



Nové trendy v rychlé terénní analýze VOC a plynných 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)

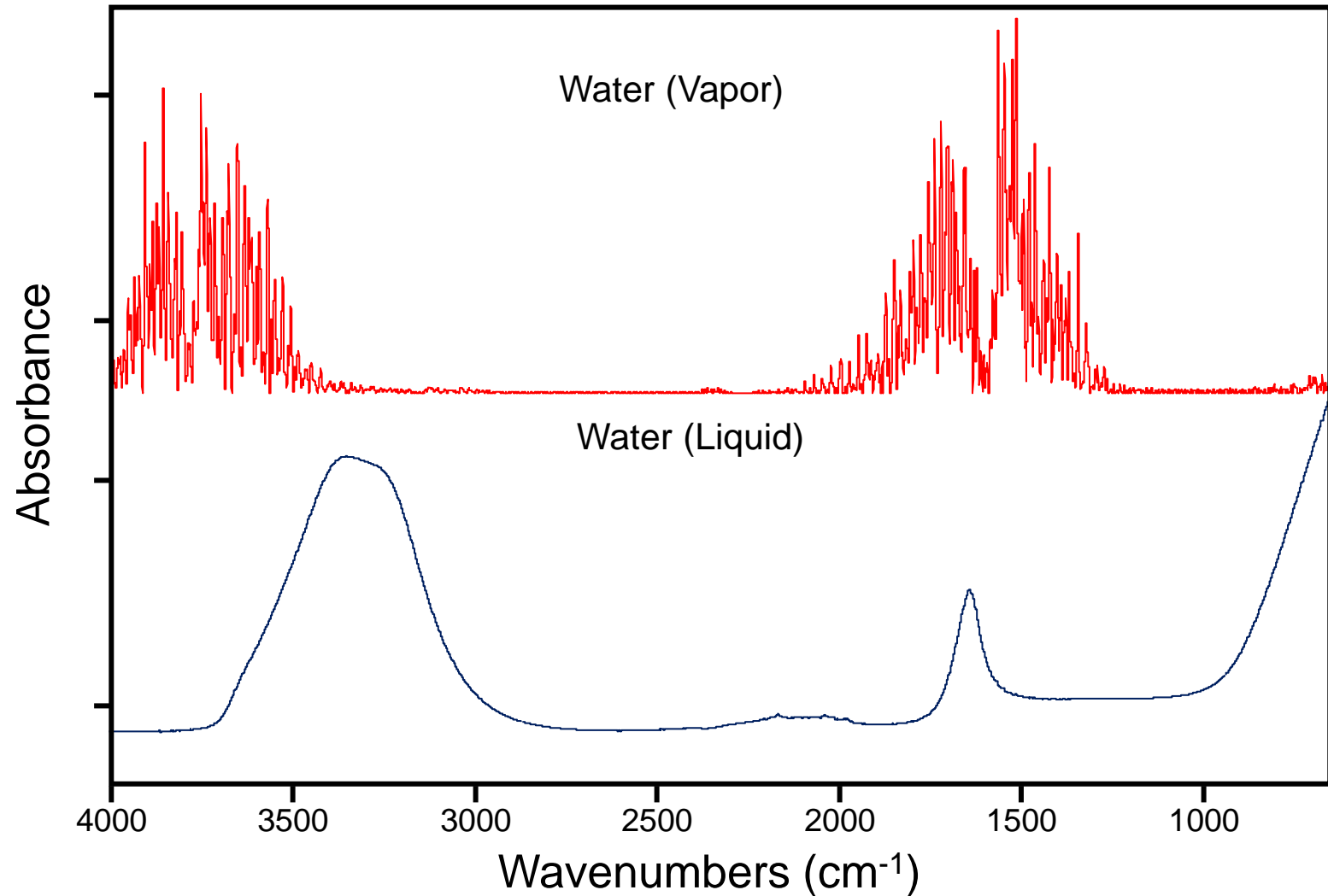
VOCs IR Infračervená spektrometrie

- 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.



