



UNIUNEA EUROPEANĂ



GUVERNUL ROMÂNIEI



Instrumente Structurale
2007-2013

Programul Operational Sectorial
"Creșterea Competitivității Economice"
co-finantat prin
Fondul European de Dezvoltare Regionala
"Investiții pentru viitorul dumneavoastră"

**INFRASTRUCTURA MULTISITE PENTRU
CREȘTEREA CAPACITĂȚII DE CERCETARE ȘI INOVARE
ÎN DOMENIUL OPTOELECTRONICII ȘI INSTRUMENTAȚIEI
ANALITIC**

INOVA-OPTIMA



Sistem triple quadrupole GC-MS/MS

Dr. Mirela Miclean

INCDO-INOE2000, Filiala ICIA Cluj-Napoca



Date de identificare proiect

- PROGRAMUL OPERAȚIONAL SECTORIAL “CREȘTEREA COMPETITIVITĂȚII ECONOMICE”, POSCCE Axa II
- Operațiunea: O2.2.1-2013
- ID nr.1887
- Cod SMIS-CSNR: 49164
- Perioada de derulare: 2014-2015



Sistem triple quadrupole GC-MS/MS



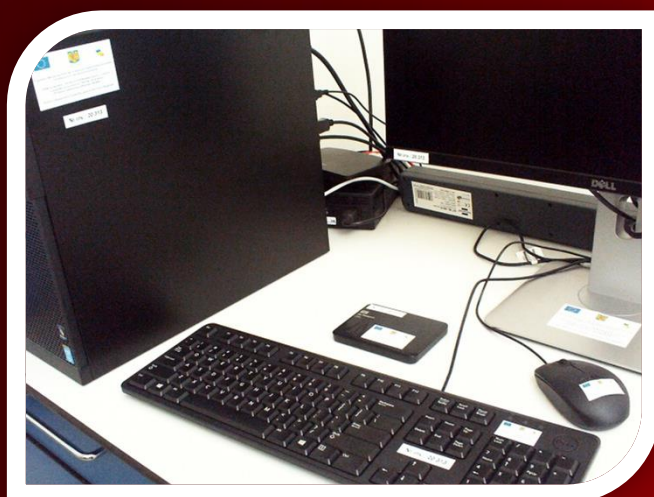
**Cromatograf de gaze complet
automatizat GC TRACE™ 1310
Thermo Scientific™**



**Spectrometru de masă triplu
cuadrupol TSQ 8000 Evo
GC-MS/MS Thermo Scientific™**



**Sistem automat de injecție a probelor
Thermo Scientific™ TriPlus™ RSH**



**Computer cu soft specializat
(Xcalibur™ și TargetQuan3) și
bibliotecă de spectre NIST**



**Modul de extracție automată
Thermo Scientific™ Dionex™
ASE™ 350**



**Modul de purificare automată
LCTech DEXTech™**



Sistem GC TRACE™ 1310 cuplat cu spectrometru de masă triplu cuadрупол TSQ 8000 Evo GC-MS/MS Thermo Scientific™, cu autosampler Thermo Scientific™ TriPlus™ RSH și coloană capilară Thermo Scientific™ TraceGOLD TG-5SilMS 60 m × 0.25 mm I.D. × 0.25 μm film (dotare ICIA)

Tabel 1. Condiții instrumentale pentru GC și injector

Injector PTV	
Volum de injecție (μL)	2
Liner	SSL Single taper
Inlet (°C)	260
Debit de vent	20 ml/min
Rată de transfer	13,3 °C/min
Mod Inlet	Splitless
Program de temperatura pentru cuptorul GC TRACE 1310	
Coloană capilară GC	TraceGold TG-5SilMS, 60 m x 0,25 mm x 0,25 um
Temperatură inițială	120 °C
Rata 1	17 °C/min la 250 °C
Rata 2	2.5 °C/min la 285 °C
Temperatură finală	285 °C pentru 13 min

