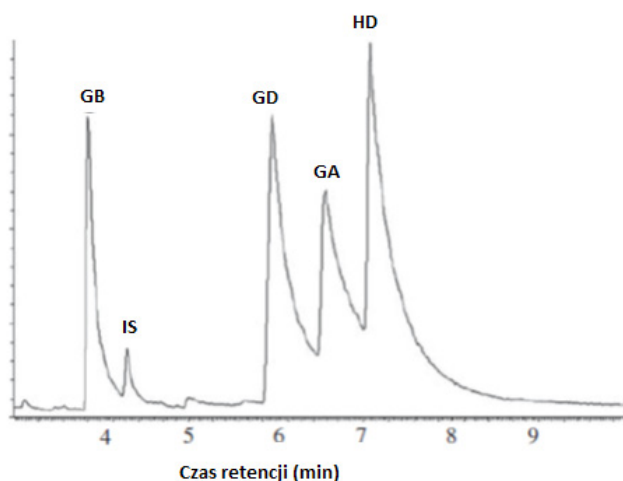


Rysunek 3 Zestawienie chromatogramów związków chemicznych wytwarzanych przez chaber wełnisty. Porównano chromatogram ze zdrowej rośliny doniczkowej (czerwony) i zniszczonej rośliny rosnącej w warunkach naturalnych (niebieski) [15]

Mobilne urządzenia GC-MS mają szczególne zastosowanie do celów wojskowych jako przyrządy do wykrywania i analizy bojowych środków trujących (BST) na polu walki. W niektórych armiach stanowią one wyposażenie laboratoriów polowych oraz pojazdów bezpośrednio uczestniczących w działaniach bojowych. Oprócz analiz BST mobilne urządzenia GC-MS umożliwiają też analizę toksycznych środków przemysłowych. Większość dostępnych przyrządów można stosować do analiz cywilnych i wojskowych. GC-TMS Guardion jako przyrząd przeznaczony do celów wojskowych znalazł zastosowanie do wykrywania i analizy substancji niebezpiecznych, w tym bojowych środków trujących i toksycznych środków przemysłowych (TSP) [13].

W 1996 roku firma Inficon wprowadziła na rynek pierwsze urządzenie z rodziny Hapsite (Hazardous Air Pollutants on SITE). Przyrządy Hapsite, pierwotnie ukierunkowane na analizy przemysłowych zanieczyszczeń powietrza, stały się jednymi z bardziej rozpowszechnionych w służbach mundurowych, w tym w armii Stanów Zjednoczonych, przenośnych urządzeń do analizy BST i TSP [9]. Komercyjnie dostępne są dwie wersje urządzenia – Hapsite Smart Plus oraz Hapsite ER [7]. Hapsite ER, wprowadzony na rynek w 2008 roku, stanowi

najnowsze urządzenie z rodziny Hapsite. Urządzenie pozwala na analizę próbek powietrza oraz, po zastosowaniu przenośnego układu do analizy fazy nadpowierzchniowej (Headspace Sampling System), próbek wodnych i próbek gleby zawierających lotne i średniolotne związki organiczne [10]. Obecnie system Hapsite stosowany jest szeroko przez służby wielu państw (ratownictwo chemiczne, wojsko itp.), jak również przez użytkowników cywilnych (monitoring procesów przemysłowych, analiza zanieczyszczeń środowiska). Analiza BST za pomocą przyrządu Hapsite stała się celem wielu prac naukowych. W pracy [16] określono granice wykrywalności dla sarinu (GB), somanu (GD), tabunu (GA) oraz gazu musztardowego (HD). Wyniosły one kolejno 0,2; 0,5; 8 i 0,3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Analiza została przeprowadzona z użyciem mikropułapki jako techniki wprowadzenia próbki oraz standardu wewnętrznego (IS), którym był bromopentafluorobenzen. Chromatogram będący wynikiem tej analizy przedstawiono na Rysunku 4.



