


časopis nejen pro analytické laboratoře

 **Agilent Technologies**
— Autorizovaný distributor

- 
- A female scientist with blonde hair, wearing a light blue lab coat and blue gloves, is working in a laboratory. She is holding a small vial and a pipette, and is positioned next to a piece of laboratory equipment. The background is a clean, white laboratory setting.
- » ICP-QQQ pro přímé stanovení Pt, Rh a Pd
 - » LIMS a SDMS v moderní laboratoři
 - » Agilent 1290 Infinity II
 - » Detekce somatických mutací s nízkou frekvencí
 - » Spolehlivé a korektní srovnání citlivosti přístrojů
 - » Servisní smlouvy nejen pro akreditované laboratoře
 - » Analýza environmentálních kontaminantů
 - » Triky pro lepší spojení v plynové chromatografii

ChromAtoMol

časopis nejen pro analytické laboratoře

číslo 2

vychází zdarma a nepravidelně

Vydavatel:

HPST, s.r.o.
Písnická 372/20
142 00 Praha 4

Tel.: +420 244 001 231

Fax: +420 244 001 235

E-mail: info@hpst.cz

Web: www.hpst.cz

Redakce:

Ing. Daniela Tršová, Ph.D.
manažer marketingu
daniela.trsova@hpst.cz
Mob.: +420 602 158 401

Ing. Michaela Vránová
marketingový specialista
michaela.vranova@hpst.cz
Tel.: +420 244 001 232
Mob.: +420 731 157 661

Vážení přátelé,

po dlouhé době příprav a ujasňování našich představ jsme před pár týdny v HPST realizovali jeden z našich dlouhodobých cílů. Bylo jím první číslo našeho vlastního časopisu ChromAtoMol, které nám udělalo velkou radost, ale zároveň s sebou přineslo napaté očekávání, zda se nápad ujme a zda bude mít smysl publikovat i další čísla. Podle prvních ohlasů se zdá, že čtenáře tento nápad oslovil, a proto celý náš tým velice těší, že již po pár týdnech můžeme publikovat číslo druhé, které je rozsáhlejší a přináší více praktických aplikačních článků.

Ti z Vás, jejichž hlavním oborem je stopová analýza kovů a zajímají je možnosti nejnovějších technologií ICP-MS, naleznou hned v úvodu článek z Centra dopravního výzkumu v Brně zaměřující se na přesnou analýzu skupiny platinových kovů v životním prostředí. Jedním z nejdůležitějších parametrů výkonu dnešních přístrojů je citlivost. Která forma výpočtu je ta optimální, necháme na Vašem zvážení po přečtení článku o detekčních limitech přístrojů. Jaký je skutečný výkon nejcitlivějších trojitých kvadrupólů v plynové chromatografii? Detailní odpověď naleznete v další publikaci. V aktuálním čísle nechybí ani tipy a triky z oblasti spotřebního materiálu, novinky v instrumentaci a nově také část popisující oblast pokročilých laboratorních softwarů. Další novinkou našeho časopisu jsou příspěvky zaměřené na oblast molekulární biologie, která tvoří důležitou část produkce Agilent Technologies, a v HPST se jí věnuje kompletní tým specialistů. Druhé číslo pak tradičně uzavírají informace o servisních službách a jedinečných školeních z dílen servisního a aplikačního týmu HPST.

Karel Vranovský, generální ředitel

Strana	Obsah
2	Kde nás najdete
2	Pořádáme
3	Agilent slaví 50 let působení v chemické analytice (Daniela Tršová)
4	Využití ICP-QQQ pro přímé stanovení Pt, Rh a Pd v různých typech vzorků (Jitka Hegrová, Centrum dopravního výzkumu, v.v.i.)
9	Spolehlivé a korektní srovnání citlivosti přístrojů: Instrument Detection Limit (IDL) (Jitka Zrostlíková)
12	Agilent 1290 Infinity II: čas pro maximální propojení hardwaru a softwaru ve 21. století (Jan Kovář)
15	Agilent 7010 GC/MS/MS trojitý kvadrupól v analýze environmentálních kontaminantů (Ivo Novotný)
26	Tipy a triky pro lepší spojení v plynové chromatografii (Jana Havelková, Labicom s.r.o.)
27	LIMS a SDMS v moderní laboratoři (Michal Novotný)
28	Odstraňte tuky, najdete analyty (Jitka Berková, Labicom s.r.o.)
28	Agilent 4200 TapeStation: plně automatizovaná kontrola kvality Vašich vzorků (Iva Šenitková)
29	Systém pro detekci somatických mutací s nízkou frekvencí za použití molekulárního barkódování HaloPlex HS (Zbyněk Halbhuber)
30	Uživatelská školení pořádaná společností HPST (Růžena Penížková)
31	Servisní smlouvy...nejen pro akreditované laboratoře (Růžena Penížková)
32	Kontakty

