

Dnešní **jubilejní 50-té** analytické novinky jsou zaměřeny do oblasti separačních technik. V **první části** přinášíme článek věnovaný **využití kapilární elektroforézy pro aniontovou a kationtovou analýzu** jakožto zajímavé alternativy k iontové chromatografii. **Druhá část** je věnovaná představení nového unikátního produktu – **mobilního GC spektrometru NovaTest P100** . Ten využívá mikrofluidní technologie a umožňuje rychlou a přesnou analýzu VOC přímo v terénu. **Třetí část** přináší informace o **mobilním GC-MS Griffin 510** , tento přístroj byl uveden na trh koncem roku 2017 a během jediného roku se velmi rychle prosadil ve všech aplikacích, které potřebují plnohodnotný mobilní GC-MS. Griffin 510 je totiž prvním skutečně mobilním (hmotnost 16 kg) GC-MS s kvadrupólovým MS detektorem a komplexní škálou vnášení vzorku (přímý standardní nástřik, přímý vstup plynné fáze na MS, integrovaná termální sorpce/desorpce s vyhřívanou odběrovou sondou, PSI – přímá analýza pevné fáze, SPME, ...).

Aniontová analýza s využitím kapilární elektroforézy (CE) – zajímavá alternativa k iontové chromatografii.

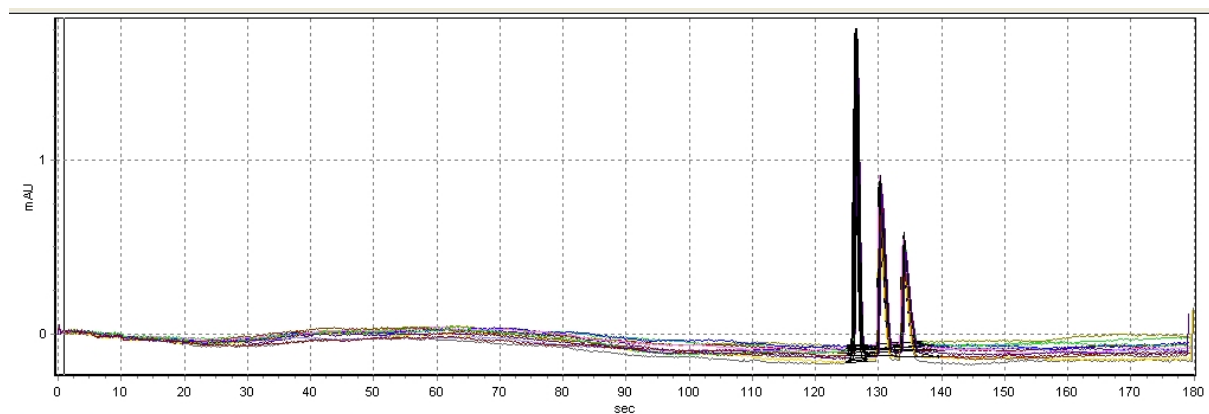
Tomáš Černohorský, Jan Marek

RMI, s.r.o.