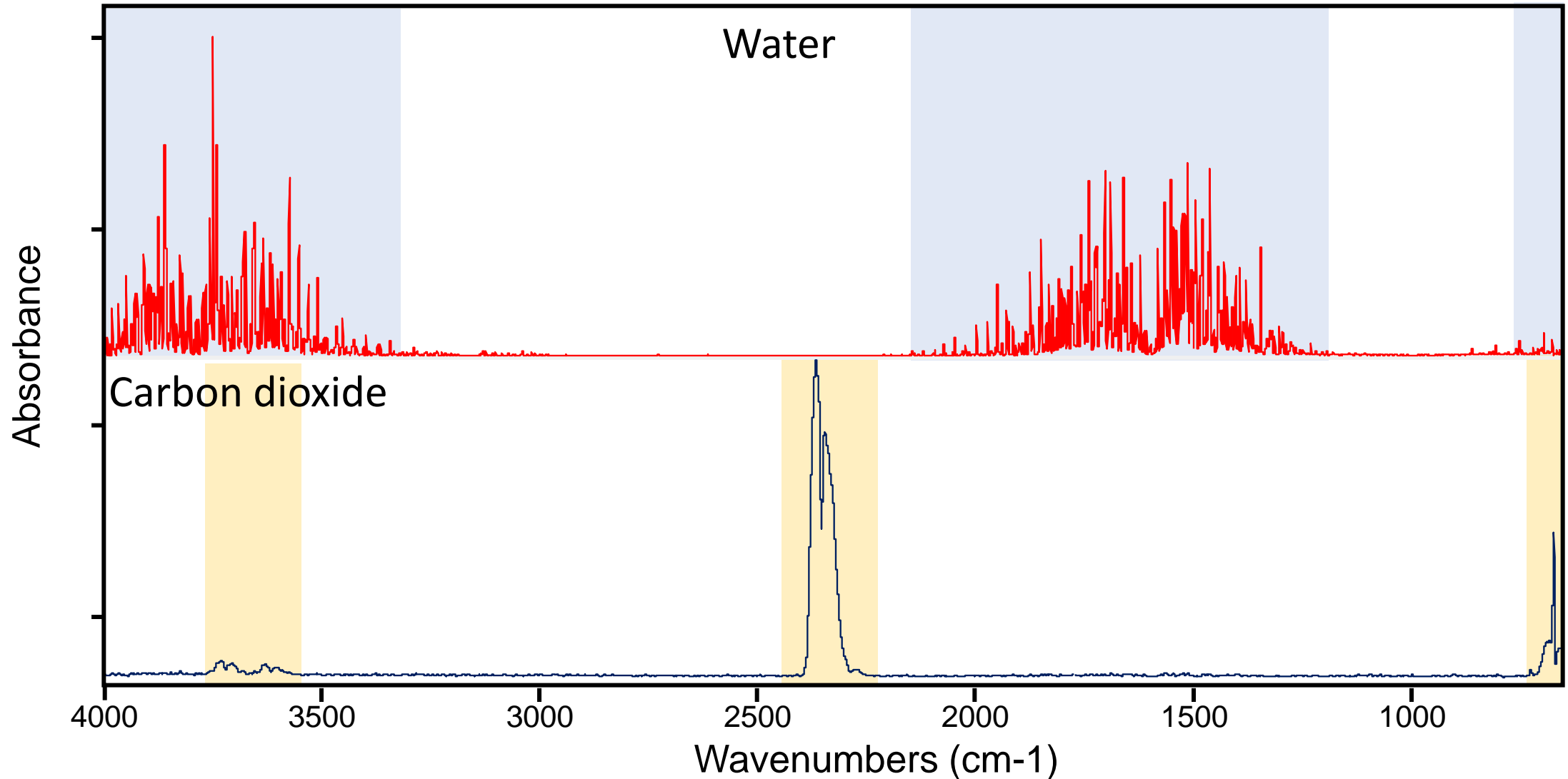
FT-IR spektrometrie plynů a par

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



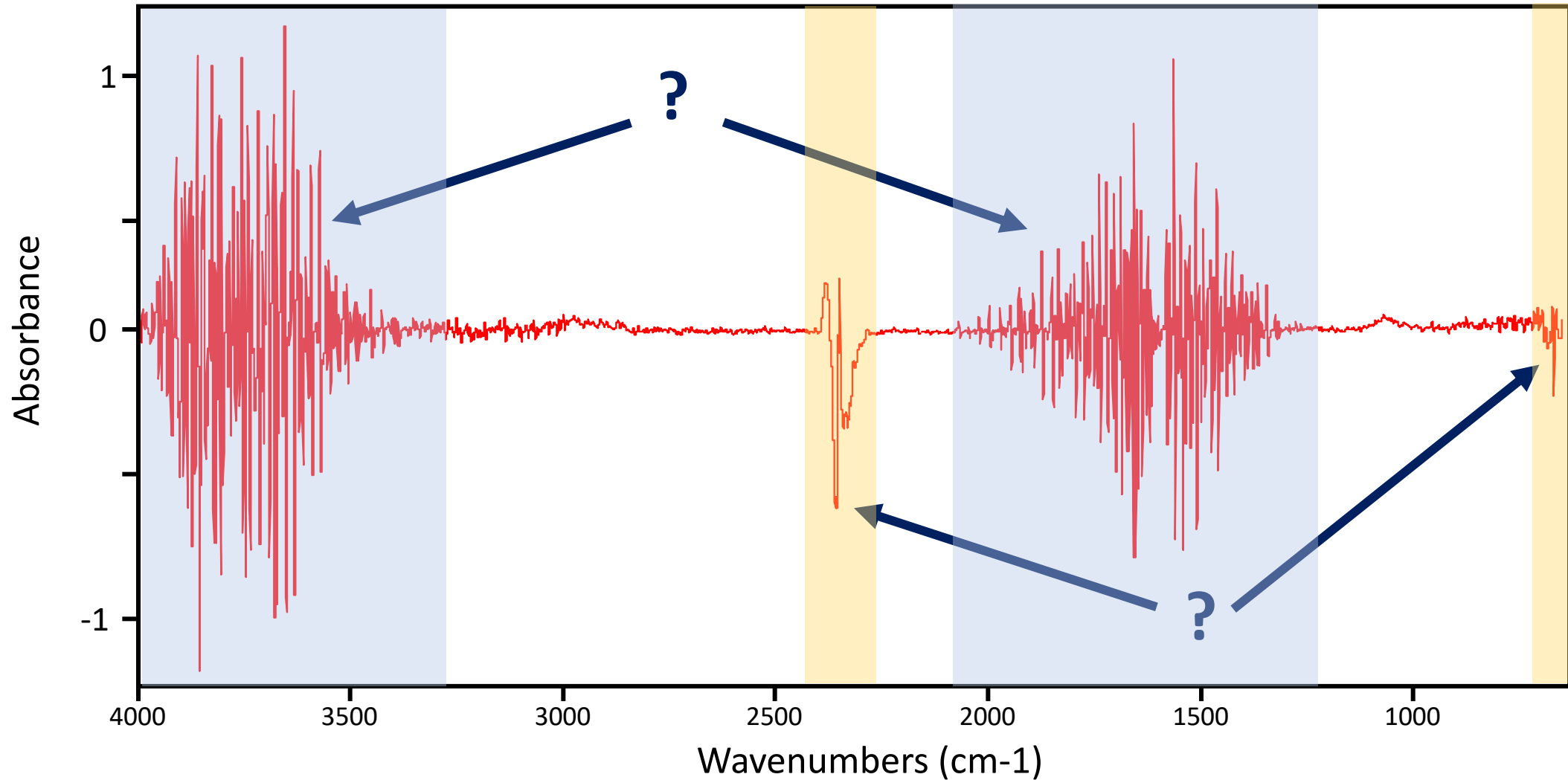
FT-IR monitorování plynné fáze – jedna komplikace