Kde nás najdete

2

Co:	Kdy:	Kde:	Info:
16. Škola hmotnostní spektrometrie	13. - 18. 9. 2015	Frymburk	http://msskola2015.spektroskopie.cz/
LABOREXPO 2015	23. - 24. 9. 2015	Praha	http://www.laborexpo.cz/
Celostátní sjezd lékařské genetiky a 48. výroční cytogenetická konference	23. - 24. 9. 2015	Brno	http://www.genetikabrno.cz/
XXIII. Ostravské dny forenzních věd	7. - 9. 10. 2015	Ostravice	http://www.odfv.cz/
Analýza organických látek	12. - 15. 10. 2015	Valtice	http://www.2theta.cz/
RAFA 2015	3. - 6. 11. 2015	Praha	http://www.rafa2015.eu/
Kurz AAS	23. - 26. 11. 2015	Praha	http://www.spektroskopie.cz/

Pořádáme

Co:	Kdy:	Kde:	Info:
GC školení, uživatelské dovednosti a diagnostika	13. - 14. 10. 2015	Praha	http://hpst.cz/sluzby/gc-gcms
MS (single-quad/QQQ pro GC) školení, uživatelské dovednosti a diagnostika	15. - 16. 10. 2015	Praha	http://hpst.cz/sluzby/gc-gcms
aCGH Microarray Workshop	21. - 22. 10. 2015	Praha	info@hpst.cz
Mass Hunter pro GC/MS	2. - 6. 11. 2015	Dřítěč	http://hpst.cz/sluzby/masshunter
Mass Hunter pro LC/MS (QQQ)	2. - 6. 11. 2015	Dřítěč	http://hpst.cz/sluzby/masshunter
OpenLab - Chemstation	3. - 6. 11. 2015	Dřítěč	http://hpst.cz/sluzby/openlab
LC školení, uživatelské dovednosti a diagnostika	24. - 25. 11. 2015	Praha	http://hpst.cz/sluzby/lc

Agilent slaví 50 let působení v chemické analytice



Obrázek 1
Jeden z prvních GC na světě, typ F&M 17A



Obrázek 2
Plynový chromatograf F&M 202 (195X)



Obrázek 3
Zleva: Aaron Martin, C. Eugene Bennett a Frank Martinez Jr.



Obrázek 4
Manfred Donike měří na plynovém chromatografu HP 7600A HP na olympijských hrách v Mnichově v roce 1972

Dne 9. srpna 1965 dokončila firma Hewlett-Packard svoji pátou akvizici, kterou byla firma F&M Scientific z Avondale v Pensylvánii (USA), v té době už jeden z předních výrobců nové technologie zvané plynová chromatografie.

Firma F&M Scientific začínala jako „bokovka“ jednoho ze zaměstnanců amerického chemického gigantu DuPont. Frank Martinez Jr. byl sklář, který pracoval na analytických a procesních instrumentech. V roce 1956 dostal svolení vyrábět plynové chromatografy ve svém volném čase. Po úspěšné reklamě v časopise Analytic Chemistry začala jeho firma prosperovat a Frank Martinez v roce 1958 opouští společnost DuPont, aby se mohl na plný úvazek věnovat své firmě F&M (pojmenované podle jeho iniciál).

Když mu další dva bývalí zaměstnanci firmy DuPont (Aaron Martin a C. Eugene Bennett) nabídli odkoupení F&M, Martinez jim místo toho nabídl partnerství ve firmě. Všichni tři zakladatelé byli později nadací Chemical Heritage Foundation uvedeni do „Přístrojové síně slávy“ - Instrumentation Hall of Fame.

