



Nové trendy v rychlé terénní analýze VOC a plyných TICs

XXIV. MEZINÁRODNÍ KONFERENCE O SEPARAČNÍ CHEMII A ANALÝZE TOXICKÝCH LÁTEK

Tomáš Černohorský



VOCs Volatile organic compounds (těkavé organické látky)

- Těkavé organické látky (VOCs) se uvolňují jako plyny z některých pevných látek nebo kapalin.
- Mezi těkavé organické látky patří celá řada chemických látek, z nichž některé mohou mít krátkodobé i dlouhodobé nepříznivé účinky na zdraví.
- Koncentrace mnoha těkavých organických látek jsou trvale mnohem vyšší v interiérech (mnohonásobně vyšší) a na vnitřních pracovištích (mnohonásobně a mnohonásobně vyšší) než ve venkovním prostředí.

VOCs Techniky použitelné pro terénní analýzu

- **PID** (Photo Ionization Detectors) – neselektivní detekce/kvantifikace
- IR – Detektory založené na jednoduchých infračervených spektrometrech (filtry, mřížky, termokamery). Nízká selektivita (nízké rozlišení), často problémy se selektivitou, zejména u směsí. DL silně závislé na pozadí.
- **FT-IR** spektrometry - mnohem lepší selektivita, lze provádět i analýzu směsí až do 5 - 6 složek, dynamické modelování pozadí, střední citlivost
- **GC-FID/PID** s prekon – vynikající citlivost, velmi dobrá selektivita, směsi známých látek
- **GC-MS** s prekon – vynikající citlivost, velmi dobrá selektivita, směsi neznámých látek
- TOF-MS – zatím velké a velmi drahé, analýza složitých směsí v reálném čase, extrémní citlivost (ppt)

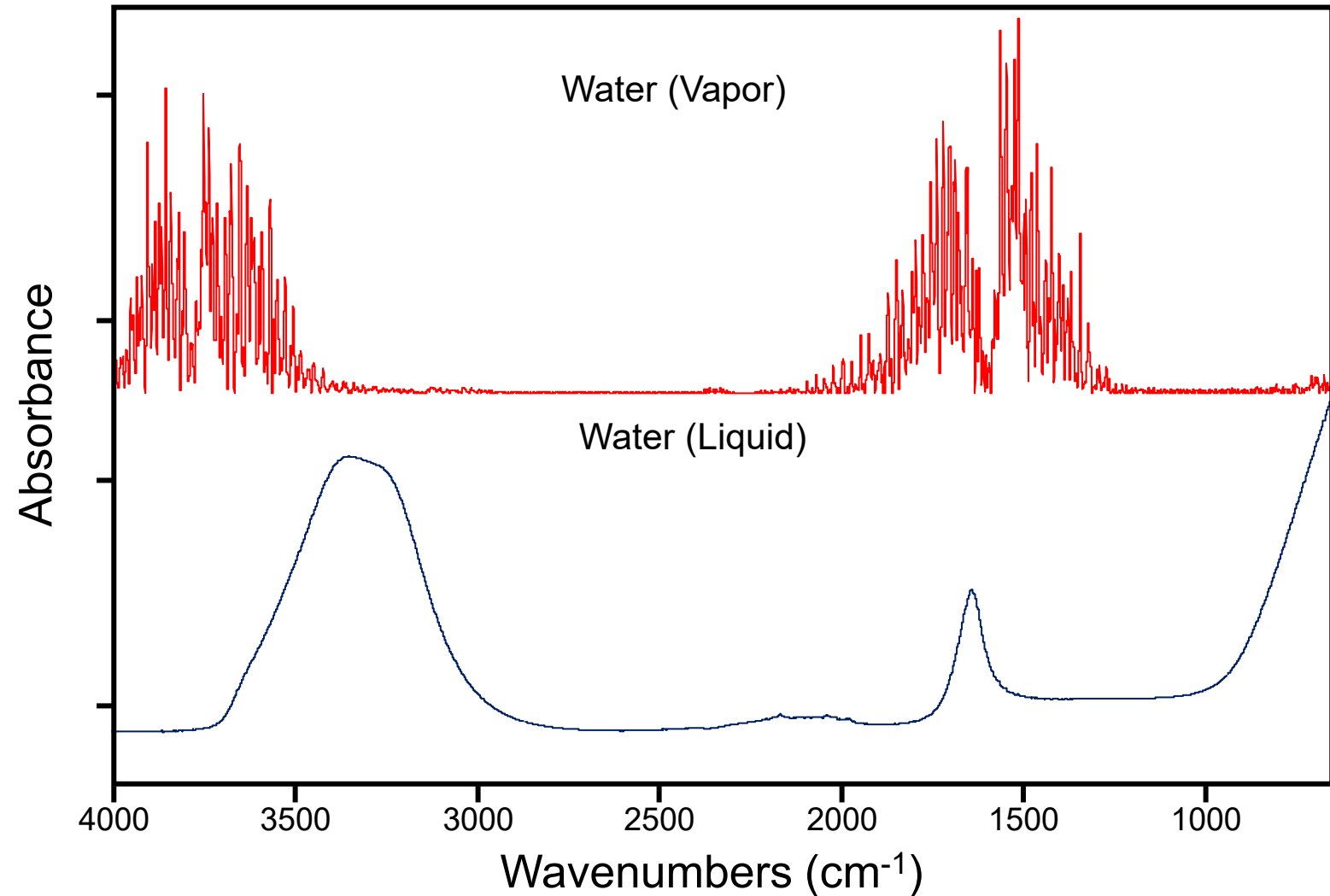
VOCs IR Infračervená spektrometrie

- Fixní filtry, variabilní filtry nebo mřížkové spektrometry
Přístroje se již nedají zakoupit
- Nízké spektrální rozlišení, problémy s odečtem pozadí, není možné dynamické modelování pozadí
- Velké problémy se selektivitou, řada křížových interferencí při analýze směsí VOC v pracovním prostředí
- **BUDOUCNOST:** Přístroje založené na QCL - kvantových kaskádových laserech. Velmi rychlé, extrémně nízký SNR - nízké DL. Nejsou komerčně dostupné pro všechny aplikace za přijatelnou cenu. Pouze stacionární systémy.