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



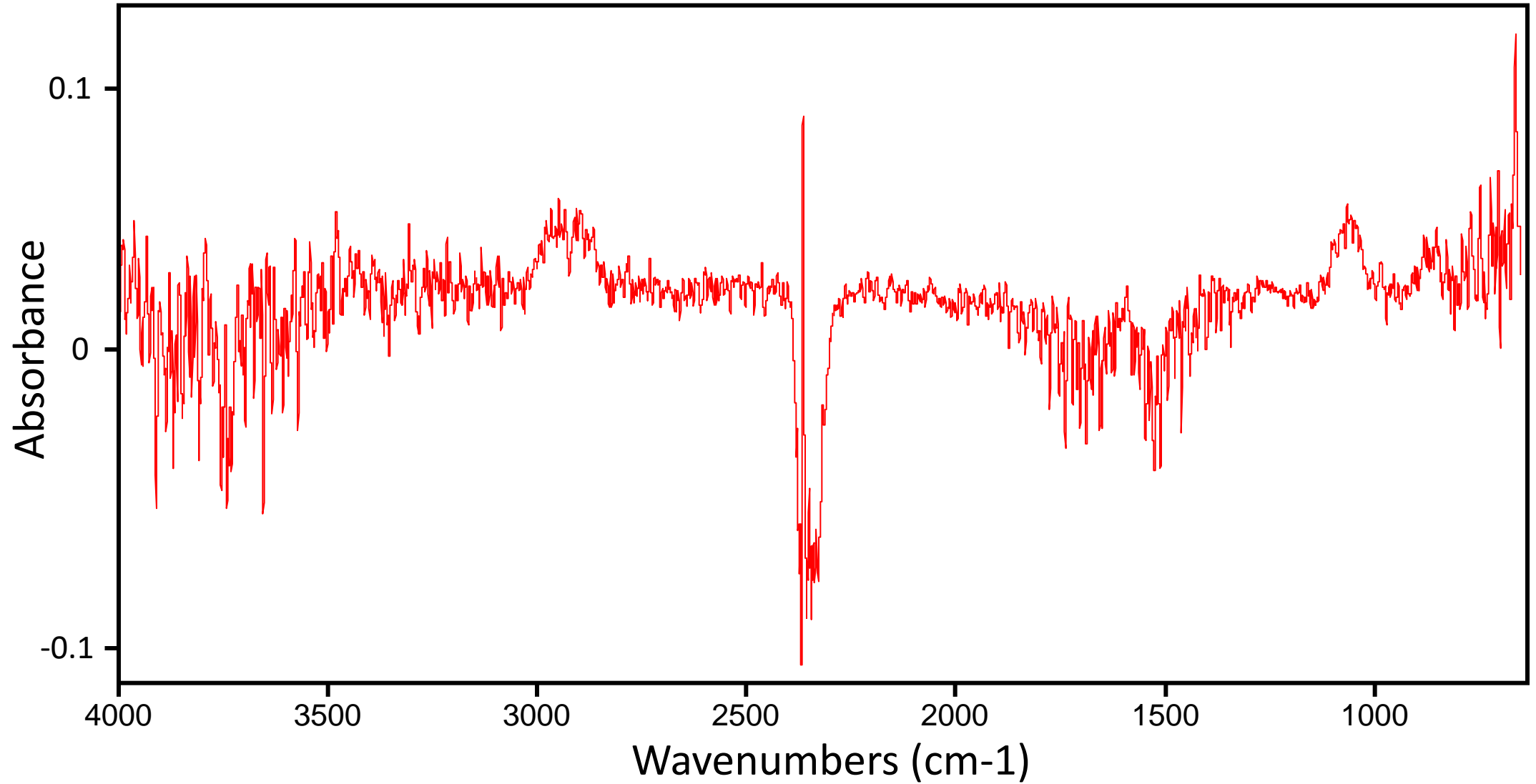
FT-IR monitorování plynné fáze – jedna komplikace

CO₂/H₂O – tradiční substrakce pozadí – dynamicky se mění



FT-IR monitorování plynné fáze

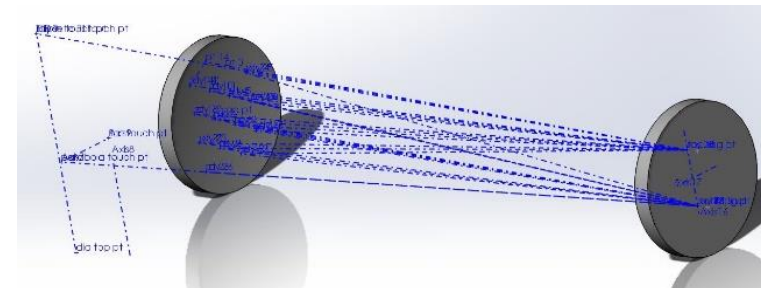
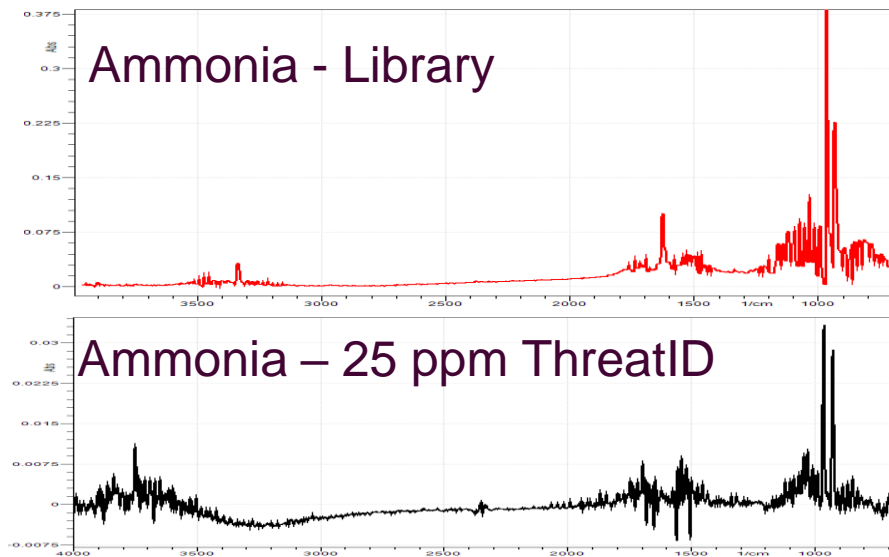
- Co je toto za látku?