V roce 1959 chtěla firma F&M vystavovat své přístroje na Pittsburghské konferenci analytické chemie a aplikované spektroskopie (známé jako „Pittcon“), ale nebyla schopná si zajistit stánek, proto se tým usadil v hotelovém pokoji. Tým předvedl první programovatelný vysokoteplotní chromatograf s teplotně-vodivostním detektorem, který mohl pracovat při teplotách do 300 °C. Přístroj se stal hitem konference a přitáhl velké zákazníky jako Pfizer, Dow a Esso. Materiály jako nafta, polymery nebo léčiva bylo možné analyzovat v řádu několika minut.

Během jednoho roku rozšířila firma F&M teplotní rozsah přístroje na 500 °C. Společnost zvýšila počet zaměstnanců z původních tří na 25. Ve výrobním procesu zaměstnala většinu absolventů Wilmingtonské technické školy. Prodej se zdvojnásobil z 250 na 500 tisíc dolarů a každý následující rok to byl vždy dvojnásobek. Za tři roky se stala firma F&M Scientific největším světovým výrobcem plynových chromatografů.

V roce 1965 (to měla firma již 400 zaměstnanců a roční obrat 7 milionů dolarů) byla společnost prodána firmě Hewlett-Packard (HP).

Společnost HP provozovala F&M jako oddělenou divizi pod názvem F&M Scientific Division a expandovala na nové trhy jako životní prostředí, potraviny a forenzní analytika. Aplikace zahrnovaly analýzu automobilových zplodin,

měření znečištění ovzduší, kvality vody, obsahu pesticidů aj. Společnost HP také podepsala kontrakt s federální vládou na vývoj speciální řady přenosných přístrojů pro testování potravinářských produktů jako obilí, píce, mléka a ovoce.

V roce 1967 německý biochemik Manfred Donike demonstroval, že plynový chromatograf HP lze použít pro detekci anabolických steroidů a dalších zakázaných látek v moči sportovců. Výsledkem bylo první plošné testování všech sportovců na letních olympijských hrách v Mnichově v roce 1972, kde bylo použito osmi plynových chromatografů HP.

Analytická instrumentace společnosti HP se nadále rozšiřovala. V roce 1970 byla vytvořena samostatná divize Scientific Instruments Division pro vývoj nových technologií z oblasti hmotnostní spektrometrie. V roce 1973 vstoupila společnost HP na trh s kapalinovou chromatografií akvizicí firmy Hupe & Busch.

Jedním z největších technologických průlomů byl v roce 1979 vynález křemenných kapilárních kolon, což zjednodušilo analýzu a umožnilo změřit více látek ve směsi. Plynový chromatograf HP 5890 (uvedený na trh v roce 1984) zůstává dodnes nejprodávanějším plynovým chromatografem všech dob.

V roce 1999 měl Agilent dvě divize: Life Sciences a Chemical Analysis. Zatímco divize Life Sciences byla považována za hnací motor a hlavní cíl investic společnosti, divize Chemical Analysis byla brána jako zastaralé odvětví s ustrnulým rozvojem, jehož nejlepší dny už jsou ty tam. Mike McMullen (tehdejší ředitel divize Chemical Analysis, dnes třetí prezident Agilentu) přesunul největší investice z USA do Evropy, Číny, Indie a dalších rozvíjejících se trhů. Díky tomu se chemická analytika stala nejrychleji rostoucí divizí celé společnosti.

Padesát let po akvizici F&M Scientific společnost Agilent stále roste, v roce 2014 byl roční obrat 4 miliardy dolarů. Vedoucí postavení na trhu s chemickou analytikou umožnilo společnosti investovat do nových oblastí jako genomika nebo diagnostika.

Daniela Tršová
daniela.trsova@hpst.cz

Využití ICP-QQQ pro přímé stanovení Pt, Rh a Pd v různých typech vzorků

Hmotnostní spektrometr ICP-QQQ 8800 series firmy Agilent Technologies je elegantním řešením pro stanovení „komplikovaných“ prvků, které za využití klasických jednodrupólových ICP-MS není možné stanovit v nízkých koncentracích, nebo jejich stanovení vyžaduje určitou předúpravu vzorku. ICP-QQQ je vhodným přístrojem pro vzorky s komplikovanou maticí a/nebo vzorky obsahující „komplikované“ prvky.