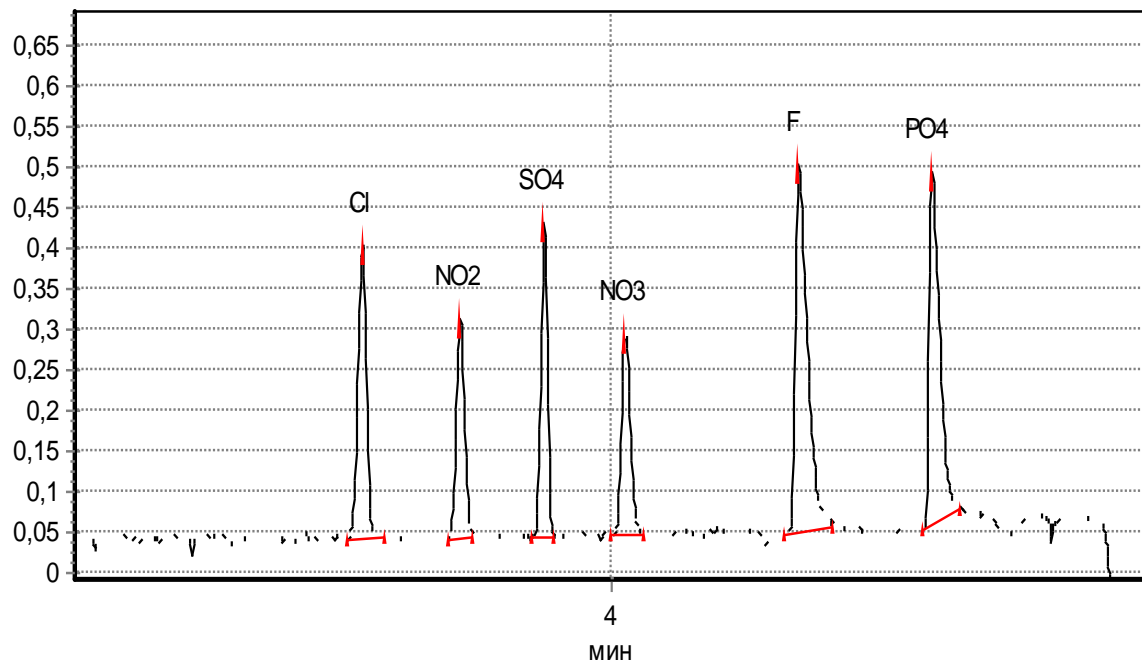
Používáte klasické analýzy nebo iontovou chromatografií a potřebujete zvýšit výkon vaší aniontové analýzy nebo potřebujete výrazně snížit provozní náklady a tím cenu jedné analýzy? Odpovědí na obě otázky pro Vás může být kapilární elektroforéza nové generace. Kapilární elektroforéza se díky své vysoké separační účinnosti, minimální spotřebě činidel a vysoké rychlosti analýzy nabízela jako alternativa k iontové chromatografii již před mnoha lety. Pro řadu uživatelů bylo její použití ale zklamáním, protože tehdejší systémy trpěly řadou neduhů (špatná reprodukovatelnost kvantitativní analýzy, špatné detekční limity UV detekce, problémy při analýze zasolených vzorků a nutnost složitějšího čištění vstupní části kapiláry). Částečná řešení se nabízela již v té době (vodivostní detekce pro zlepšení detekčních limitů, uložení kapiláry v kapalinovém termostatu pro zlepšení reprodukovatelnosti analýzy), ty ale vedly k výraznému zvýšení ceny zařízení a to následně vedlo také k malému rozšíření této techniky v oblasti aniontové analýzy. První „průlom“ nastal přibližně před deseti lety s příchodem přístroje CAPEL-105 od firmy Lumex, což byla druhá generace CE přístrojů od tohoto výrobce. Tento přístroj byl standardně vybaven uložení kapiláry v precizním kapalinovém termostatu s termoelektrickým ohřevem/chlazením s regulačním krokem 0.01°C, vylepšeným tlakovým nástřikem a patentovanou optikou skenujícího UV detektoru. Ta výrazně zvyšovala citlivost detektoru a tím i detekční limity u nepřímé UV detekce aniontů a kationtů. Přístroj tak nabízel reprodukovatelnost analýzy s typickými RSD kolem 2.5 %, dlouhodobou stabilitu analýzy na úrovni iontové chromatografie a desetinásobné vylepšení detekčních limitů UV detekce. Konstrukce vstupu kapiláry eliminovala problémy s paměťovými efekty, čištění vstupu kapiláry navíc probíhalo bez jakýchkoliv nároků na mechanické operace ze strany uživatele. Tím se metoda stala velmi atraktivní i při analýze zasolených roztoků. Atraktivní byla také cena zařízení, poprvé se na trhu objevila