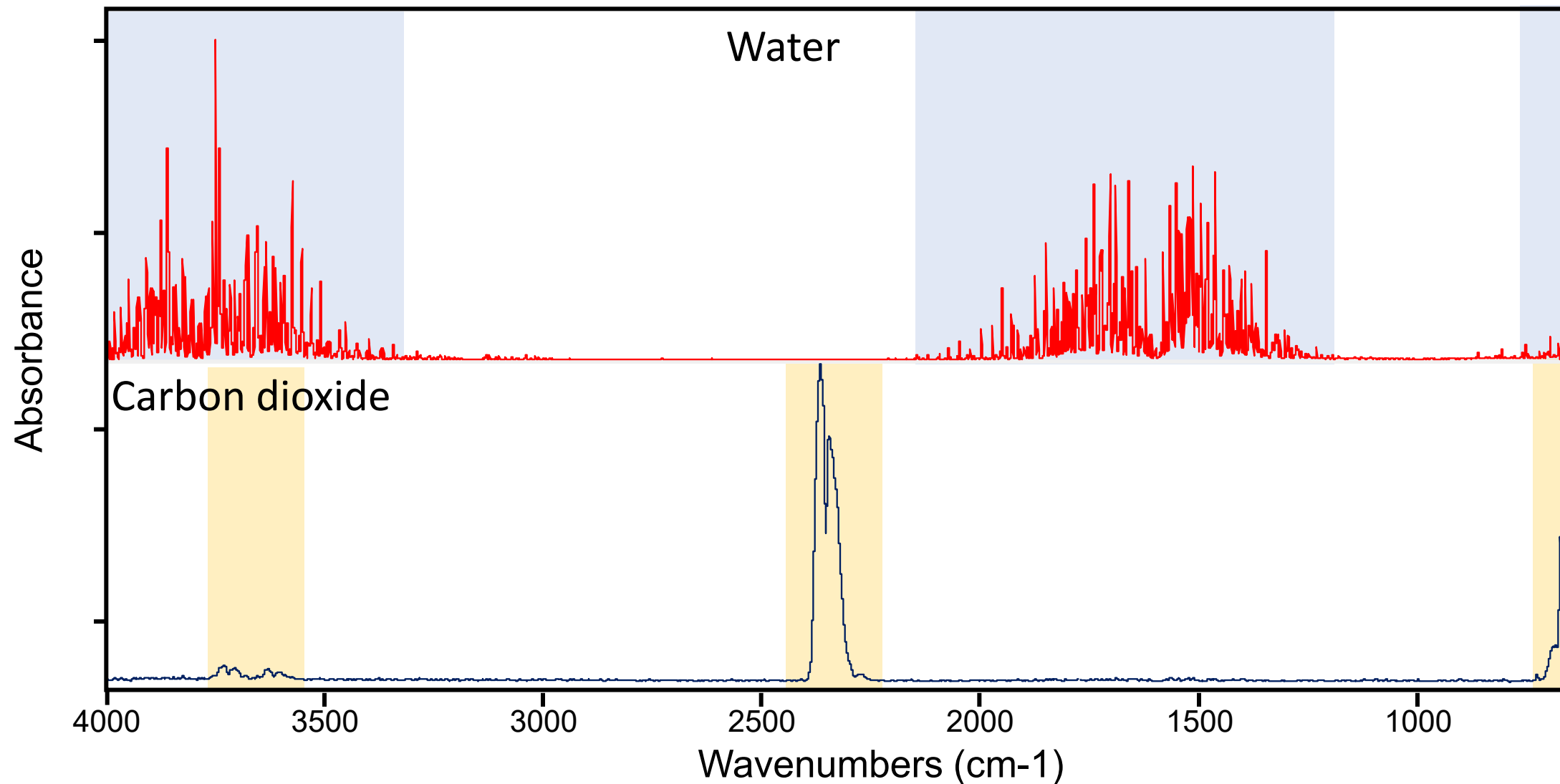
FT-IR spektrometrie plynů a par

Spektra vypadají někdy jinak než v kondenzované fázi – rotačně vibrační struktura



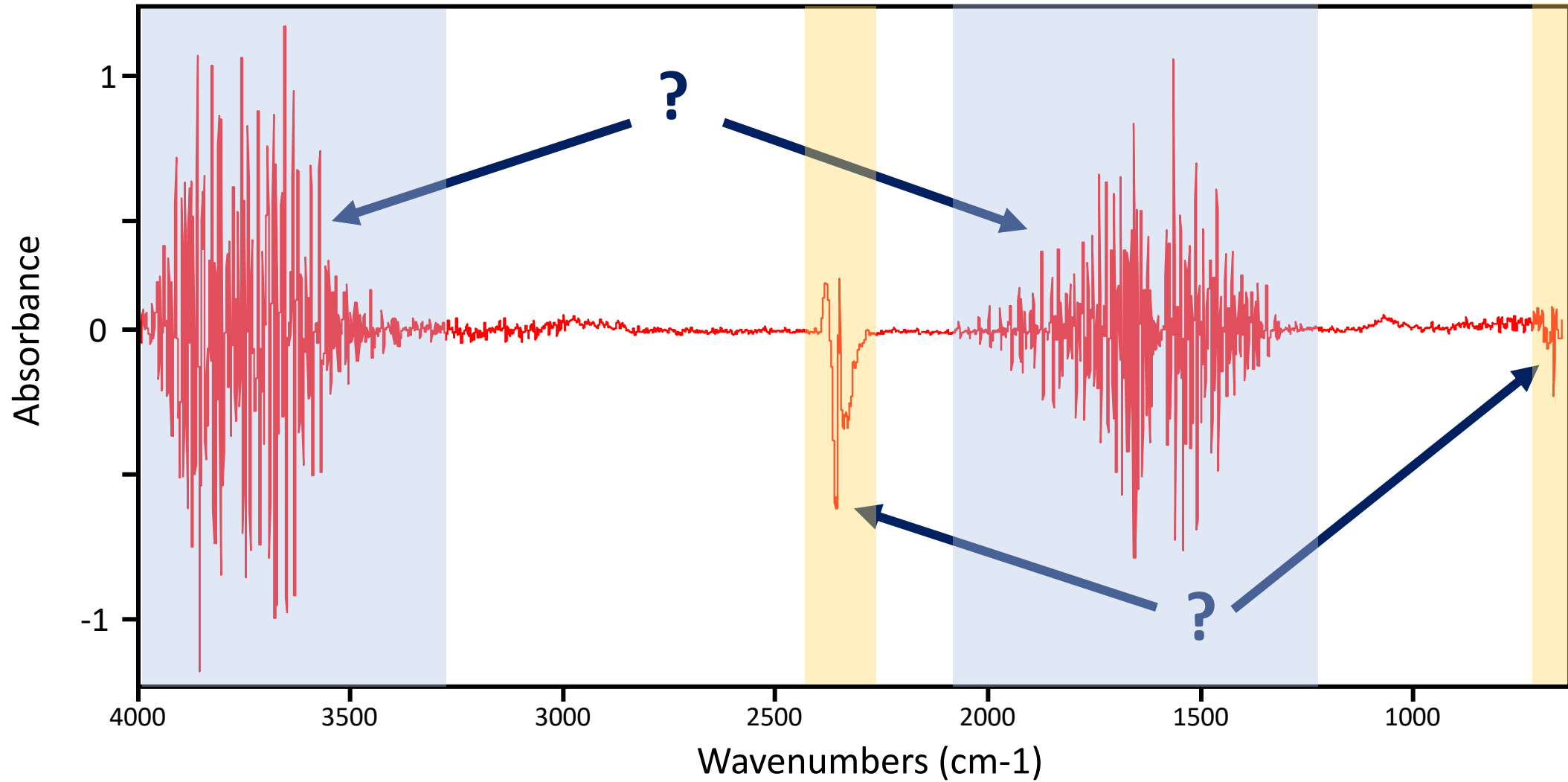
FT-IR monitorování plynné fáze – jedna komplikace