Tabel 2. Condiții instrumentale pentru MS

Parametri	
Temperatură sursă	250°C
Tip ionizare	El
Energie electronir	40 eV
Curent de emisie	50 μA
Presiune gaz Q2 (Argon)	1,5 mTorr
Energie de coliziune	22 eV
Temperatură inițială	120 °C
Lărgime pic Q1	0,7 Da
Lărgime pic Q3	0,7 Da

Exemple de soluții pentru standardele de calibrare pentru metoda EN1948

NATIVE PCDDs & PCDFs	1948CS1 (pg/μl)	1948CS2 (pg/μl)
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin	0.2	0.8
1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzo-p-dioxin	0.4	1.6
1,2,3,4,7,8-Hexachlorodibenzo-p-dioxin	0.4	1.6
1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzo-p-dioxin	0.4	1.6
1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzo-p-dioxin	0.4	1.6
1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzo-p-dioxin	0.8	3.2
Octachlorodibenzo-p-dioxin	0.8	3.2
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzofuran	0.2	0.8
1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzofuran	0.4	1.6
2,3,4,7,8-Pentachlorodibenzofuran	0.4	1.6
1,2,3,4,7,8-Hexachlorodibenzofuran	0.4	1.6
1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzofuran	0.4	1.6
1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzofuran	0.4	1.6
2,3,4,6,7,8-Hexachlorodibenzofuran	0.4	1.6
1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzofuran	0.8	3.2
1,2,3,4,7,8,9-Heptachlorodibenzofuran	0.8	3.2
Octachlorodibenzofuran	0.8	3.2

SAMPLING STANDARDS		
1,2,3,7,8-Pentachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,7,8,9-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,4,7,8,9-Heptachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	32	32

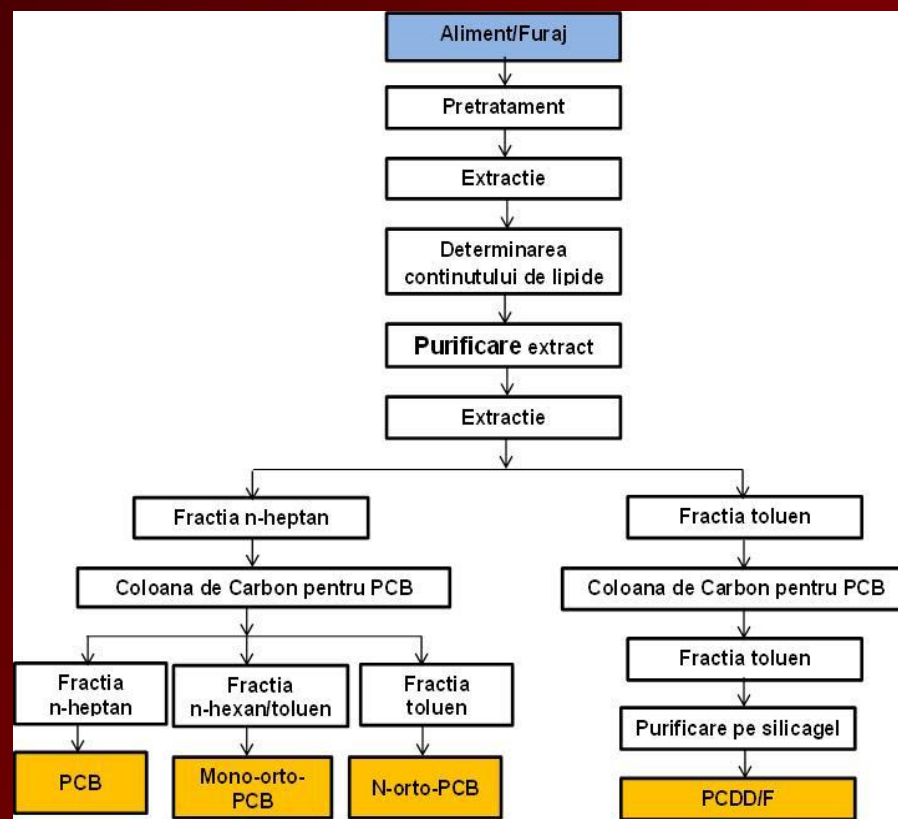
EXTRACTION STANDARDS		
2,3,7,8-Tetrachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16
2,3,7,8-Tetrachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,7,8-Pentachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16
2,3,4,7,8-Pentachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,4,7,8-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16
1,2,3,6,7,8-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16
1,2,3,4,7,8-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,6,7,8-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
2,3,4,6,7,8-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	16	16
1,2,3,4,6,7,8-Heptachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	32	32
1,2,3,4,6,7,8-Heptachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	32	32
Octachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	32	32
Octachloro[¹³ C ₁₂]dibenzofuran	32	32