skutečně funkční CE alternativa vůči iontové chromatografii. Přístroj na jedné straně nabízel DL pokrývající rozsah požadavků pro pitnou vodu, nápoje nebo analýzu povrchových vod a na druhé straně umožňoval rychlou a snadnou analýzu velmi zasolených roztoků nebo složitějších nápojů. Kromě klasické aniontové nebo kationtové analýzy bylo možné na přístroji provádět celou řadu dalších analýz (analýza konzervačních činidel, barviv, různých aditiv v nápojích, analýza aminokyselin v krmivech...). To vše při velmi nízkých provozních nákladech (řádově nižší než u iontové chromatografie). Nevýhodou těchto přístrojů byla malá kapacita autosampleru a některé drobné „dětské“ nemoci, které ale výrobce odstranil v následujících letech. Díky výše uvedeným skutečnostem si tyto přístroje našly rychle cestu do řady laboratoří, které pak těžily z vysoké rychlosti analýzy při její nízké ceně. Skutečně širokému rozšíření bránila nízká kapacita autosampleru (2x5 pozic), přesto se našly laboratoře, které na zařízení prováděly (a doposud většinou i provádějí) rozbor mnoha tisíc vzorků ročně (případy s více jak 8 000 vzorky za rok), a to vše při nákladech na provoz přístroje limitně se blížících nule. Návratnost investice tak byla vynikající i při zvýšených nárocích na častější výměnu vzorků v podavači přístroje. Komerční laboratoře tak získaly velkou konkurenční výhodu oproti laboratořím, které používali iontovou chromatografii – byly schopné nabídnout nižší cenu analýzy, a to při výrazně vyšší ziskovosti.

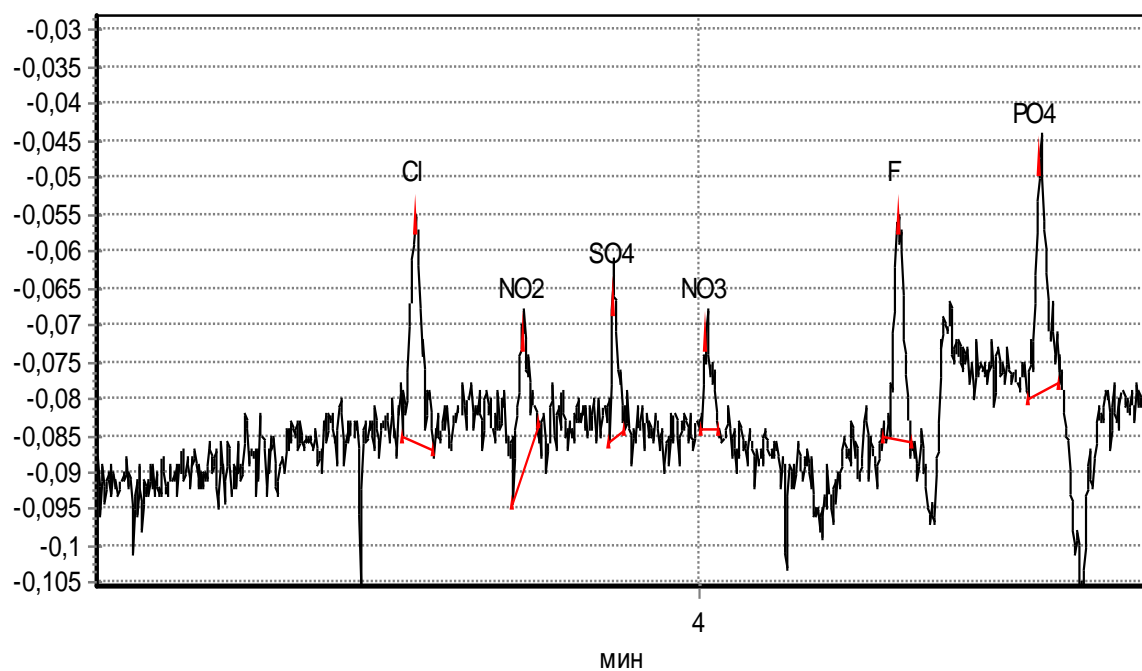
Další zlom nastal v roce 2018, kdy byla na Český trh uvedena nová generace přístroje Lumex CAPEL-205. Tento přístroj nabízí všechny výhody předchozí generace, přidal ale řadu zásadních vylepšení (velkokapacitní autosampler s unikátním systémem automatického otevírání nádobek se vzorky, další zvýšení rychlosti skenu detektoru a další vylepšení detekčních limitů, kompletně přepracovanou elektroniku, vylepšenou výměnu kazet s kapilárami...). CAPEL-205 se tak stal ideální náhradou iontových chromatografů, nabízející plně automatizovanou aniontovou i kationtovou analýzu širokého spektra vzorků s detekčními limity 10x nižšími než srovnatelné systémy s DAD detektory při zachování všech výhod UV detekce. Reprodukovatelnost a stabilita analýzy je přitom na úrovni iontových chromatografů, cena vlastní analýzy je řádově nižší a rychlost analýzy je vyšší. Také cena přístroje se stále pohybuje výrazně pod cenou většiny iontových chromatografů. Ukázka reprodukovatelnosti měření aniontů v pitné vodě je na následujícím obrázku. Jedná se o 13 opakovaných měření stejného vzorku provedených v rozmezí 5 hodin, použita byla standardní metoda pro rychlou analýzu pitných vod. RSD koncentrací aniontů se pohybovali mezi 1.8 až 2.2%, RSD migračních časů v průběhu 5 hodin nepřesáhlo 2%. Metoda nepoužívá normalizaci na interní standard, hodnoty tedy reprezentují skutečnou přístrojovou stabilitu.