CO₂/H₂O – intenzivní spektra, 2,4% H₂O je 24 000 ppm



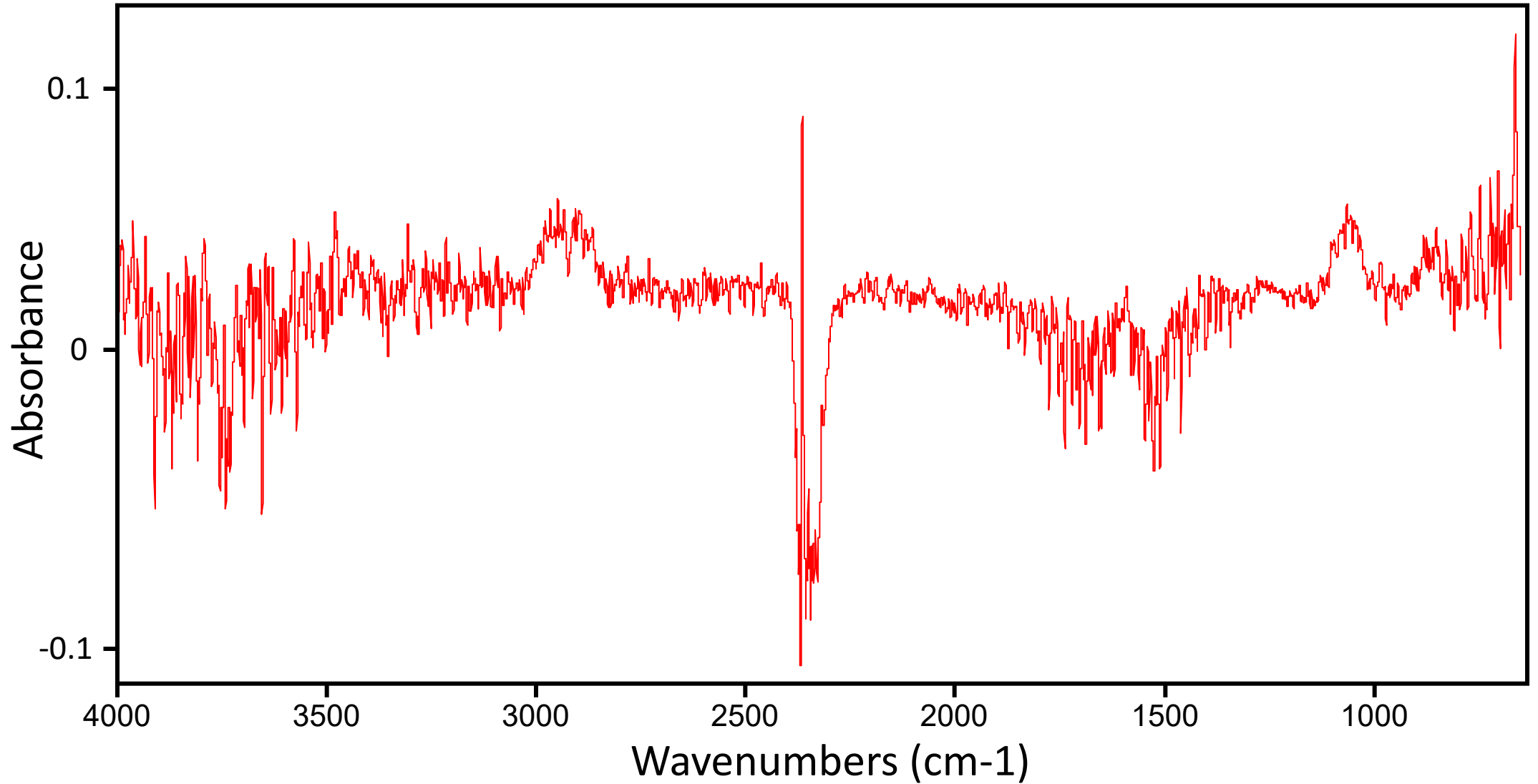
FT-IR monitorování plynné fáze – jedna komplikace

CO₂/H₂O – tradiční substrakce pozadí – dynamicky se mění



FT-IR monitorování plynné fáze

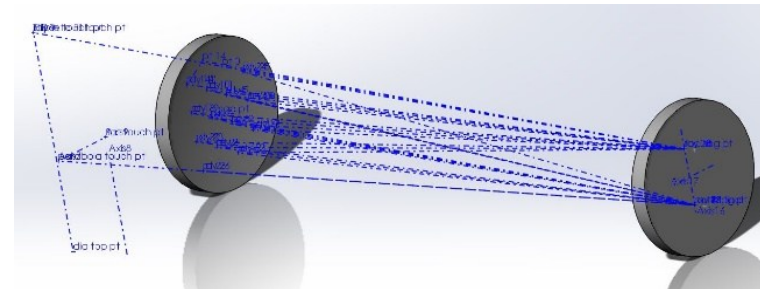
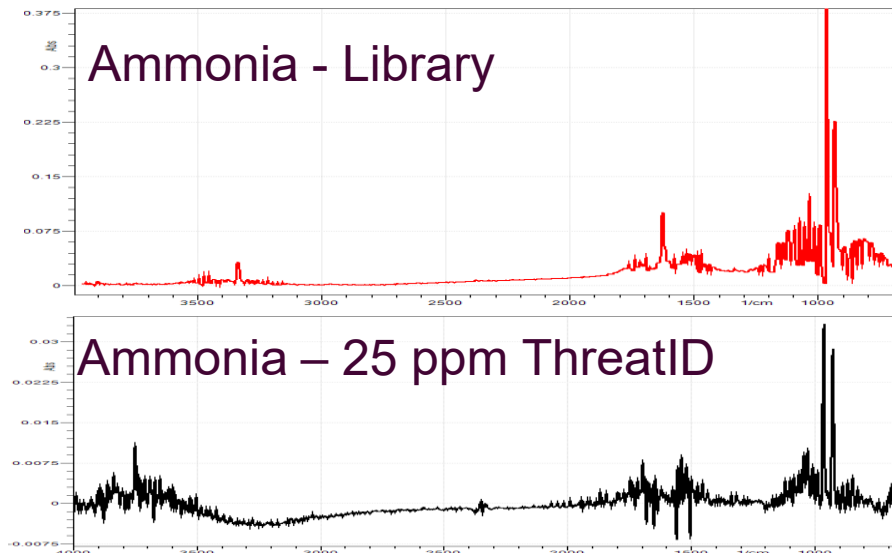
- Co je toto za látku?



FT-IR s plynovou celou



- Pro plyny potřebujeme delší absorpční dráhu
 - ATR ~ 1 mikron
 - Plynová cela = **4 metery**
- Různé cely, nové konstrukce
 - 26x odraz
 - **Fyzická délka pouze 16 cm**
 - Objem jen 145 ml
- **LOD as low as 1 ppm**