Rysunek 4 Chromatogram bojowych środków trujących [16]. Objasnienia akronimów w tekście

Hapsite jako przyrząd do monitorowania zanieczyszczeń powietrza został między innymi użyty do zbadania źródeł zanieczyszczenia związkami chloroorganicznymi w rezydencjach niedaleko lotniska Hill Air Force Base w stanie Utah w Stanach Zjednoczonych [17]. Próbki powietrza pobierane na adsorbencie desorbowano termicznie do przyrządu GC-MS, w którym MS działał w trybie selektywnym (Selective Ion Monitoring – SIM). Kolumna była utrzymywana w temperaturze 55°C przez 80 s, a następnie grzana z szybkością 30°C/min do 110°C. Całkowity czas potrzebny do pobrania próbki, desorpcji i rozdzielania w kolumnie wynosił średnio 6 minut. Wykrywalność anali-

tów była mniejsza niż 1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Otrzymane wyniki przedstawiono w Tabeli 1.

Tabela 1 Wykrywalność lotnych związków chloroorganicznych i ich monitorowane jony [17]

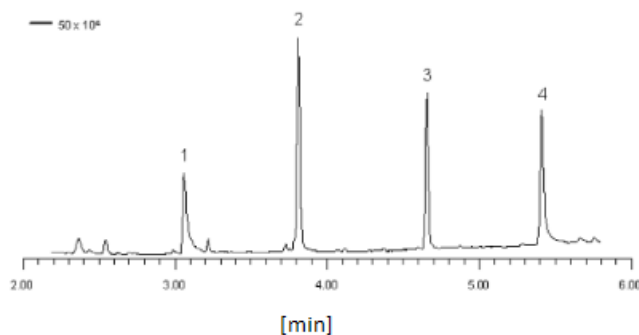
Nazwa związku chemicznego	Granica wykrywalności metody ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	SIM m/z
Trichloroeten	0,4	95, (130), 132
Tetrachloroeten	0,7	131, (164), 166
<i>cis</i> -1,2-Dichloroeten	0,5	(61), 63, 96
<i>trans</i> -1,2-dichloroeten	0,5	(61), 63, 96
Tetrachlorek węgla	0,3	(117), 119
1,2-dichloroetan	0,7	61, (62), 63
1,1-Dichloroeten	0,3	(61), 63, 96
1,1-Dichloroetan	0,3	61, (63), 83

Na podstawie oznaczonych stężeń badanych substancji w różnych miejscach domów, wyznaczono miejsca, w których najczęściej występowały zanieczyszczenia chlorowcopochodnymi oraz źródła tych zanieczyszczeń, a także drogi ich przedostawania się do domów i między pomieszczeniami. Przenośny przyrząd Agilent 5975T GC-MSD, w którym użyto technologii LTM, znalazł zastosowanie zarówno w analizach środowiskowych i przemysłowych, jak również w analizach wykonywanych do celów wojskowych. Przyrząd ten pozwala na wykonywanie analiz zanieczyszczeń wód i powietrza, bezpośrednio w miejscu ich występowania. Liczne doświadczenia wykazały, że 5975T doskonale nadaje się do identyfikacji wielu lotnych związków organicznych w wodzie gruntowej, a także źródlanej. Może on służyć także do analizy pestycydów w wodzie. Były wśród nich związki chloroorganiczne i estry fosforanowe [18]. Analiza wykonywana za pomocą tego urządzenia okazała się szybka i tania, a wykrywalności analizowanych pestycydów wyniosły od 0,03 do 1,50 $\mu\text{g}/\text{dm}^3$. Oprócz analiz środowiskowych możliwe jest również wykonywanie śladowych analiz próbek biologicznych. Przykładem takiej analizy jest wykrywanie narkotyków w ludzkiej krwi [19]. Analizowano 63 różne narkotyki, używając przyrządu 5975T oraz sorpcyjnej sondy termicznej. Okazało się, że dla 94% analizowanych związków wykrywalność wynosiła 5 ng/mm^3 . Wykrywalności wybranych analitów zestawiono w Tabeli 2.