Metoda umožňuje analýzy velmi nízkých koncentrací, jak je ukázáno na následujících obrázcích.



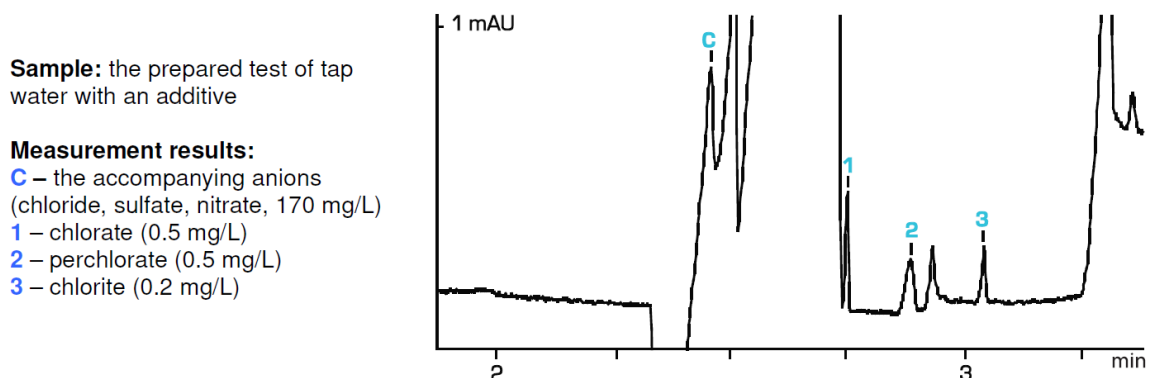
Standardní metoda pro analýzu povrchových vod, F – 1.5 mg/l, ostatní ionty 2.5 mg/l



Metoda pro analýzu nízkých koncentrací, F – 0.03 mg/l, ostatní ionty 0.05 mg/l

Nízké koncentrace je možné analyzovat ale i v přítomnosti vysoké koncentrace doprovodných iontů, typickým příkladem může být analýza chlorečnanů, chloristanů a chloritanů v minerální vodě

s vysokým obsahem běžných solí. Na následujícím obrázku je ukázka minerální stolní vody s přidavkem chlorečnanů, chloristanů a chloritanů.



Firma Lumex se zabývá výrobou přístrojů pro kapilární elektroforézu déle jak 20 let, má velmi bohaté zkušenosti zejména s kvantitativní analýzou, v této oblasti jsou přístroje firmy Lumex dlouhodobě na špičce vývoje. To se odráží i v dostupných aplikačních listech, prakticky všechny jsou zaměřeny na kvantitativní analýzu.

Přístroj CAPEL-205 samozřejmě zvládá kromě klasické aniontové a kationtové analýzy také široké spektrum dalších aplikací, metoda kapilární elektroforézy má řadu modifikací a patří tak k jedněm z nejuniverzálnějších separačních metod pro analýzu organických látek. K přístrojům CAPEL-105 a CAPEL-205 je k dispozici široké portfolio aplikačních listů a vypracovaných metod. Kromě analýzy vod je velká část aplikačních listů věnovaná analýze různých typů nápojů (kationty, anionty, konzervanty, barviva, cukry, přírodní chuťové látky...), zemědělské problematice (hnojiva, suroviny a krmné směsi, půdy, siláže....) nebo analýze proteinů.