Mobilní FT-IR **ThreatID**

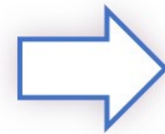
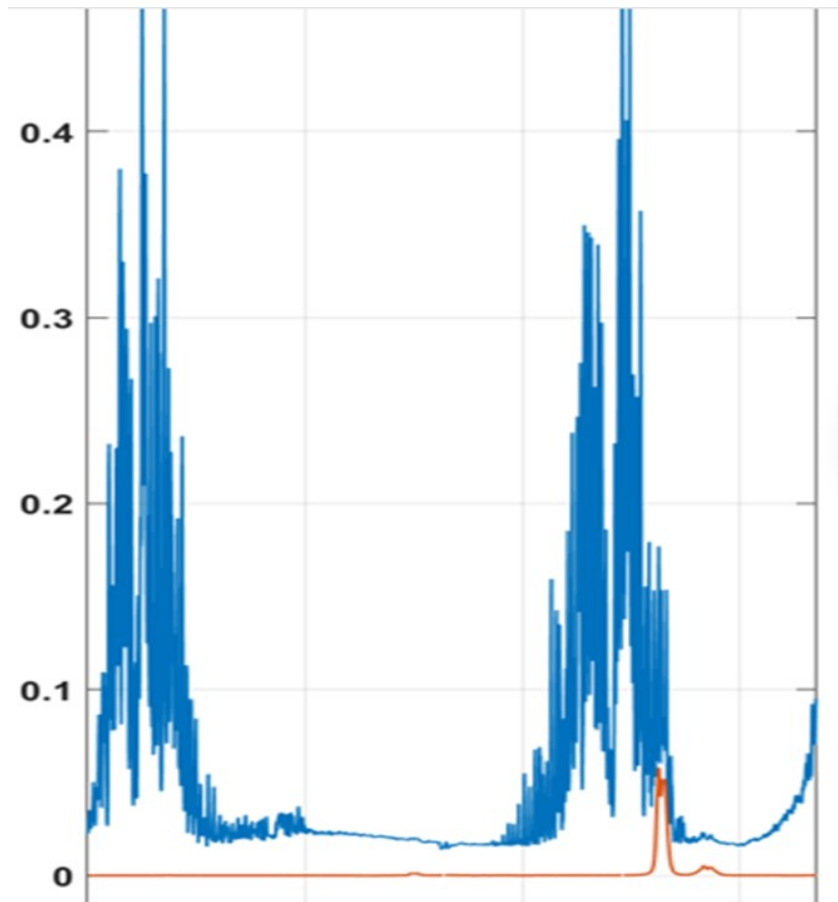
ATR, Plynová cela – pevné vzorky, kapaliny a **PLYNY**



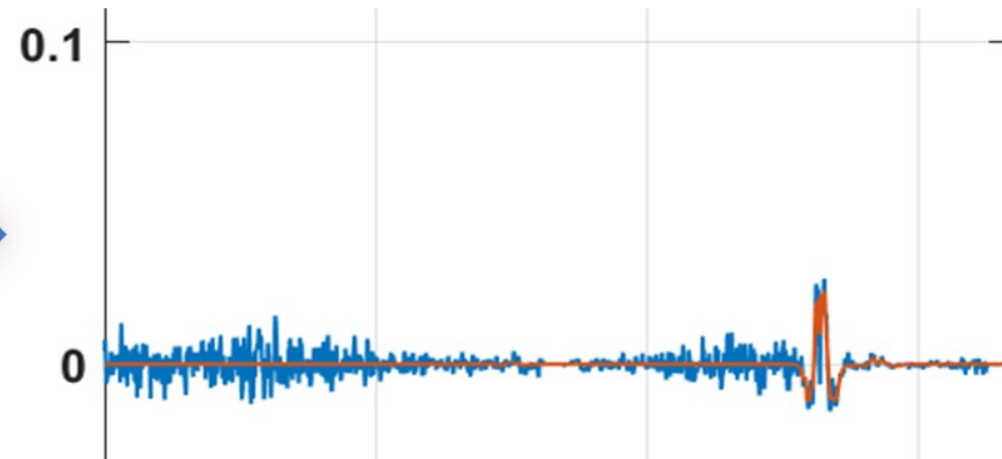
XPLORIR



Nové algoritmy pro dynamickou korekci pozadí



SO₂ = 30 ppm @ High humidity



Adaptive Atmospheric Compensation

- Instrument response
- Spectral noise
- Baseline offset
- Water vapor signature

Analýza směsí

- Nové algoritmy pro analýzu směsí **optimalizované** pro plyny
 - Adaptivní Atmosferická Korekce
 - Inteligentní škálování – velký dynamický rozsah
 - Kontinuální monitorování (**bez měření pozadí**)
- Další krok – Kvantitativní analýza směsí
- Výrazné zlepšení detekčních limitů při použití nových algoritmů pro adaptivní dynamickou korekci pozadí
- Pro většinu VOC v rozmezí od 1 do 10 ppm s celou 2 m

Kvantitativní analýza

- **5000 látek celkově**
 - > ~450 látek s chybou +/- 10%
 - > Quantitative library
 - TIC's (Hanst library)
 - > ~4450 látek s chybou +/- 20%
 - Data vypočtená na základě chemické struktury
 - VOC's
- Přesnost na úrovni PID při použití korekčních faktorů

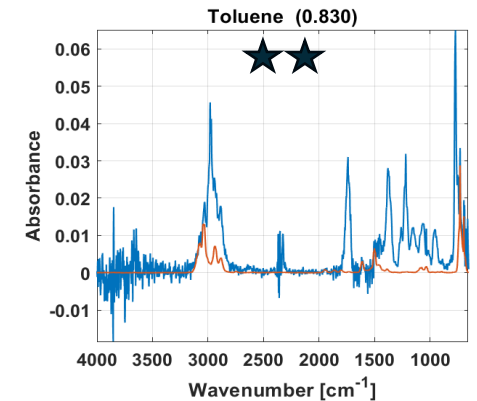
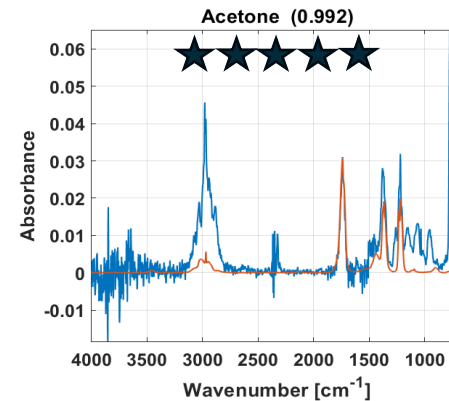
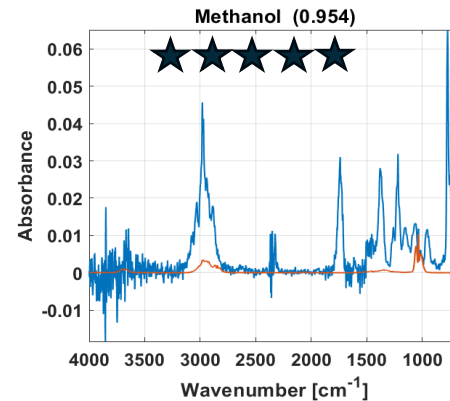
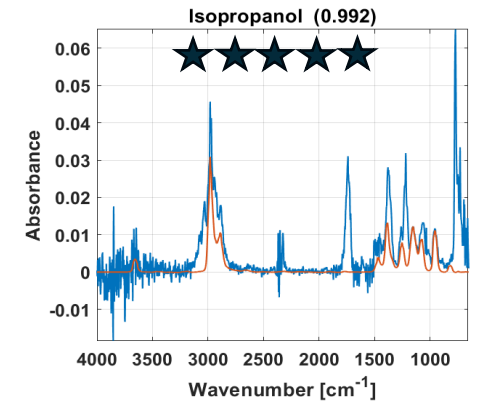
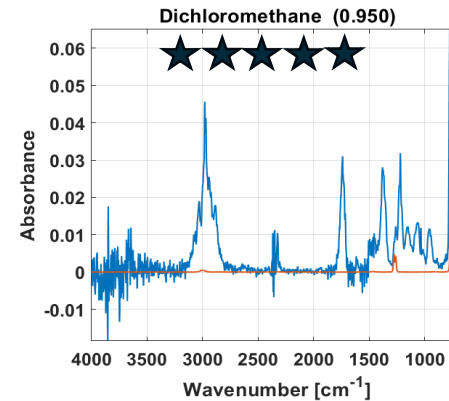
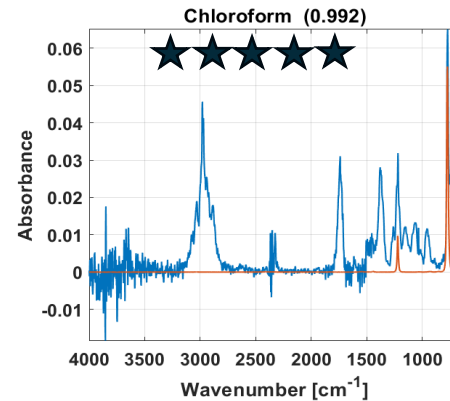
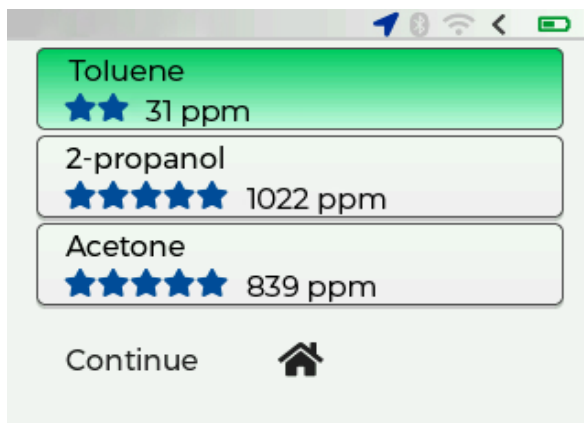