SYRINGE STANDARDS		
1,2,3,4-Tetrachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16
1,2,3,7,8,9-Hexachloro[¹³ C ₁₂]dibenzo-p-dioxin	16	16

Extracția și purificarea probei de aliment/furaj pentru determinarea PCDD/F și PCB



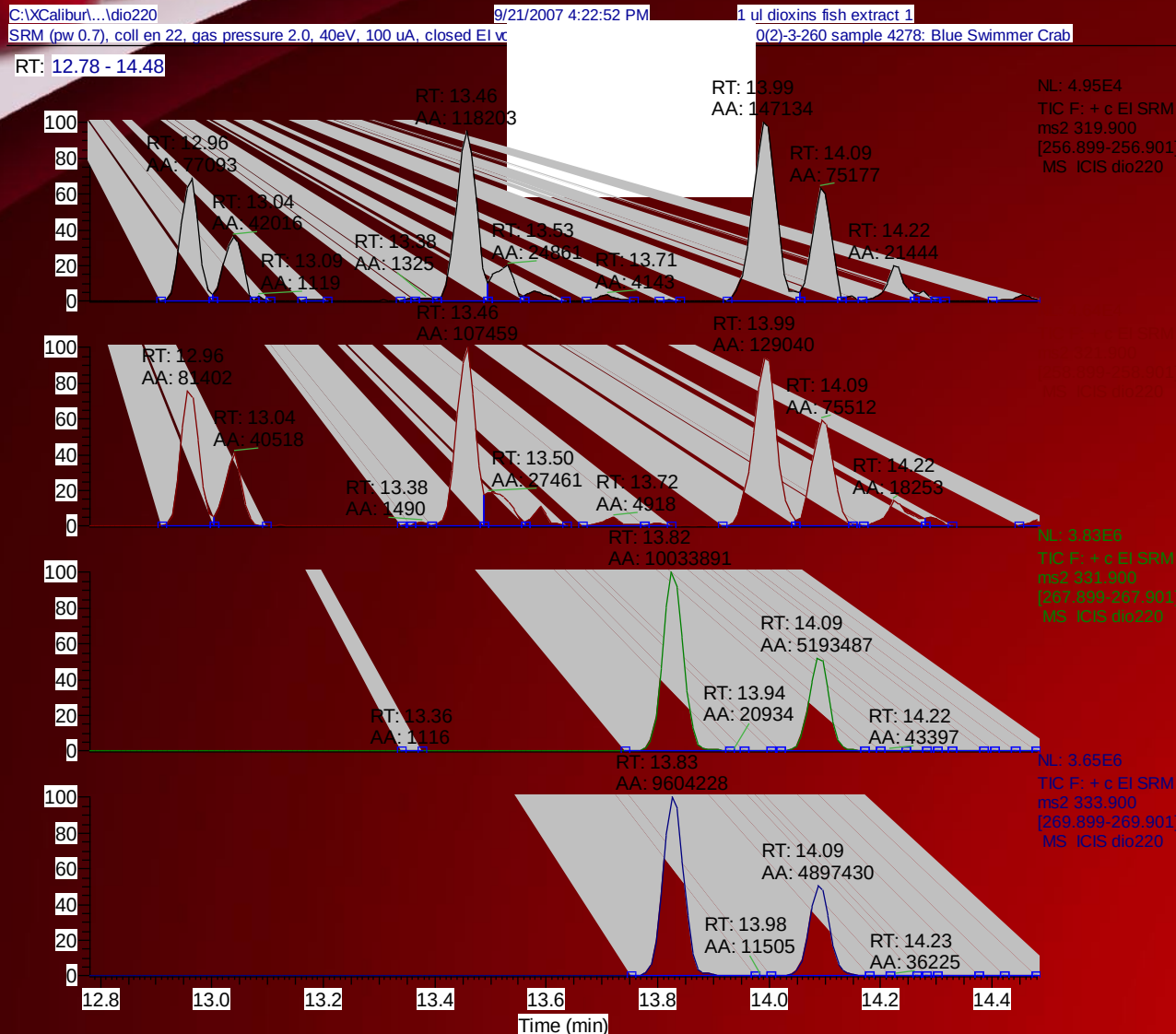
Sistem de extracție accelerată cu solvenți
Thermo Scientific™
Dionex™ ASE™ 350
(unic în țară)