ICP-QQQ obsahuje dva kvadrupóly umístěné za sebou, mezi nimiž je kolizně-reakční cela (Octopole Reaction System - ORS3). Tato cela může být zaplněna kolizním nebo reakčním plynem, který interaguje s ionty prošlými prvním kvadrupólem. Výsledné produkty z ORS jsou selektovány druhým kvadrupólem. První kvadrupól propustí jen ionty (i interferenty - *on mass*) s vybraným poměrem m/z . Tyto ionty o vybraném m/z dále interagují v kolizně-reakční cele s vybraným plynem. Dochází tedy k více účinnému odstranění interferencí, než u ICP-MS s jedním kvadrupólem, kde kolizní nebo reakční plyn reaguje se všemi ionty. ICP-QQQ je ideálním řešením pro dříve problematické vzorky a analyty.

Co jsou problematické vzorky?

- Vzorky s komplikovanou maticí způsobující zanesení interface, zvýšení interferencí, pokles signálu.
- Vzorky, které je nutno ředit. Vhodné je ředění pomocí HMI (high matrix interface) - ředění aerosolu přidávaným argonem zvýší toleranci matrice až 10krát, možno měřit neředěné vzorky moči i mořské vody.
- Vzorky, kde hledaný analyt je v ultrastopových koncentracích, a naproti tomu interferent je obsažen ve vysokých koncentracích (např. Cd/Mo).

Co jsou problematické analyty?

- Všechny prvky, které jsou slabě ionizovány v plazmatu (jako např. P, S).
- Všechny prvky, které mají hodnoty m/z zatížené polyatomickými interferencemi.
- Prvky zatížené izobarickými interferencemi.

Interference v ICP-MS

1) Fyzikální a chemické interference: těkavost, viskozita, hustota, povrchové napětí - lze od-

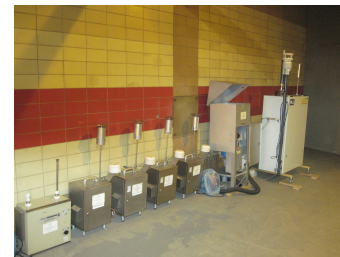
stranit (eliminovat) vhodnou úpravou kalibračních roztoků a úpravou transportu vzorků do plazmatu.

2) Spektroskopické interference: např. izobarické interference $^{48}\text{Ca}^+ / ^{48}\text{Ti}^+$ lze odstranit vhodným reakčním plynem v reakční cele, dvojitě nabitě ionty lze odstranit v reakční cele nebo využít vyššího rozlišení; polyatomické interference lze odstranit v kolizně-reakční cele pomocí korelačních rovnic, které je možné využít při nastavení v metodě, laděním přístroje tak, aby byl nízký poměr oxidů, využít podmínky studeného plazmatu, alternativní způsoby předúpravy vzorků (generování hydridů, ETV atd.), využít vysoce rozlišovací spektrometry atd. Ideální řešení nabízí ICP-QQQ díky možnosti využití prvního kvadrupólu pro selekci iontů, dále pak kolizně-reakční cely s možností využití až čtyř plynů v jedné metodě ($\text{H}_2/\text{O}_2/\text{NH}_3/\text{He}$).

Stanovení PTK

Důležitými prvky z hlediska analýzy vzorků životního prostředí ve vztahu k dopravě je skupina platinových kovů (Rh, Pd a Pt). Tyto prvky jsou běžně používány v katalyzátorech jako aktivní složky pro redukci emisí oxidů dusíku a oxidu uhelnatého. Jeden katalyzátor obsahuje asi 7 g těchto kovů. Ačkoliv nejsou tyto kovy při vlastních procesech v katalyzátoru spotřebovávány, dochází k jejich uvolňování zejména v podobě pevných částic do prostředí v množstvích 6-8 ng/km Pt, 12-16 ng/km Pd a 4-12 ng/km Rh (Moldovan, 2007). V České republice došlo k významnému rozšíření katalyzátorů v polovině devadesátých let, tedy téměř po dvaceti letech od legislativního ustanovení v USA (1975). Anglie, Belgie a Španělsko přijaly legislativně katalyzátory teprve v roce 1993 v souvislosti s akceptováním emisních norem EURO. V průběhu spalování jsou katalytické konvertory výfukových plynů chemicky i fyzikálně zatěžovány rychlým střídáním oxidačně redukčních podmínek, vysokými teplotami a mechanickou abrazí, což způsobuje emise částic obsahujících PTK do životního prostředí (König et al. 1992, Fargo et al. 1996, Fargo et al. 1997, Zereini et al., 1997, Gómez et al., 2001).