Aplikační listy si můžete stáhnout na následujících adresách:

- 1) **Aniontová a kationtová analýza** (pitné, povrchové a odpadní vody, nápoje, krmiva, hnojiva, stavební materiály)
Ke stažení zde: https://drive.google.com/open?id=1B5LN8UbVh_4DVsfkoInAjYfi8wxRdlvK
- 2) **Nápoje, potraviny, vstupní suroviny a finální krmné směsi, zemědělství**
Ke stažení zde: <https://drive.google.com/open?id=1iBCvoMwiKmyZeQ6zXzo9TM1Ta1z3lllp>
- 3) **Voda**
Ke stažení zde: https://drive.google.com/open?id=1y-a4Rnwj6_5Bg47awMUNWtcVmyUGngDI
- 4) **Proteiny a bio**
Ke stažení zde: <https://drive.google.com/open?id=1ucuQ-8dowjRzmusNIEaHJugihy7S2sGE>

Podrobné informace o přístroj CAPEL-205 naleznete na našich stránkách (<http://www.rmi.cz/capel-205>), zde si také můžete stáhnout prospekt. Stručné shrnutí výhod a základních parametrů je uvedeno níže.

Doporučujeme Vám shlédnutí krátkého videa, které přináší základní informace o přístroji a jeho funkcích. Video ke zhlédnutí zde:

<https://www.youtube.com/watch?v=UtNe5PkDj6Q>



Stručné shrnutí výhod a základních parametrů přístroje CAPEL-205

Přístroj nabízí všechny běžné pracovní režimy: cIEF (capillary isoelectric focusing), CGE (capillary gel electrophoresis), CEC (capillary electrochromatography), MEKC (micellar electrokinetic chromatography) a CZE (capillary zone electrophoresis).

Nový integrovaný automatický dávkovač s kapacitou 59 pozic zajišťuje precizní, plně automatické sekvence analýz. Autosampler umožňuje kombinování technik během sekvencí, např. zrychlení analýz (reverse sample injection) nebo snížení detekčních limitů on-line zkoncentrováním (sample stacking). Používá také standardní centrifugační nádoby Eppendorf, ty je možné snadno uzavřít a přístroj je automaticky otevřen těsně před dávkováním vzorku. Tím se snižuje možnost kontaminace vzorku a nedochází k odparu vzorků během automatického měření delších sekvencí. Zároveň se výrazně snižují provozní náklady, protože se jedná o běžně dostupné a levné nádoby.

Z hlediska technických parametrů lze přednosti systému CAPEL-205 shrnout do následujících bodů:

- vynikající stabilita migračních časů - integrované termoelektrické (Peltier) termostatování kapalinou s přesností 0,01 °C a rozsahem -10 °C pod a +30 °C nad okolní teplotu laboratoře
- velmi vysoká přesnost a reprodukovatelnost zavádění vzorků s maximálním tlakem do 100 mbar, umožňuje i dávkování viskózních kapalin

- vysokotlaký proplach kapiláry až do 2000 mbar
- nový detektor s rychlou změnou vlnové délky - skenovacím režimem během analýzy pro identifikaci píků a až 10x vyšší citlivostí než dosahují běžné DAD detektory
- možnost připojení na MS detektory
- inovovaný software ELFORUN™ jednoduchý pro obsluhu a splňující požadavky správné laboratorní praxe a požadavky systémů jakosti pro QA/QC
- konstrukce elektrodového systému nevyžadující zásahy obsluhy (není nutno čistit)
- konstrukce kazet pro separační kapiláru zaručující snadnou instalaci bez možnosti poškození kapiláry či elektrod

Přístroj Lumex Capel-205 je vhodný pro všechny CE aplikace s UV detekcí (resp. MS). A nabízí vynikající reprodukovatelnost i citlivost analýz. Zaručuje vysoký výkon při nízkých nákladech a jednoduchou obsluhu bez starostí o údržbu. Capel-205 je mimo jiné i volbou číslo jedna pro přesné kvantitativní analýzy aniontů a kationů silně zasolených vzorků.

Uvedení na trh unikátního mobilního plynového chromatografu NovaTest P100.