Tabela 2 Wykrywalności związków chemicznych analizowanych za pomocą przyrządu 5975T LTM GC-MSD oraz sorpcyjnej sondy termicznej jako techniki wprowadzania próbek [19]

Nazwa związku chemicznego	Granica wykrywalności ng/mm ³
Kodeina	0,5
Morfina	5
Lidokaina	1
Ibuprofen	0,5
Kofeina	0,5
Fluorozepam	1
Prazepam	0,5
Norketamina	0,5
Metamfetamina	1
Nitrazepam	5

Wykorzystanie technologii LTM GC/MS pozwala na szybką i precyzyjną analizę BST oraz szkodliwych środków przemysłowych, w tym np. związków fosforoorganicznych [20]. Za pomocą przyrządu 5975T otrzymano chromatogram mieszaniny 4 związków fosforoorganicznych, przedstawiony na Rysunku 5.



Rysunek 5 Chromatogram mieszaniny związków fosforoorganicznych: 1 – fosforan trimetylu, 2 – fosforan trietylu, 3 – fosforan tripropylu, 4 – fosforan tributylu [20]

W niniejszym opracowaniu nie opisano chromatografów o konstrukcji czipowej [21-23]. Takie przyrządy są coraz doskonalsze i zasługują na oddzielne opracowanie.

4. PODSUMOWANIE

Przenośne i przewoźne chromatografy gazowe sprzężone ze spektrometrami mas zyskują coraz większe znaczenie w wykonywaniu analiz on-site. Analizy przy ich użyciu są zwykle wykonywane w krótkim czasie, mają cechy szybkiej chromatografii gazowej. Oferowane przyrządy są coraz doskonalsze, mniejsze, lżejsze i pracują przy małym zużyciu energii. Sprzyja temu konstrukcja miniaturowych spektrometrów mas [24].

LITERATURA

- [1] Budzyńska E., Witkiewicz Z., Puton J., Spektrometry ruchliwości jonów jako detektory chromatograficzne, *Analityka. Nauka i praktyka*, 2 (2016), 10-16.
- [2] Gałuszka A., Migaszewski Z. M., Namieśnik J., Moving your laboratories to the field – Advantages and limitations of the use of field portable instruments in environmental sample analysis, *Environ. Res.*, 140 (2015), 593-603.
- [3] Bednar A. J., Russell A. L., Hayes C. A., Jones W. T., Tackett P., Splichal D. E., Georgian T., Parker L. V., Kirgan R. A., MacMillan D. K., Analysis of munitions constituents in groundwater using a field-portable GC-MS, *Chemosphere*, 87 (2012), 894-901.
- [4] Contreras J. A., Murray J. A., Tolley S. E., Oliphant J. L., Tolley H. D., Lammert S. A., Lee E. D., Later D. W., Lee M. L., Hand-Portable Gas Chromatograph-Toroidal Ion Trap Mass Spectrometer (GC-TMS) for Detection of Hazardous Compounds, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.*, 19 (2008), 1425-1434.
- [5] Meuzelaar H. L. C., Dworzański J. P., Arnold N. S., McClennen W. H., Warger D. J., Advances in field portable GC/MS instrumentation, *Field Anal. Chem. Tech.*, 4 (2000), 3-13.
- [6] Lammert S. A., Rockwood A. A., Wang M., Lee M., Lee E. D., Tolley S. E., Oliphant J. R., Jones J. L., Waite R. W., Miniature Toroidal Radio Frequency Ion Trap Mass Analyzer, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.*, 17 (2006), 916-922.