Sistem de purificare automată a extractelor
LCTech DEXTech™
(unic în țară)



Cromatograma unui extract de organisme marine



TCDD nativ

TCDD nativ

$^{13}\text{C}_{12}$ TCDD

$^{13}\text{C}_{12}$ TCDD



**Performanțele sistemului
GC-MS/MS TSQ 8000 Evo
GC-MS/MS Thermo Scientific™**



- **TSQ 8000 Evo** – cel mai performant spectrometru de masă pe piața mondială
 - domeniu de masă: 1,2 – 1100 Da
 - rezoluție: până la 0,4 Da
 - sensibilitate: min. 12000:1
 - rapiditate (viteză de scanare): 20000 Da/s
 - moduri de lucru: MS (Full Scan, SIM, timed-SIM și combinate), MS/MS (MRM/SRM, timed-SRM și combinate)
- **GC Trace 1310** – sistem flexibil și modular; performanță deosebită
 - repetabilitate arie: 0,5 % RSD
 - repetabilitate timp de retenție: <0,0008 min
 - rapiditate (cuptor: 32 rampe, 33 paliere, viteză încălzire: 125 °C/min)
 - ușurință în utilizare (ecran tactil robust)
 - control electronic integrat (0,001 psi)
 - raport de splitare: până la 12500:1
- **InstantConnect** - injector cu vaporizare în program de temperatură (PTV)
 - viteză maximă de încălzire: 870 °C/minut/rampă
 - domeniu de temperatură: +5 °C - 450 °C
 - moduri de operare: hot/cold split/splitless, injecție volume mari, On Column



- **TriPlus RSH Autosampler** - sistem automat de injecție performant, versatil, permite adăugarea modulelor HS, SPME
 - 146 probe
- Software -uri specializate:
 - *TraceFinder EFS* (Environmental and Food Safety)
 - *TargetQuan* (MS, MS/MS, HRMS)
- **Dionex ASE 350** - sistem de extracție accelerată cu solvenți
 - 24 probe/secvență
 - consum redus de solvenți (cu 50-90%)
 - timp redus de extracție (minute față de ore/zeci de ore)
 - extracții multiple/reextracții pe celulă
 - cu senzori de presiune, temperatură, nivel lichid
- **DEXTech** - sistem de purificare automată, dotat cu coloane (silicagel, florisil, carbon)
 - timp redus: 96 min/probă
 - volum redus de solvent: <640 ml
 - nu necesită pre-purificare
 - nu permite contaminarea încrucișată