Naše firma RMI pokračuje ve své tradici z posledních let – uvádění na trh nových technologií, které přenášejí laboratorní analýzy ven z laboratoře, přímo do terénu. Dalším takovým krokem je představení mobilního plynového chromatografu **NovaTest P100** od firmy Nanova Environmental (USA). Přístroj je postaven na kombinaci nové unikátní mikrofluidní techniky s on-line sorpčním nabohacením analytů a nerozmývajícím velmi citlivým mikrofluidním fotoionizačním detektorem. To vše v přenosném přístroji vážícím pouhých 7 kilogramů, zahrnujícím tlakovou nádobku s nosným plynem, integrované čerpadlo pro automatický přesný odběr vzorků a integrovanou lithium polymerovou baterii! Přenosný chromatograf NovaTest P100 poskytuje citlivé, velmi rychlé a přesné analýzy těkavých organických látek (VOCs) při minimálních nárocích na obsluhu, prostor, spotřební materiál a servis.

Kromě využití špičkových technologií je zajímavý i design přístroje a software, který je zaměřen na maximální usnadnění obsluhy. Software se nabízí ve dvou verzích, k dispozici je verze software NovaSoft určená pro snadné ovládání umožňující provádění rychlých analýz bez hlubších znalostí metody plynové chromatografie, software již obsahuje řadu kompletních analytických metod. Pro úspěšné zvládnutí analýz není tedy nezbytné, aby uživatel přístroje NovaTest P100 měl speciální vědomosti o plynové chromatografii a není třeba jej v tomto směru ani školit. Ze získaných dat systém automaticky identifikuje na základě shody retenčního chování jednotlivé složky, pokud jsou zahrnuty v předchozí kalibraci metody a vyhodnocuje jejich množství. Postup kvalitativní i kvantitativní kalibrace je velmi snadný, přístroj několikrát nasaje a danou metodou zanalyzuje přesný objem kalibrační plyné směsi a uloží získané kalibrace do paměti včetně statistického vyhodnocení. Na straně druhé dává vysoká technická úroveň přístroje NovaTest P100 i široké možnosti aplikací pro odborníky specializované na plynovou chromatografii (ve spojení s pokročilou verzí software). Ti jistě ocení vynikající přesnou regulaci všech parametrů, citlivost a stabilitu detekce i jednoduchost tvorby metod a vyhodnocování analýz v programu NovaSoft.



Mobilní GC NovaTest P100 se dodává ve dvou verzích, lišících se mikro předkoncentrací (VOC trapping unit). Pro nejnižší koncentrace v rozsahu od 1ppb do 1ppm se používá termodesorpční předkoncentrace, pro vyšší koncentrace v rozsahu od 200ppb do 200ppm se používá přímé dávkování mikrosmyčkou. Standardní konfigurace P100 zahrnují 6 metrů dlouhou separační kolonu a fotoionizační detektor se zdrojem s energií 10,6 eV. Po dohodě se zákazníkem lze dodat přístroj také s jinou kolonou i jinou energií lampy. Zásoba nosného plynu (He) v tlakové nádobce vydrží nejméně na 1 týden běžného provozu. Používají se standardně dostupné mikrotlakové nádoby, které se vyrábí ve velkých objemech, dosahuje se tak velmi příznivých provozních nákladů. Přístroj je možné ale také připojit ke standardním tlakovým lahvám při práci v laboratoři. NovaTest P100 je optimalizován z hlediska nízké spotřeby nosného plynu, vysoké rychlosti analýz a minimalizace energetických nároků. Napájení z lithium polymerních baterií umožňuje nejméně 4 hodiny plného provozu (resp. 8 hodin při použití dražší baterie s vyšší kapacitou). Vzhledem k vysoké rychlosti analýz (řádově pouze desítky vteřin až jednotky minut), lze na jedno nabití uskutečnit až stovky analýz. V příloze této zprávy naleznete aplikační list, který názorně demonstruje citlivost a rychlost analýzy, zároveň ukazuje jak je rozdílnou dobou sorpce možné výrazně zvýšit dynamický rozsah metody bez vlivu na správnost kvantitativní analýzy.