Použití v automobilech tak způsobuje plošné rozšiřování PTK, zvláště pak podél silničních komunikací a v městských aglomeracích s vysokou hustotou dopravy, a to nejenom do ovzduší, ale



Obrázek 1
Systémy pro automatické odběry vzorků



Obrázek 2
ICP/QQQ systém laboratoř CDV
(Autor fotografie: Stanislav Pecháček)

Vzorek	Město, stát (rok odběru)	Lokalita	Obsahy / koncentrace platinových kovů
Ovzduší PM10	Brno, Česká republika (2007)	Frekventovaná ulice v intravilánu města	Pt: 5,3 pg·m ⁻³ Pd: 32,4 pg·m ⁻³ Rh: 3,62 pg·m ⁻³
	Madrid, Španělsko (1999-2000)	Hlavní silniční okruh	Pt: 17,7 pg·m ⁻³ Rh: 4,6 pg·m ⁻³
	Göteborg, Švédsko (1999-2000)	Hlavní silniční okruh	Pt: 4,1 pg·m ⁻³ Pd: 1,6 pg·m ⁻³ Rh: 0,8 pg·m ⁻³
	Řím, Itálie (1999-2000)	Hlavní silniční okruh	Pt: 8,1 pg·m ⁻³ Pd: 54,9 pg·m ⁻³ Rh: 3,0 pg·m ⁻³
	Mnichov, Německo (1999-2000)	Hlavní silniční okruh	Pt: 4,1 pg·m ⁻³ Rh: 0,3 pg·m ⁻³
Silniční prach	Madrid, Španělsko (1999-2000)	Hlavní silniční okruh a centrum města	Pt: 220 ng·g ⁻¹ Rh: 74 ng·g ⁻¹
	Göteborg, Švédsko (1999-2000)	Hlavní silniční okruh a centrum města	Pt: 123 ng·g ⁻¹ Rh: 48 ng·g ⁻¹
	Řím, Itálie (1999-2000)	Hlavní silniční okruh a centrum města	Pt: 34 ng·g ⁻¹ Rh: 5 ng·g ⁻¹
	Mnichov, Německo (1999-2000)	Hlavní silniční okruh a centrum města	Pt: 179 ng·g ⁻¹ Rh: 31 ng·g ⁻¹
	Londýn, Anglie (1999-2000)	Hlavní silniční okruh a centrum města	Pt: 53 ng·g ⁻¹
Půda	Peking, Čína (2007)	Hlavní silnice ve městě	Pt: 39,8 ng·g ⁻¹ Pd: 20,8 ng·g ⁻¹ Rh: 10,1 ng·g ⁻¹
	Brno, Česká republika (2006)	Intravilán města Brna	Pt: 4,52 ng·g ⁻¹ Pd: 2,55 ng·g ⁻¹ Rh: 0,52 ng·g ⁻¹
	Braunschweig, Německo (2005)	Dálnice B248	Pt: 50,4 ng·g ⁻¹ Pd: 43,3 ng·g ⁻¹ Rh: 10,7 ng·g ⁻¹
	Athény, Řecko (2003)	Dálnice Athény-Thessaloniky	Pt: 141,1 ng·g ⁻¹ Pd: 125,9 ng·g ⁻¹
	Neapol, Itálie (2000)	Metropolitní oblast - centrum města a předměstí	Pt: 4,2 ng·g ⁻¹ Pd: 12,7 ng·g ⁻¹
Vegetace	Guangzhou, Čína (2007)	Silniční okruh kolem města	Listy rostlin: Pt: 1,52 ng·g ⁻¹ Pd: 0,77 ng·g ⁻¹ Rh: 0,41 ng·g ⁻¹
	Białystok, Polsko (2000)	Silnice E67 s vysokou intenzitou dopravy	Tráva: Pt: 8,98±0,39 ng·g ⁻¹ Pd: 3,20±0,23 ng·g ⁻¹ Rh: 0,68±0,18 ng·g ⁻¹
	Saarbruecken, Německo (1999)	Město	Pampeliška: 5,4±0,4 ng·g ⁻¹ 0,83±0,15 ng·g ⁻¹ 2,2±0,3 ng·g ⁻¹
Živočichové	Sever Švédska (1992-2000)	Hnízda na severu Švédska	Vejce sokola stěhovavého: Pt: 0,45 ng·g ⁻¹ Pd: 0,45 ng·g ⁻¹ Rh: 0,48 ng·g ⁻¹
	Sever Švédska (1997 a 2000)	Hnízda na severu Švédska	Výkaly sokola stěhovavého: Pt: 0,28 ng·g ⁻¹
	Sever Švédska (2000, 2001)	Hnízda na severu Švédska	Krev ptáček sokola stěhovavého: Pt: 3,44 ng·g ⁻¹ Pd: 1,23 ng·g ⁻¹ Rh: 0,67 ng·g ⁻¹