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**

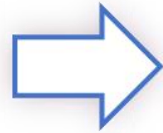
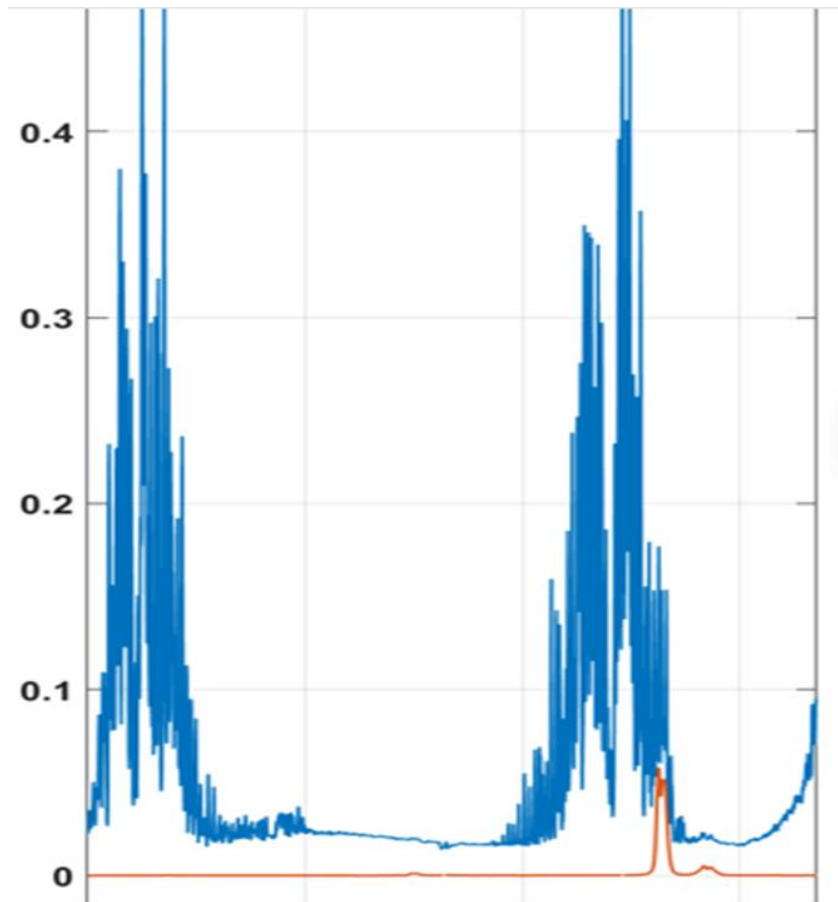
ATR, Plynová cela – pevné vzorky, kapaliny a **PLYNY**