Analýza směsí současná identifikace a kvantifikace

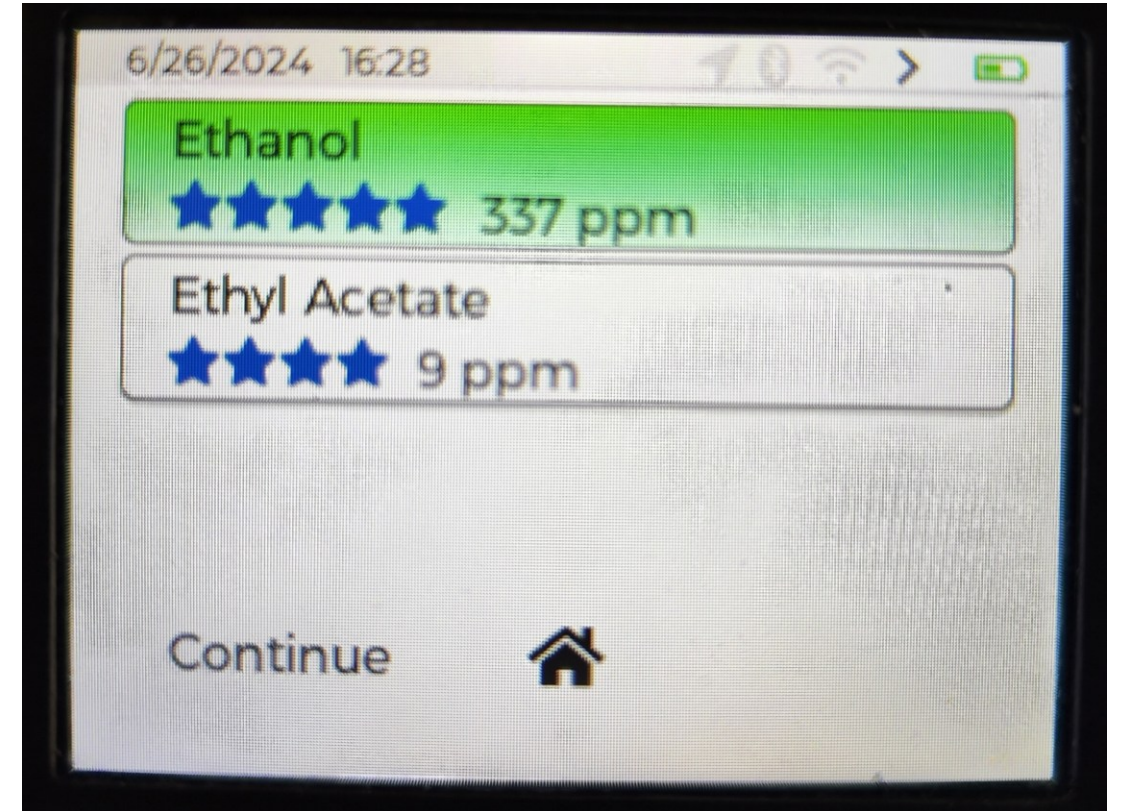
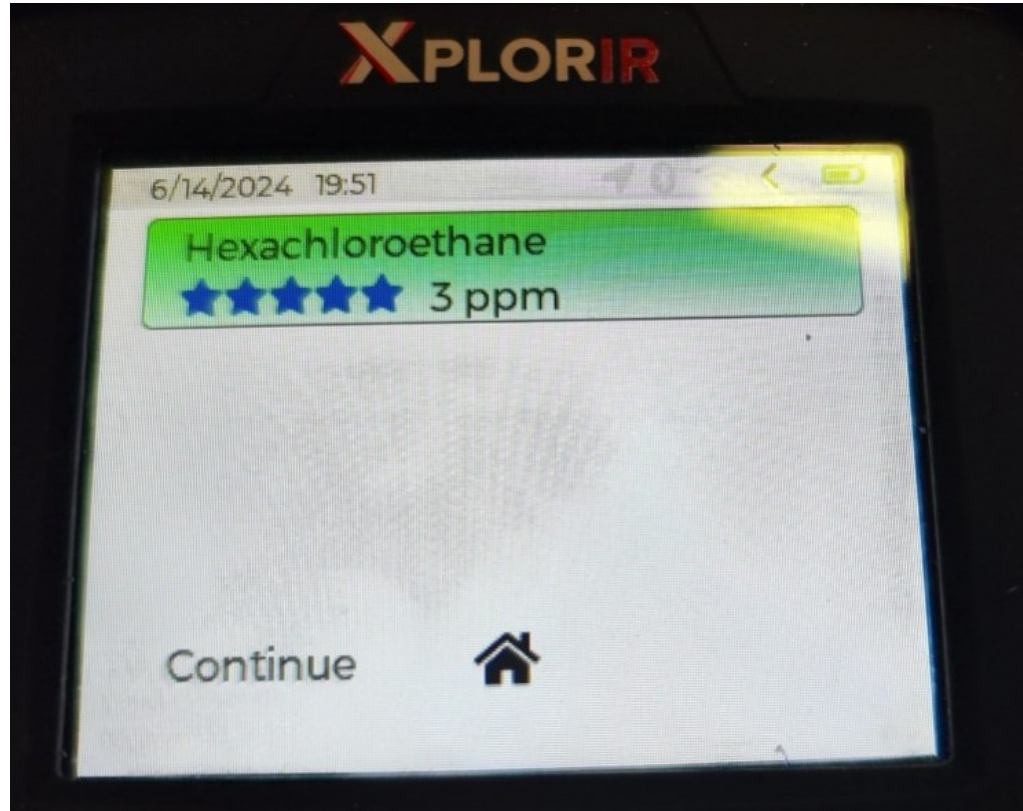
Kontaminovaný odstraňovač nátěrů

(Toluen je kontaminace)

- Toluene
- Methanol
- Isopropanol
- Acetone
- Methylene chloride
- Chloroform



XplorIR – Identification and Quantification



NovaTest P100 a P300 – mobilní kompaktní GC-PID přístroje s mikrofluidní technologií

Rychlá kvantitativní analýza VOC



Separace 18 VOC během 500 s



Detekční limity sub ppb!