Uplatnění přístroje je velmi široké P100. Umožňuje přímé měření těkavých organických látek bezprostředně na místě jejich výskytu a to bez nebezpečí zkreslení výsledků analýz transportem vzorku. Dosavadní metodiky většinou nutně zahrnovaly "off-line" odebrání vzorku (do kanystrů, vaků či na termodesorpční trubičky) a následnou analýzu v laboratořích. Kompaktnost chromatografu P100 umožňuje též snadná přímá měření v malých prostorách - interiér automobilů, motorový prostor, uvnitř různých kontejnerů, skříní a podobně.

Aplikačních oborů pro P100 je celá řada - hygiena a bezpečnost práce, výzkum životního prostředí - kvalita ovzduší, kvalita vody, medicína a biologický výzkum i jiné oblasti, kde je nutné přesně, rychle a snadno stanovit organické těkavé látky. A mnoho nových, možná dnes nečekaných, uplatnění může P100 najít díky modulárnímu pojetí své konstrukce, která umožňuje přístroj konfigurovat s jinými kolonami a jinými parametry PID detektorů dle specifických potřeb uživatele. Přičemž ale zůstane zachována jednoduchost použití, jednoduchý a logický způsob zadávání parametrů a vyhodnocení analýz. Konstrukční koncepce umožňuje mimo jiné nabídnout

varianty zahrnující vícerozměrné techniky - model P100-2D-GC pro komprehenzivní plynovou 2D chromatografii bude v blízké době též uveden na trh.

NovaTest P100 Compact Gas Chromatograph, výsledek inovačního přístupu firmy Nanova Environmental posunuje plynovou chromatografii nejen přímo do terénu, ale též do nového tisíciletí. Patentované mikrofluidní technologie a velmi výkonné programové vybavení spolu s celkovým konstrukčním řešením, přivádějí na trh ideální přístroj pro snadné a efektivní rutinní analýzy těkavých látek (VOCs) přímo u jejich zdrojů v libovolném místě. A velmi imponující instrument pro výzkum i výuku v laboratořích či terénu a rozvoj metod plynové chromatografie obecně.

Zaujal Vás přístroj NovaTest P100? – Neváhejte nás kontaktovat. Přístroj je k dispozici u nás ve firmě a můžete se domluvit na jeho předvedení/vyzkoušení u Vás. Firma RMI, s.r.o. je exkluzivním distributorem pro země střední Evropy.

Nový plně mobilní GC-MS - Griffin 510 – průlom v komplexní mobilní analýze

Na konci roku 2017 byl uveden na trh zcela unikátní mobilní GC-MS systém Griffin 510 od výrobce FLIR (USA). Tato firma má více jak 20 leté zkušenosti s vývojem a výrobou mobilních GC-MS systémů pro armádní aplikace (většinou založeny na technice iontové pasti s možností MS/MS režimu), vždy se ale jednalo spíše o převozné systémy nabízející vysoký výkon, v řadě případů překonávající laboratorní přístroje. Nový Griffin 510 je přelomový výrobek, je prvním jednoduše přenosným a současně plnohodnotným GC-MS systémem (plynový chromatograf s hmotnostním detektorem) s integrovaným výkonným PC a příslušenstvím pro analýzu širokého spektra vzorků (viz dále). Spektrometr používá kvadrupólový analyzátor, získaná spektra tak jsou plně kompatibilní s NIST knihovnou a je možná okamžitá identifikace více jak 240 000 látek. Všechny doposud dostupné mobilní GC-MS systémy měly nějaká omezení (více zde: <http://www.rmi.cz/gc-ms-griffin-g510>). Griffin 510 je unikátní v tom, že eliminoval naprostou většinu těchto omezení a poprvé je tak k dispozici přístroj, který se nabízí jako plnohodnotná terénní a snadno přenosná alternativa k laboratorním GC-MS systémům. Podařilo se tak přenést do terénu komplexní laboratoř pro analýzu širokého spektra vzorků, včetně možnosti kvantitativní analýzy zájmových látek i ve velmi složitých směsích. V prvotní fázi byl o tento systém hlavní zájem z oblasti CBRN analýzy (armáda, integrovaný záchranný systém, kriminalistické a celní laboratoře), v současné době se přístroj začíná velmi úspěšně prosazovat i v oblasti analýzy ŽP nebo při kontrole potravin a zemědělské produkce.