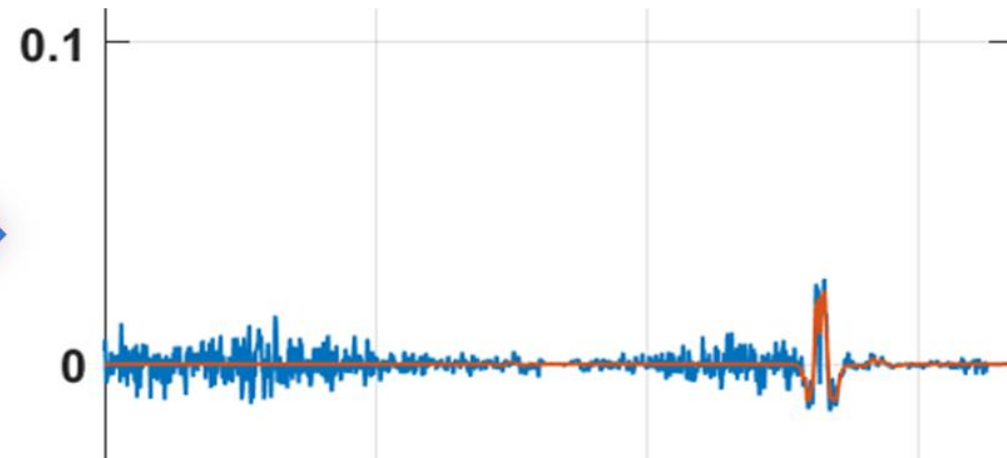
XPLORIR



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

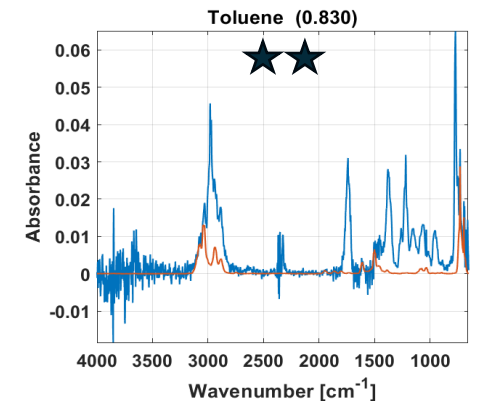
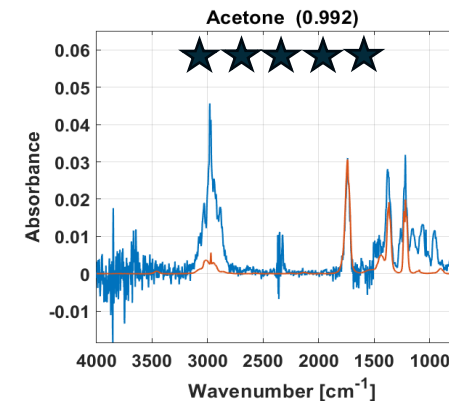
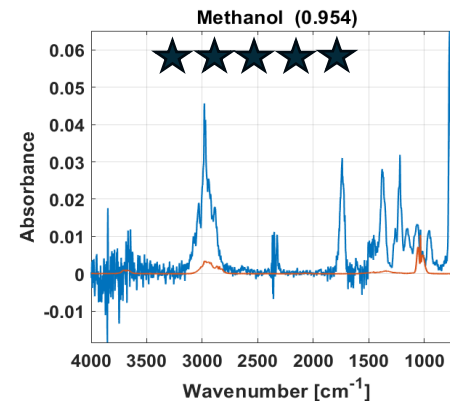
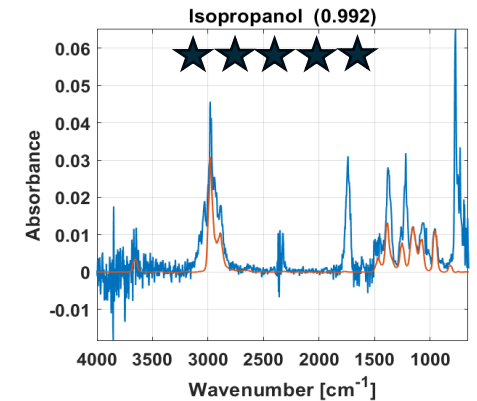