GC with microfluidic PID detection

New tool for fast, sensitive and reliable detection of VOC in air

- 1. No extra sampling equipment is required.**
- 2. The P100 and P300 automatically samples the surrounding air using a built-in VOC trapping unit to minimize the risk of sample loss.**
- 3. Automatic sampling saves time and equipment costs.**

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100 Compact transportable Gas Chromatograph

NovaTest P300 Portable compact Gas Chromatograph with integrated PC



***Are portable solution
for Efficient VOCs Analysis!***



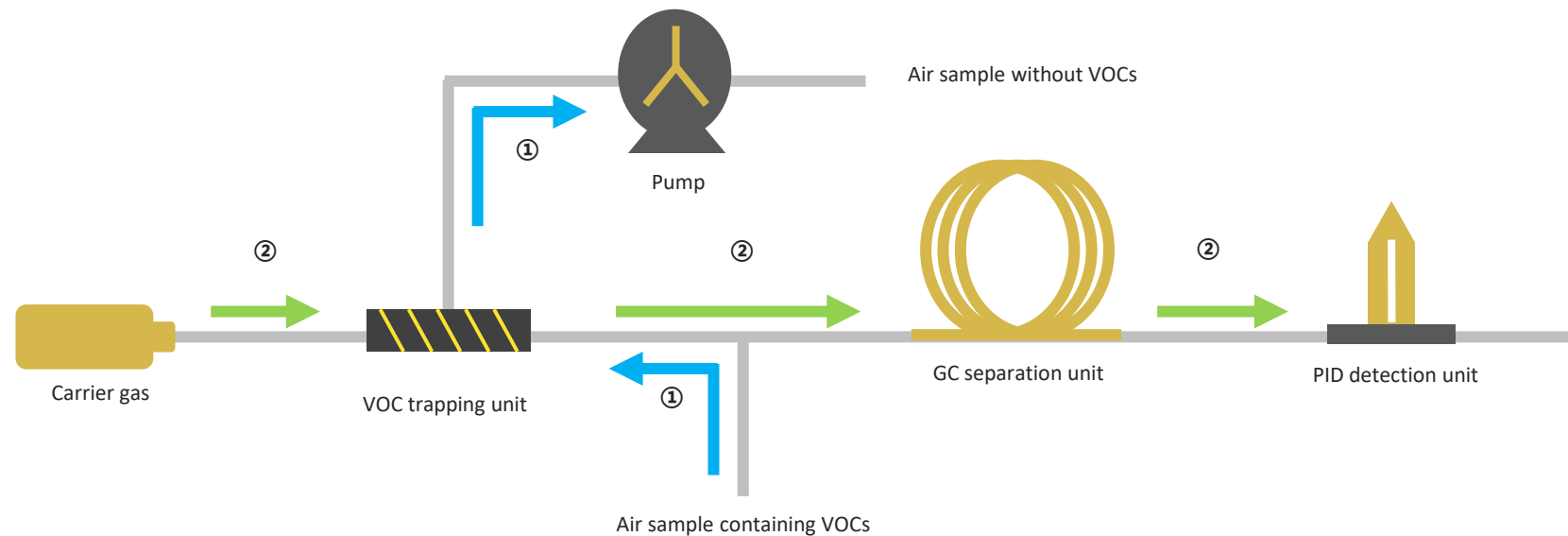
Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100 and P300 are compact gas chromatographs with:

- Patented **microfluidic technology** and utilized **micro PID** for **trace detection**
- Portability and **ease of use**
- Includes a series of **built in methods**-users can **run tests with minimum operations**

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100 and P300 Compact GC-PID Working Mechanism



①: The pump drives the air sample flow into the system. The VOCs are trapped by the VOC trapping unit.

②: The carrier gas elutes the VOCs from the heated trapping unit into the separation and detection unit.

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100 and P300: Features

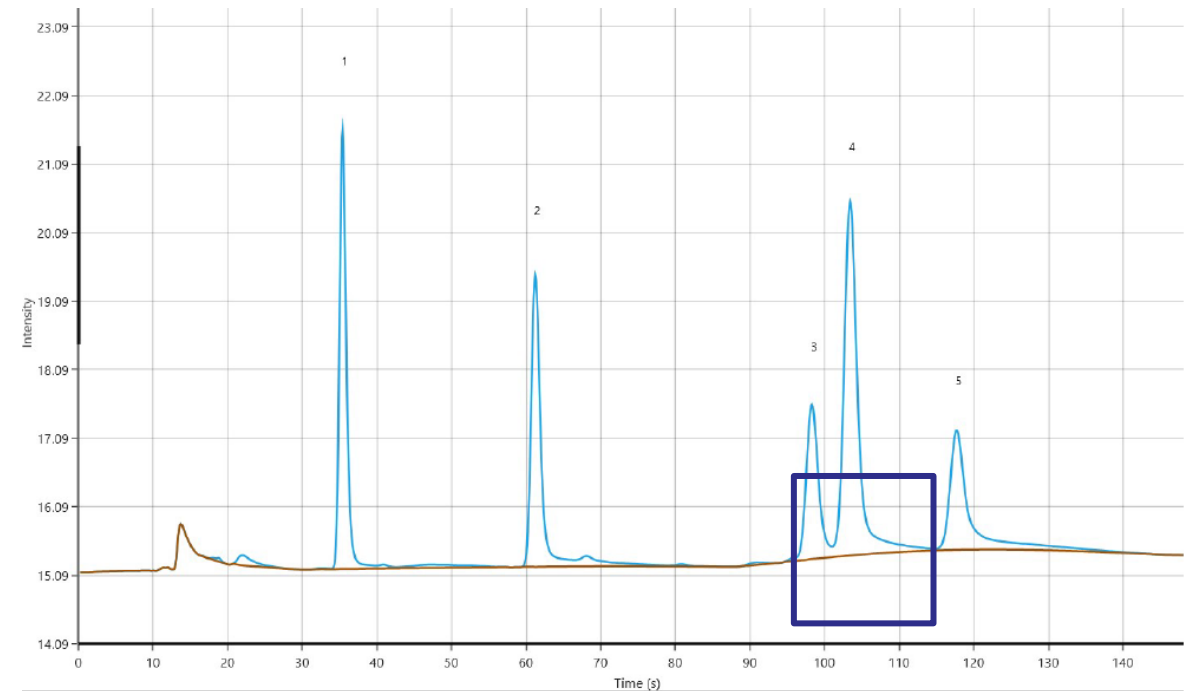
Rapid Separation

The **NovaTest P100/P300** is designed with **microfluidic concept and MEMS*** technology to ensure the accuracy and sensitivity, while uses shortened column to expedite the separation speed.