Tabulka I

Příklady nalezených koncentrací PTK v různých typech vzorků a v různých lokalitách (Sikorová, Ličbinský, Adamec, 2011)

i dalších složek životního prostředí, jako jsou např. podzemní a povrchové vody, půda, biota. Zvýšená množství platiny byla nalezena v prachu kolem frekventovaných silnic, především v tunelovém prachu a také v říčních sedimentech. PTK z automobilových emisí, které tvoří deponit v prachu a půdách kolem silnic, mohou být za určitých podmínek vymývány deštěm do okolních vodních toků (kyselý dešť, vysoký obsah chloridů). Lze předpokládat, že zmíněné platinové kovy reagují s dalšími chemickými sloučeninami za vzniku látek schopných vazby do biologicky významných sloučenin, jako jsou nukleové kyseliny a proteiny. Řada sloučenin platiny je vysoce toxických a působí jako silné alergeny (Lustig, 1997). Stále se zvyšující obsahy těchto kovů v životním prostředí tak mohou představovat významné rizikové faktory pro zdraví člověka (Barefoot, 1997). Stanovení koncentrací těchto kovů ve vzorcích životního prostředí běžnými přístroji je velmi komplikované a často není možné bez předchozí separace, neboť je zatíženo množstvím interferencí (zejména Pd).

Stanovení PTK v různých typech vzorků

1) PTK ve vzorcích ovzduší – pevné částice (PM)

Odběry vzorků ovzduší (PM) jsou prováděny přístroji Leckel MVS6 (Sven Leckel, Německo) po dobu 24 hodin v různých lokalitách, např. v tunelu Mrázovka v Praze, na frekventovaných křižovatkách v Brně atd. Před vlastním odběrem a následně odebrané vzorky jsou uchovány po dobu 48 hodin v klimatizované místnosti při teplotě 19 - 21 °C a poté zváženy (před i po odběru). Po zvážení jsou vzorky s PM podrobeny rozkladu v mikrovlnném zařízení SW-4 (Berghof, Německo) v uzavřených teflonových nádobkách. Rozklad je prováděn dle normy CSN EN 14902. Filtr je opatrně vložen do nádoby celý,

poté je přidáno 5 ml ultračisté kyseliny dusičné a 0,5 ml ultračisté kyseliny chlorovodíkové (používá se pouze při stanovení PTK, jinak je používán peroxid vodíku). Po uzavření jsou nádoby vloženy do rotoru a teplota mineralizace je postupně zvyšována až na 220 °C a tlak na 30 bar. Po skončení mineralizace jsou vzorky převedeny do odměrných baněk o objemu 25 ml a doplněny ultračistou vodou. Kalibrační roztoky jsou připraveny z jednoprvkových standardních roztoků Astasol (Analytika, Praha) se stejnou koncentrací kyselin jako při mineralizaci.