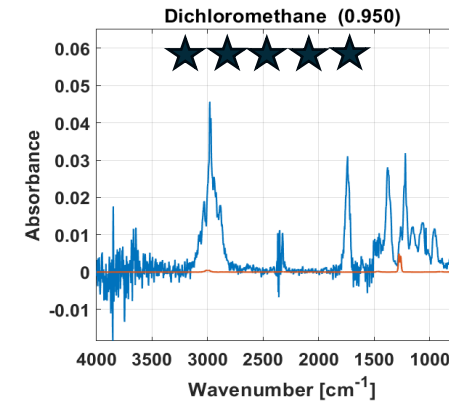
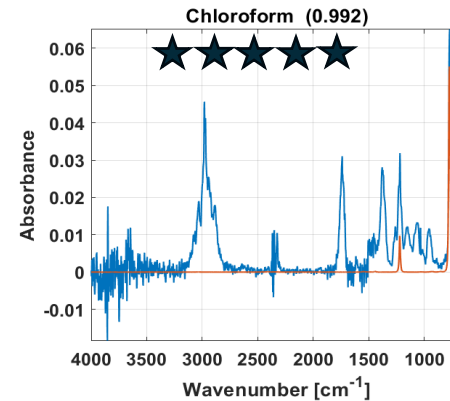
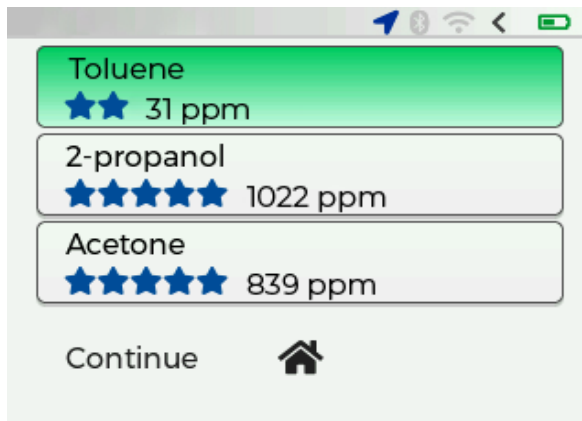


Analýza směsí současná identifikace a kvantifikace

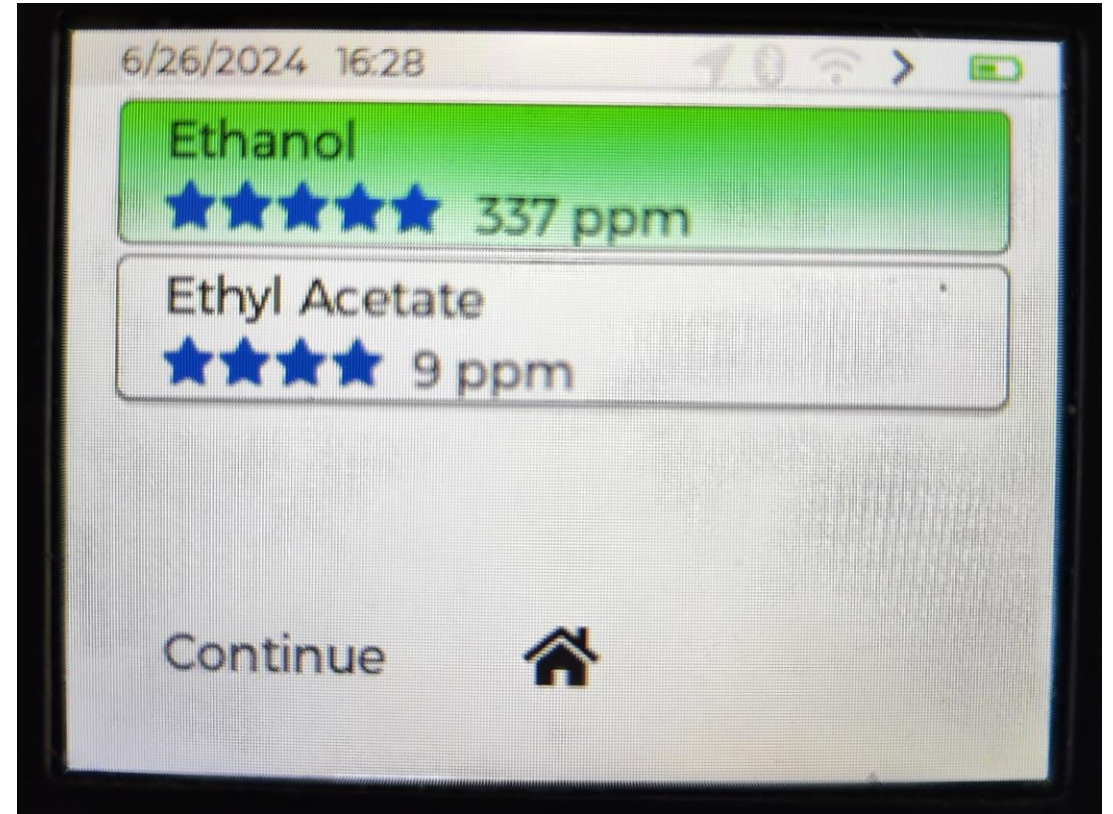
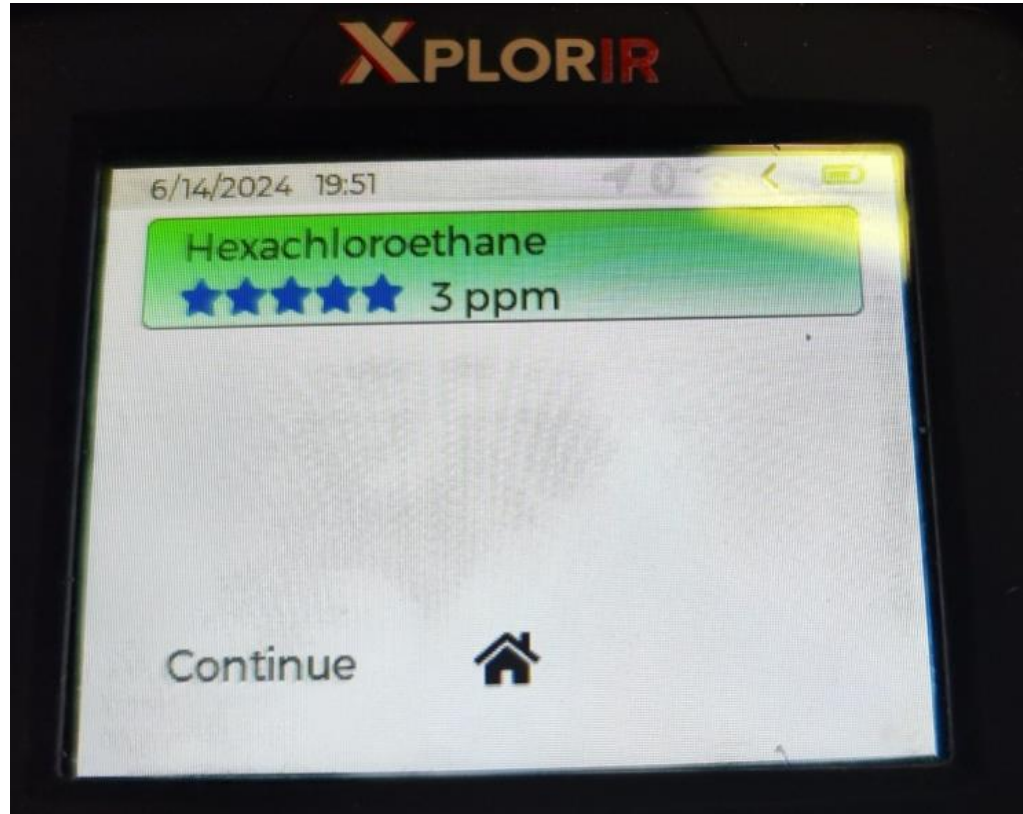
Kontaminovaný odstraňovač nátěrů