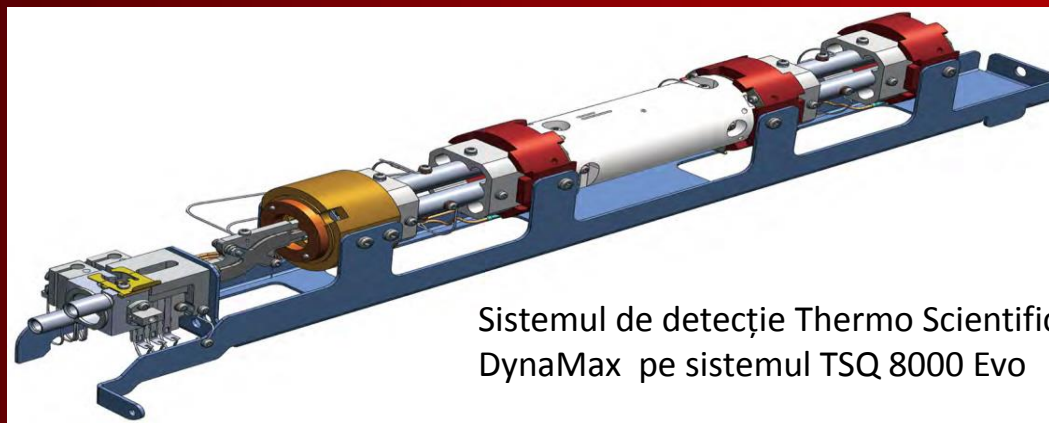


- Îndeplinește noile cerințe ale Regulamentului CE Nr. 589/2014 și Nr. 709/2014 ce permit utilizarea GC-MS/MS ca metodă de confirmare în analiza dioxinelor în probe de alimente și furaje
- Emite Rapoarte personalizate care combină rezultatele din analiza de dioxine și PCB similare dioxinelor și efectuează automat calculele complexe cerute de regulamentele UE
- Realizează o înaltă eficiență a sursei ionice EI (limită de detecție instrumentală: 0.5 fg)
- Permite o analiză cromatografică de mare performanță și productivitate (scurtarea timpului de analiză, conservarea resurselor).

Avantaje

Sistemul gaz cromatograf GC TRACE™ 1310 cuplat cu spectrometrul de masă triplu cuadrupol TSQ 8000 Evo GC-MS/MS Thermo Scientific™, echipat cu injector PTV și cu injector automat, extractor și purificator automat și cu soft-urile specializate:

- este unic în România
- este adecvat pentru determinarea PCDD/PCDF și PCB în probe de mediu, alimente și furaje
- reprezintă o alternativă mai ieftină la sistemul GC/HR-MS
- permite o nouă abordare a limitelor de detecție datorită zgomotului foarte scăzut, astfel se pot utiliza concentrații foarte reduse pentru calibrare.



Sistemul de detecție Thermo Scientific
DynaMax pe sistemul TSQ 8000 Evo



Utilizări ale sistemului GC-MS/MS în cadrul laboratorului MODALIM



- Dezvoltarea de metode avansate pentru determinarea dioxinelor și a compușilor asemănători dioxinelor prin tehnica GC-MS/MS cu diluție izotopică din probe de alimente/furaj
- Studiul calității alimentului pe lanțul *materie primă-produs finit*
- Identificarea și determinarea contaminării produselor alimentare cu POP-uri
- Trasabilitate = siguranță și securitate alimentară



Vă mulțumesc pentru atenție!

Această lucrare a fost posibilă prin sprijinul financiar oferit prin Programul Operational Sectorial "Creșterea Competitivității Economice", co-finantat prin Fondul European de Dezvoltare Regională, "Investiții pentru viitorul dumneavoastră, în cadrul proiectului POSCCE Axa II, Operatiunea: O2.2.1-2013, ID nr.1887/Cod SMIS-CSNR: 49164 INOVA-OPTIMA