Základní charakteristika mobilního GC-MS Griffin 510.

Přístroj používá LTM (Low Thermal Mass) plynový chromatograf, je tak možné provádět velmi rychle a reprodukovatelné analýzy při minimální spotřebě energie. Plynový chromatograf je vybaven jak standardním Split/Splitless nástřikem, tak i integrovaným modulem termální sorpce/desorpce. Ten může odebírat přímo vzorky ovzduší, zachytit zájmové látky na vhodných sorbentech a následně provést desorpci do plynového chromatografu pro vlastní separaci a analýzu na hmotnostním analyzátoru. Celý proces analýzy je přitom plně automatizovaný. V případech, kdy je potřeba měřit plynnou fázi s velmi rychlou odezvou (reakční doba v jednotkách sekund), je možné použít také rozhraní MIMS. Zde je vzorek přiváděn k vyhřívané propustné membráně, přes kterou prochází sledované látky přímo do hmotnostního analyzátoru. Tento mód je vhodný například při vyhledávání zdrojů úniku látek u havárií nebo pro kontinuální monitorování ovzduší (ochrana VIP prostorů, sledování úniku látek v průběhu technologických procesů atd.). Rychlost analýzy je 1 sekunda. V případě přímé analýzy plynné fáze je pro odběr vzorku používána vyhřívaná sonda, která je integrální součástí zařízení Griffin 510. Vlastní hmotnostní analyzátor je typu kvadrupol s rozlišením 0.7 amu a rozsahem analyzovaných efektivních hmotností m/z od 15 do 515. Hmotnostní analyzátor produkuje standardizovaná spektra plně kompatibilní s nejnovější generací NIST knihovny (verze 2017 je integrální součástí dodávky), EPA a NIH knihovnou. Systém je vybaven vlastním vakuovým systémem, který používá kombinaci nové generace miniaturizované turbomolekulární pumpy a membránové pumpy. Díky tomu se přístroj dostane do plného provozního stavu za méně jak 15 minut po zapnutí a ke svému provozu nepotřebuje žádné externí zdroje vakua nebo drahé sorpční patrony (gettery). Pro přímou analýzu pevných vzorků nebo stěrů z povrchu předmětů je možné použít patentovanou techniku PSI Probe, která umožňuje přímé vnášení pevného vzorku do GC-MS systému. Při analýze organických látek ve vodném prostředí je možné použít SPME nebo také patentovanou techniku Twister. Ta nabízí výrazně lepší citlivost a reprodukovatelnost analýzy. Je tak možné například

kvantitativně analyzovat rezidua drog v moči přímo v terénu. Griffin 510 je při hmotnosti 16 kg vybaven integrovaným výkonným výpočetním systémem s 9" dotykovým LCD s vysokým rozlišením, 250 GB SSD diskem, Wifi a GPS, standardním Ethernet a USB rozhraním, interní He bombičkou a bateriovým napájením (dvě za chodu přístroje vyměnitelné baterie, je tak možný téměř nepřetržitý provoz). Konstrukce přístroje umožňuje i dekontaminaci zařízení a tudíž jeho použití i v tzv. „hot zóně“. Velký důraz byl kladen na vývoj software, který zajišťuje jak snadné ovládání i v hot zóně, tak i široké možnosti v „expertní analýze“ (včetně programování plně automatizovaných metod). V případě použití externího PC nebo odolného notebooku je možné používat také software z velkých GC-MS/MS systémů firmy FLIR, ten pak nabízí všechny možnosti známé ze standardních laboratorních GC-MS systémů.

Více o mobilním GC-MS Griffin 510 je k dispozici zde: <http://www.rmi.cz/gc-ms-griffin-g510>

**Nakupujete spotřební materiál pro různé spektroskopické techniky?
Vyzkoušejte SparSpec.**

Jak funguje SparSpec a proč jsme pro Vás připravili SparSpec bylo podrobně popsáno v našich Analytických novinkách č. 48 (ke stažení zde:

http://www.rmi.cz/download.php?group=stranky3_soubory&id=2268).

SPARSPEC
SPARES FOR SPECTROSCOPY