The analyzing time using the BTEX built-in **method typically for a sample with BTEX is less than 2.5 min.**

The **capillary column is 6 m by default.**

It is **good to reduce the analyzing time** when the samples are not complex, and a **short column is enough to separate the compound mixtures.**



Peak#	Compound	RT (s)	FWHM (s)	Height	Area	Concentration (ppb)
1	Benzene	35.28	1.00	6.42	7.01	20.4
2	Toluene	61.08	1.30	4.24	6.36	20.3
3	Ethylbenzene	98.18	1.70	2.25	4.31	20.4
4	m-Xylene & p-Xylene	103.28	1.90	5.17	11.45	41.0
5	o-Xylene	117.58	2.10	1.75	5.45	20.6

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100 and P300 Features – Trace concentrations

Outstanding Performance



GOOD RESOLUTION

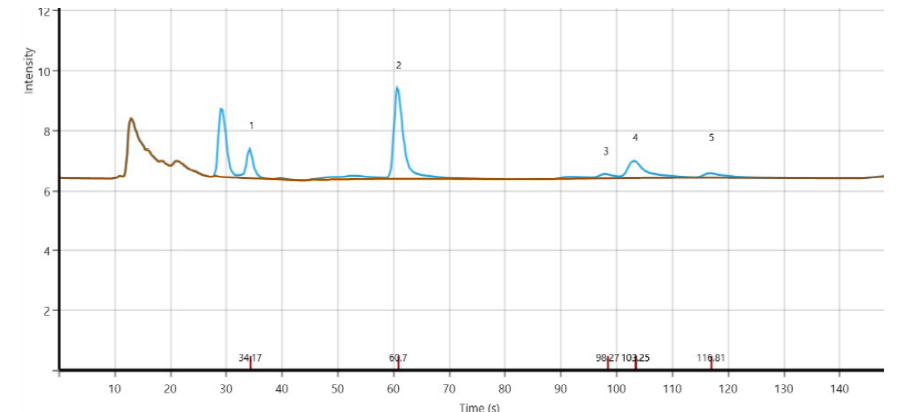
The NovaTest P100/P300 adopts microfluidic design and the patented NovaPID with MEMS technology. It has **nearly zero system dead volume**, giving sharp peaks regardless of sampling concentration and good peak shape with less tailing.



REPRODUCIBLE

Great reproducibility with RSD of retention time less than 1 % and RSD of peak area less than 25 % (under same testing environment), complying with most EPA recommended GC methods;

Programming Parameters		
Sampling Time (min): 10	Waiting Time (s): 30	Pressure (psi): 10
Lowest Temperature (°C): 50	Low Holding Time (min): 0	
Temp1 (°C): 80	Temp1 Hold Time (min): 0.5	Ramp Speed 1 (°C/min): 15
Temp2 (°C): 80	Temp2 Hold Time (min): 0	Ramp Speed 2 (°C/min): 30



Peak#	Compound	RT (s)	FWHM (s)	Height	Area	Concentration (ppb)
1	Benzene	34.03	1.34	0.96	1.32	0.9
2	Toluene	60.43	1.73	3.02	5.61	1.7
3	Ethylbenzene	97.58	3.07	0.14	0.39	0.1
4	M-xylene & P-xylene	102.86	2.88	0.57	2.00	0.3
5	O-xylene	116.50	3.94	0.15	0.62	0.1

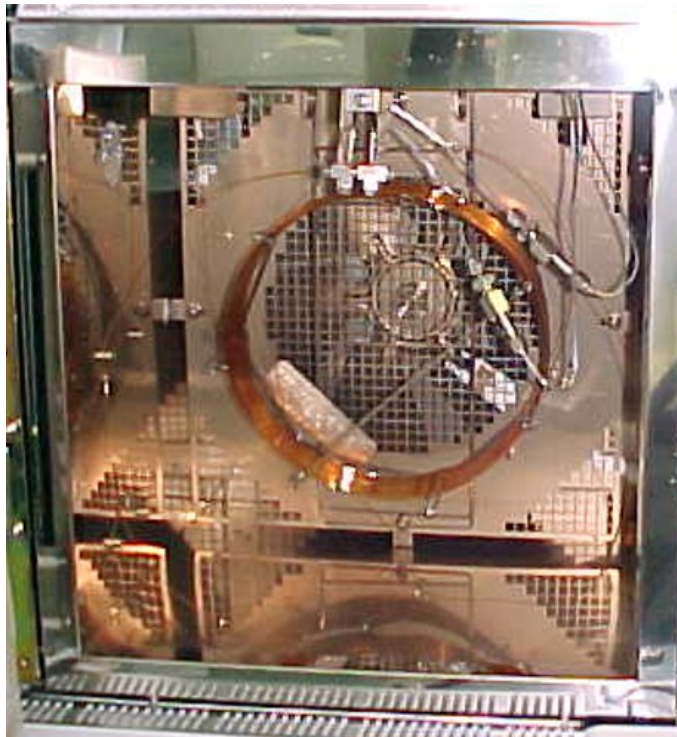
Result from a BTEX analysis in a sample vehicle using the NovaTest P100. Possible lighter/heavier compounds were not reported with the preset program of the software.

MEMS - Micro-electro-mechanical systems technology

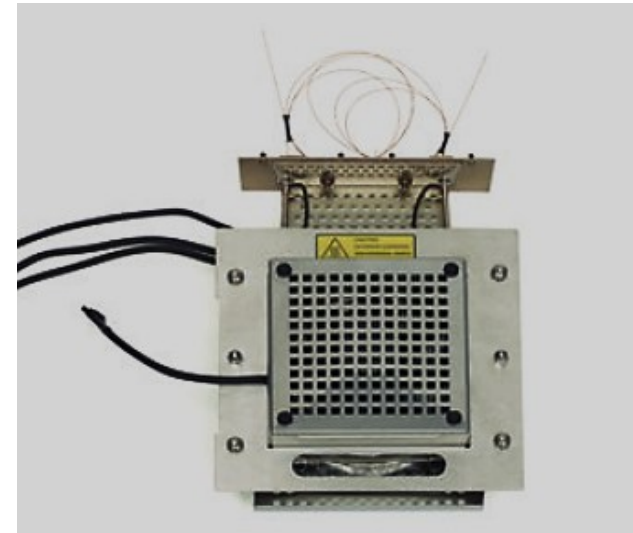
+

LTMGC Low Thermal Mass Gas Chromatography the base for Compact GC P100 and P300

**Classical GC oven with
capillary column**



**LTMGC Column Module
column + oven together**



P100/P300 MEMS BASED PID TECHNOLOGY

The highly sensitive NovaPID micro-fluidic detection system adopts advanced MEMS (micro-electro-mechanical systems) technology to achieve rapid response with low costs. The channel is micro-fabricated with a small ionization chamber volume and a virtually zero dead volume.

The chamber volume is only 1.3 μl where most of the photons are absorbed by molecules passing through the chamber, generating electrical signals. The gas flow rate can be as high as a few tens of mL per minute. Meanwhile, the flow-through design results in the virtually zero dead volume and yields very sharp and sensitive response.