(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!***



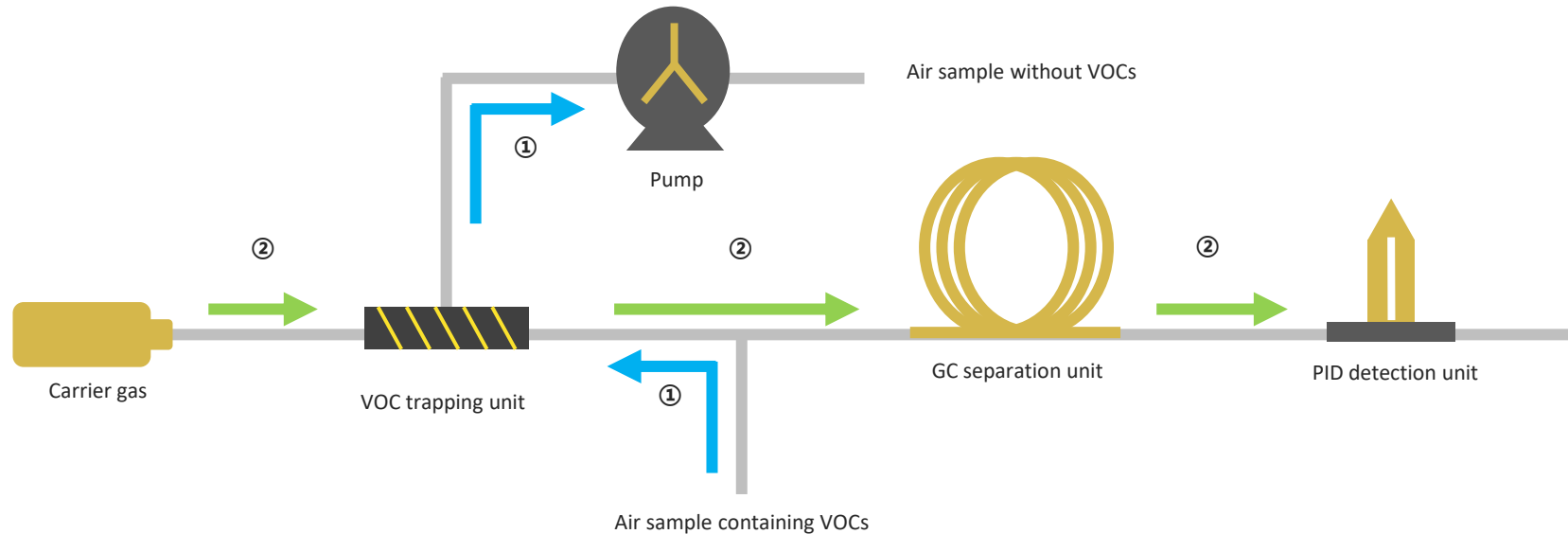
Efficient VOCs Analysis Solution

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

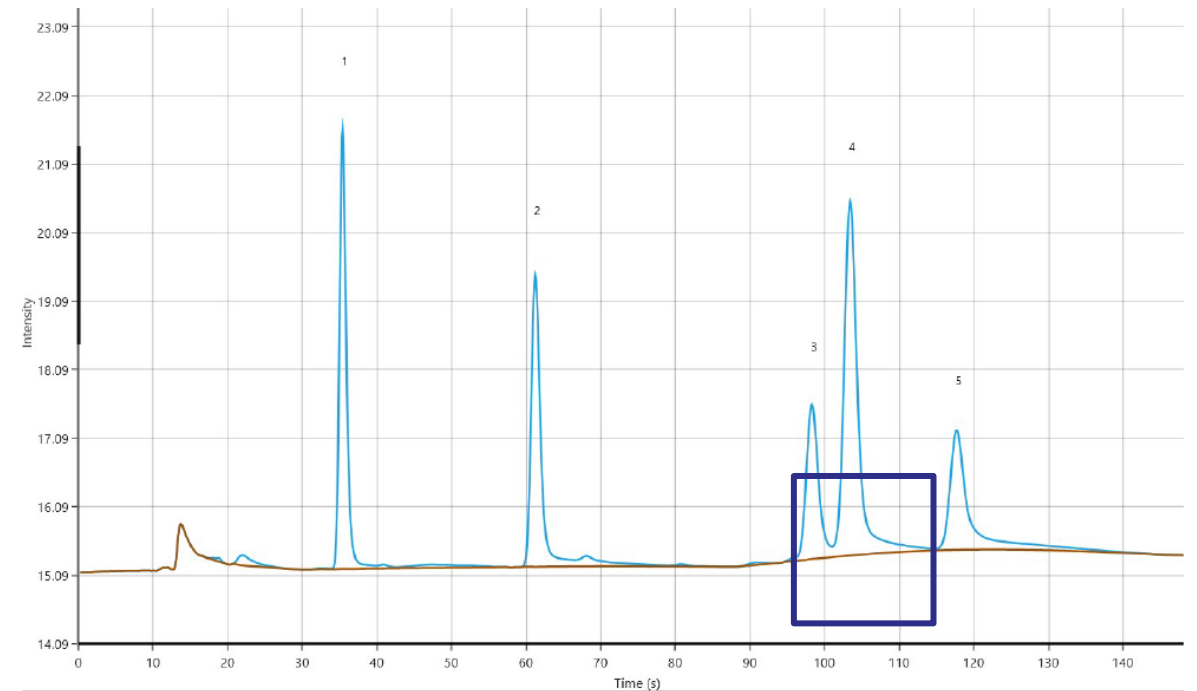
Rapid Separation

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

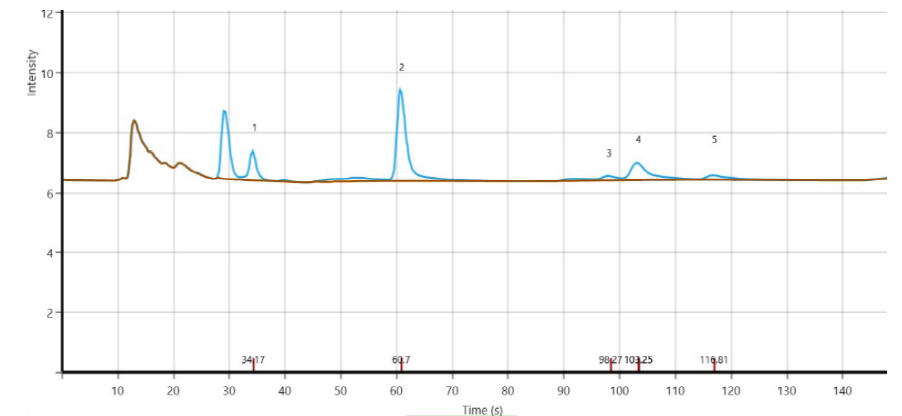
The NovaTest P100/P300 adopts microfluidic design and the patented NovaPID with MEMS technology. It has **nearly zero system dead volume**, giving sharp peaks regardless of sampling concentration and good peak shape with less tailing.



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

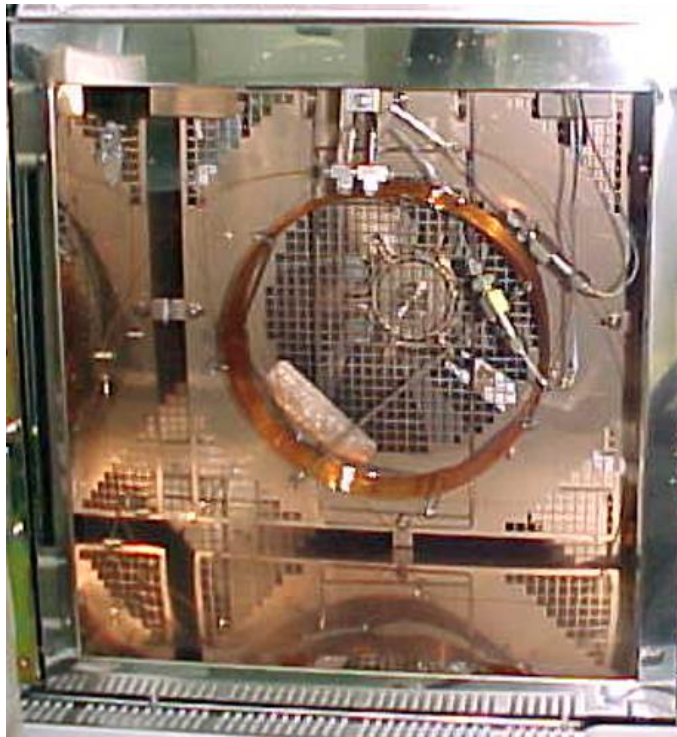
Result from a BTEX analysis in a sample vehicle using the NovaTest P100. Possible lighter/heavier compounds were not reported with the preset program of the software.

MEMS - Micro-electro-mechanical systems technology

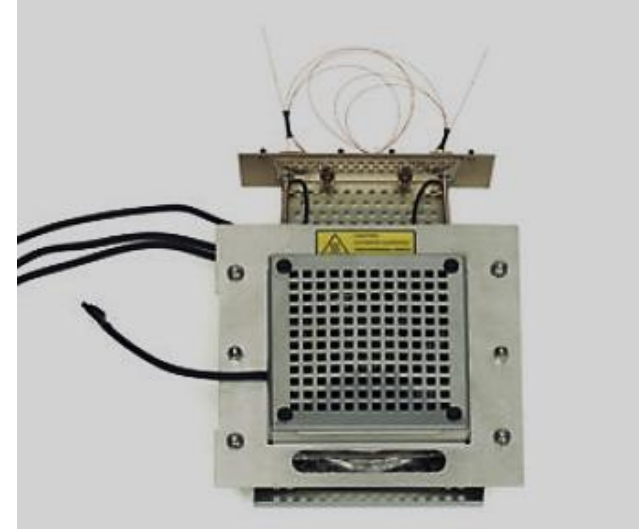
+

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 μ l** 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