- [7] <http://products.inficon.com/en-us/nav-products/Category/ProductGroup/pg-ChemicalDetection?-path=Products>, 29.08.2016.
- [8] http://www.flir.com/uploadedFiles/flirGS/Threat_Detection/Chemical_Detection/Mass_Spectrometry/Products/Griffin/Griffin_400/Field-Analysis-of-CWA-Simulants-using-Mobile-GCMS.pdf, 26.02.2017.
- [9] Crume C., History of INFICON HAPSITE, From Classic to ER: A Brief Report on the Differences between HAPSITE® Iterations, KD Analytical, 2009.
- [10] <http://products.inficon.com/GetAttachment.axd?attaName=b0ddf534-db3e-4920-b9c1-ec872b-c28a4d>, 29.08.2016.
- [11] Palmer P. T., Limero T. F., Mass Spectrometry in the U.S. Space Program: Past, Present, and Future, *J. Am. Soc. Mass Spectrom.*, 12 (2001), 656-676.
- [12] Grabka M., Żukowski P., Witkiewicz Z., Zastosowanie chromatografii gazowej w pozaziemskich misjach badawczych, *Aparat. Bad. i Dydakt.*, 17 (2012), 69-77.
- [13] Guardion – Next Generation Portable GC/MS Chemical Identifier and Mixture Analysis System, Technical Information, Smiths Detection, 95593563, 2012.
- [14] Grandy J., Boyac E., Pawliszyn J., Development of a Carbon Mesh Supported Thin Film Microextraction Membrane As a Means to Lower the Detection Limits of Benchtop and Portable GC/MS Instrumentation, *Anal. Chem.*, 88 (2016), 1760-1767.
- [15] Beck J., Porter N., Cook D., Gee W. S., Griffith C. M., Rands A. D., Truong T. V., Smith L., San Roman I., In-field Volatile Analysis Employing a Hand-held Portable GC-MS: Emission Profiles Differentiate Damaged and Undamaged Yellow Starthistle Flower Heads, *Phytochem. Anal.*, 26 (2015), 395-403.
- [16] Sekiguchi H., Matsushita K., Yamashiro S., Sano Y., Seto Y., Okuda T., Sato A., On-site determination of nerve and mustard gases using a field-portable gas chromatograph-mass spectrometer, *Forensic Toxic.*, 24 (2006), 17-22.
- [17] Gorder K. A., Dettenmaier E. M., Portable GC/MS Methods to Evaluate Sources of cVOC Contamination in Indoor Air, *Groundwater Monitoring & Remediation*, 31 (2011), 113-119.
- [18] Ochiai N., Sasamoto K., Screening of Pesticide Residues in Water by Sequential Stir Bar Sorptive Extraction-Thermal Desorption with GC/MSD. Application note – Agilent Technologies, Inc., 5990-5217EN, 2010.
- [19] Zhao S., Zhang R., A Rapid Method for Detection of Drugs of Abuse in Blood Samples Using the Thermal Separation Probe and the 5975T LTM GC/MS. Application note – Agilent Technologies, Inc., 5991-0333EN, 2012.
- [20] Mustacich R. V., Detection of Chemical Warfare Agents by Transportable GC/MS. Application note – Agilent Technologies, Inc., 5990-6396EN, 2010.
- [21] Wang J., Zima J., Lawrence N., Chatrathi M., Microchip capillary electrophoresis with electrochemical detection of thiol-containing degradation products of v-type nerve agents, *Anal. Chem.*, 76 (2004), 4721-4726.
- [22] Wang J., Pumera M., Collins G., Mulchandani A., Measurements of Chemical Warfare Agent Degradation Products Using an Electrophoresis Microchip with Contactless Conductivity Detector, *Anal. Chem.*, 74 (2002), 6121-6125.
- [23] Manginell R. P., Bauer J. M., Moorman M. W., Sanchez L. J., Anderson J. M., Whiting J. J., Porter D. A., Copic D., Achyuthan K. E., A Monolithically-Integrated μ GC Chemical Sensor System, *Sensors*, 11 (2011), 6517-6532.
- [24] Makas A. L., Troshkov M. L., Field gas chromatography-mass spectrometry for fast analysis, *J. Chrom. B*, 800 (2004), 55-61.