MICRO-CHANNEL FLUIDIC PID A PATENTED MEMS BASED TECHNOLOGY

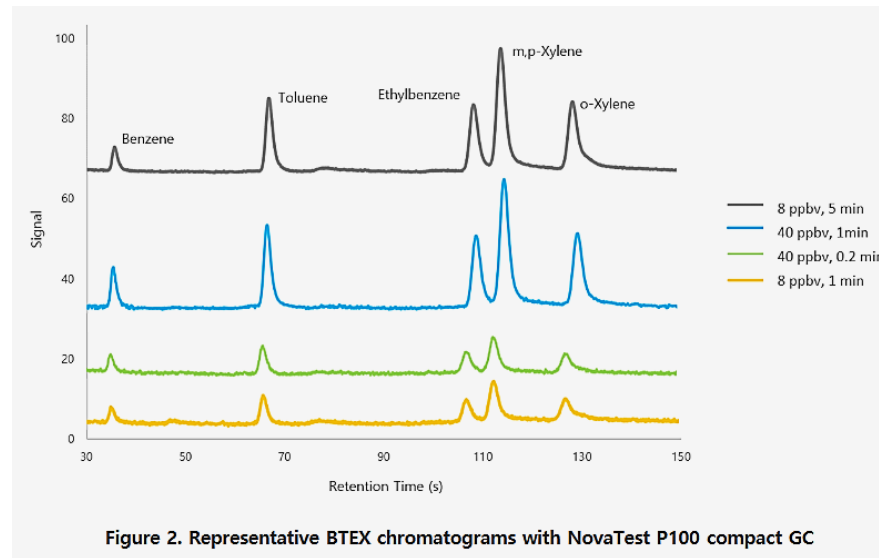
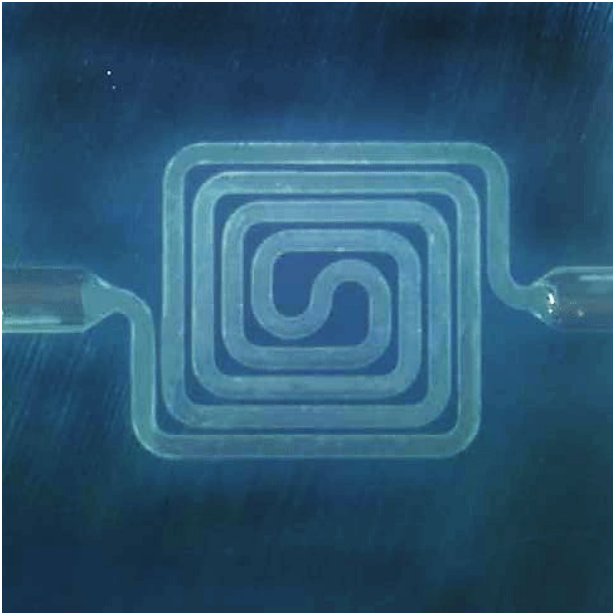


Figure 2. Representative BTEX chromatograms with NovaTest P100 compact GC

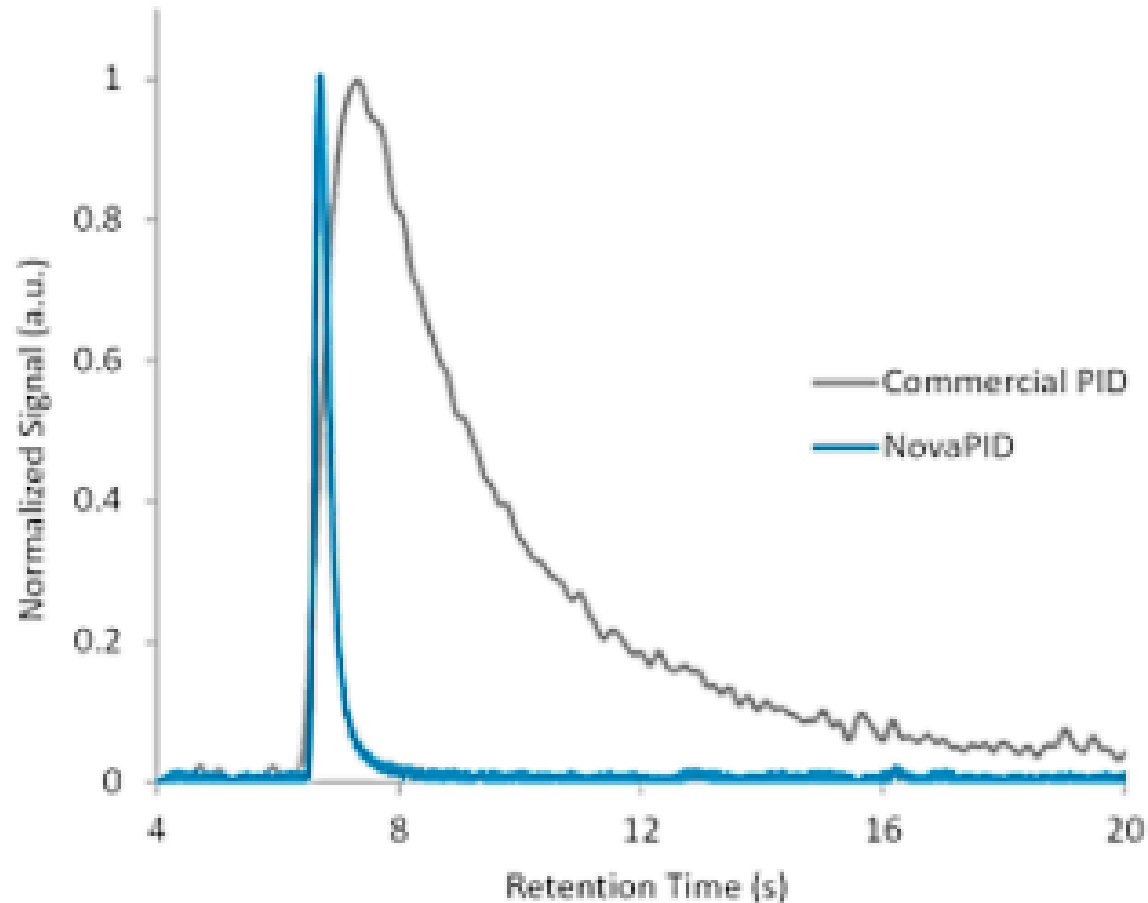
Figure shows the chromatograms of BTEX at concentrations of 8 and 40 ppbv. Different sampling times at each concentration were tested.

The BTEX samples were eluted within 3 min!

Excellent peak shapes were obtained for all the samples tested.

MICRO-CHANNEL FLUIDIC PID

A PATENTED MEMS BASED TECHNOLOGY PROVIDES
MORE ACCURACY AND BETTER RESOLUTION



Virtually zero dead volume – sharp signal peaks

Fully ionized – great linearity

Lower detection limit – several pg

Dynamic range – 4.5 to 5 magnitudes

Light source – 10.6eV

Power consumption – 100mV

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P100



NovaTest P100 is a compact gas chromatography (GC) system with photo-ionization detector (PID) developed based on the microfluidic concept.

NovaTest P100 weighs 7 kg

Efficient VOCs Analysis Solution

NovaTest P300



NovaTest P300 **weighs 15 kg** and is the size of carry-on luggage.”.

All hardware needed for GC analysis is integrated within the P300.

The P300 uses a **built-in computer** and mini carrier gas cylinders and requires no additional equipment.

The P300 is the only thing a user needs to conduct tests from field to field.

Efficient VOCs Analysis Solution

Air Quality Application **19 compounds separated within 500 seconds!**

No.	Compound	% RSD N=5	No.	Compound	% RSD N=5
1	1,1-Dichloroethene	21.80	11	Ethylbenzene	1.48
2	cis-1,2-Dichloroethene	26.96	12	m,p-Xylene	1.46
3	Benzene	10.19	13	o-Xylene	1.39
4	Trichloroethylene	7.84	14	Styrene	1.58
5	cis-1,3-Dichloropropene	4.75	15	1,3,5-Trimethylbenzene	1.36
6	Toluene	1.46	16	1,2,4-Trimethylbenzene	0.83
7	trans-1,3-Dichloropropene	1.85	17	1,3-Dichlorobenzene	0.81
8	Tetrachloroethylene	4.69	18	1,4-Dichlorobenzene	1.25
9	1,2-Dibromoethane	2.85	19	1,2-Dichlorobenzene	18.38
10	Chlorobenzene	0.64			