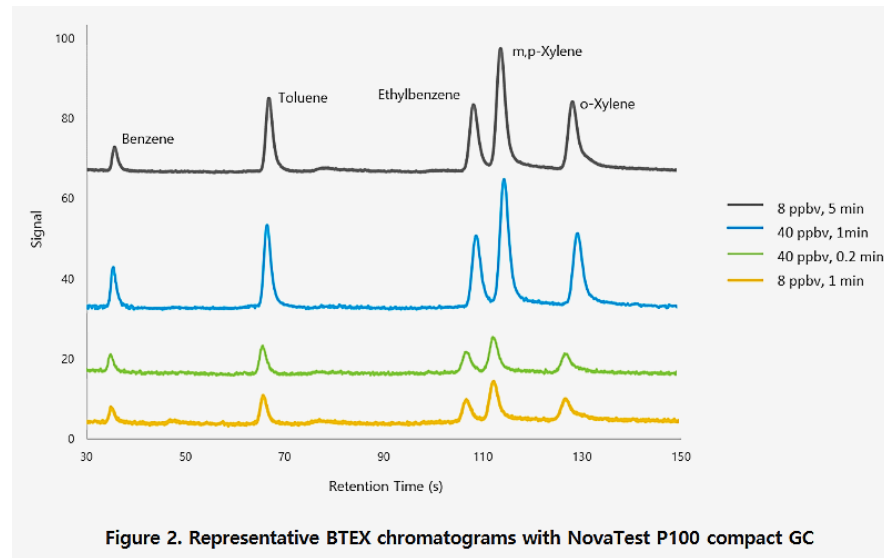
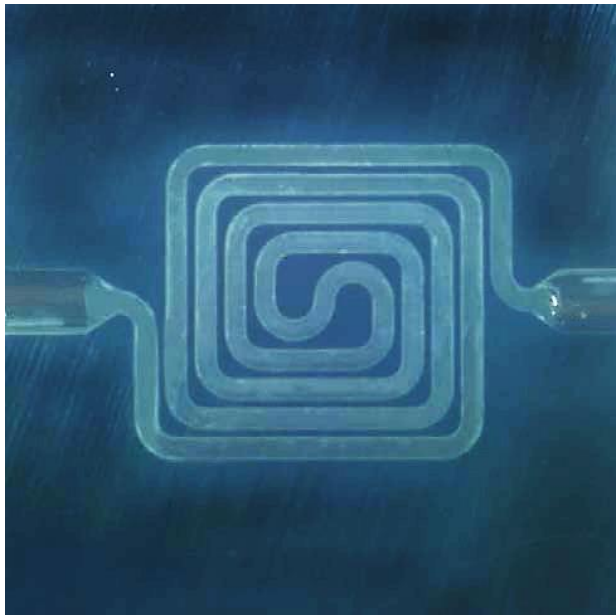


Figure 2. Representative BTEX chromatograms with NovaTest P100 compact GC

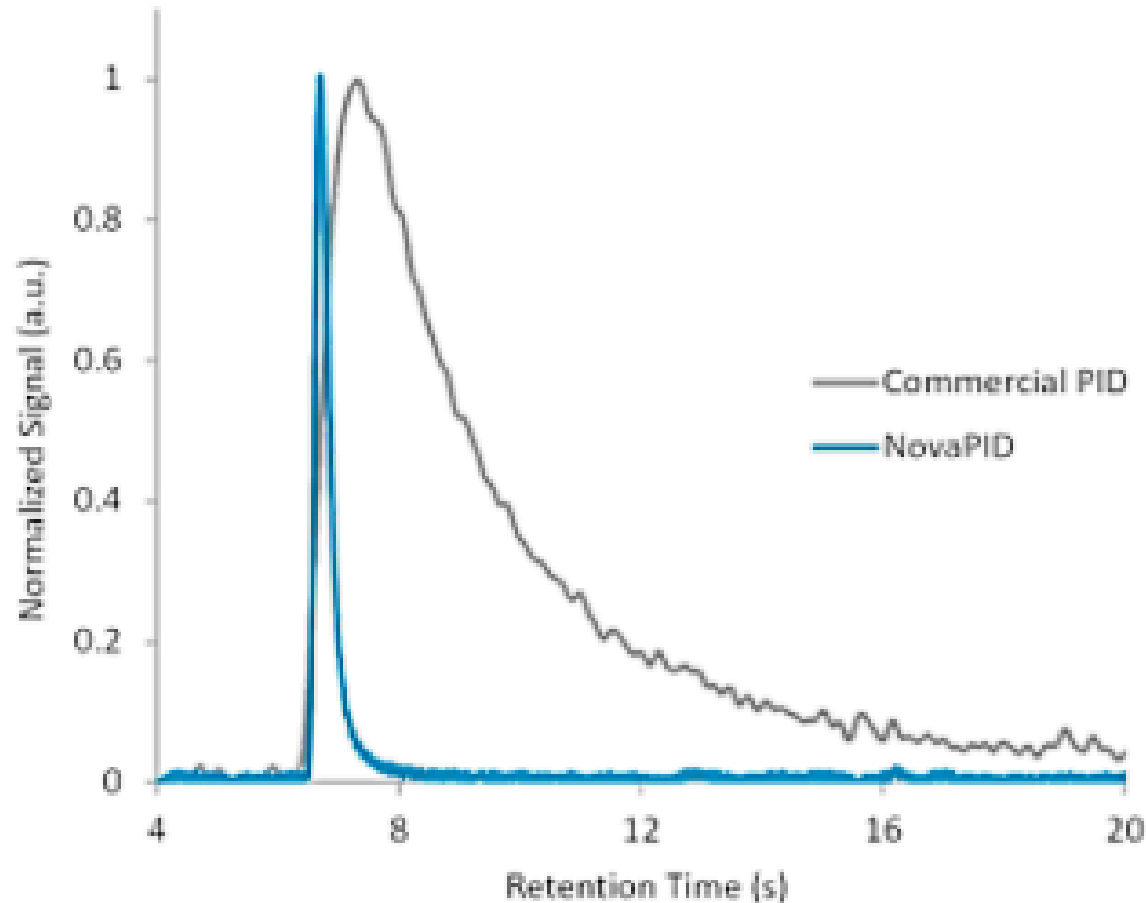
Figure shows the chromatograms of BTEX at concentrations of 8 and 40 ppbv. Different sampling times at each concentration were tested.

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			