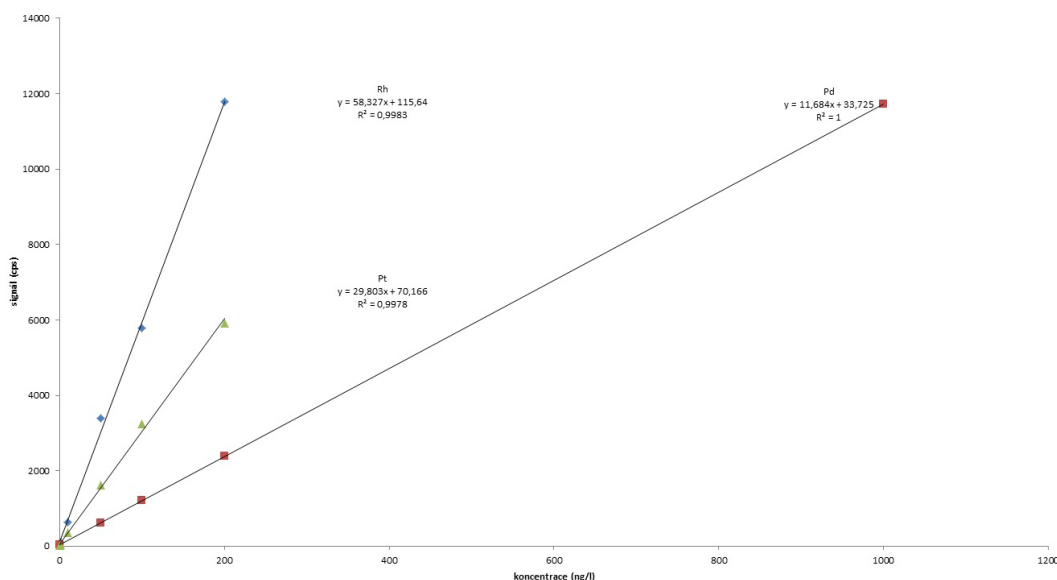
Společně se vzorky filtrů je rozložen i certifikovaný referenční materiál BCR 723 (Road dust) s certifikovaným obsahem Pt, Rh a Pd. Vzorky jsou měřeny s využitím ICP-QQQ 8800 series (Agilent Technologies, Japonsko). První kvadrupól je nastaven tak, aby propustil pouze vybrané hmoty (^{103}Rh , ^{105}Pd , ^{195}Pt , ^{198}Pt). Do kolizně-reakční cely je vpouštěn amoniak o velkém průtoku. Dochází k reakci interferujících prvků a druhý kvadrupól vyselektuje opět pouze vybrané hmoty.

Detekční limity pro jednotlivé prvky: $4,26 \text{ ng.l}^{-1}$ ^{195}Pt ; $13,8 \text{ ng.l}^{-1}$ ^{105}Pd ; $1,21 \text{ ng.l}^{-1}$ ^{103}Rh jsou spočítány jako průměr z deseti opakování měření signálu blanku + trojnásobek směrodatné odchylky blanku.

Koncentrace PTK ve vzorcích filtrů s PM se pohybuje v rozmezí 0-100 $\mu\text{g/g}$. Předseparační kroky nejsou možné z důvodu velmi malého množství vzorku (cca 1 mg).



Obrázek 4
Vzorkování půdy



Obrázek 3 Kalibrační křivka je lineární v širokém rozsahu koncentrací

Tabulka II

Obsah vybraných prvků ve filtrech exponovaných 24 hod na křižovatkce Kotlářská/Kounicova v Brně – týdenní kampaň

$\mu\text{g/g}$	Rh	Pd	Pt
F1	0,035	0,451	0,132
F2	0,013	0,121	0,090
F3	0,026	0,240	0,106
F4	0,025	0,222	0,081
F5	0,016	0,368	0,152
F6	0,008	0,118	0,023
F7	0,020	0,305	0,073

2) PTK ve vzorcích půd

Vzorky půd jsou odebírány ve vzdálenostech 0, 1, 5, 20, 100 m od komunikace do hloubky 15 cm. Lokality jsou vybírány na základě intenzity dopravy a tak, aby pokryly oblast celé České republiky. Vzorky jsou po odběru sušeny čtrnáct dní při laboratorních podmínkách, poté jsou přesítovány sítím o velikosti ok 2 mm a homogenizovány na oscilačním mlýnu (Retsch, Německo). Z homogenizovaných vzorků jsou připraveny lučavkové výluhy v mikrovlnném zařízení. Postup je prováděn dle normy ČSN EN 1334. K navážce 1 g vzorku se přidá 2,5 ml kyseliny dusičné ultračisté a 7,5 ml kyseliny chlorovodíkové ultračisté. Po vložení do mikrovlnného rozkladného zařízení se teplota zvyšuje až na 180 °C a tlak na 30 bar. Po ukončení rozkladu se vzorek převede do 100ml odměrné baňky. Současně se vzorky půd se provádí i rozklad certifikovaného referenčního materiálu BCR 723 (Road dust)

s certifikovaným obsahem PTK. Obsah prvků se pohybuje v rozmezí 0-5 µg/kg, pouze u vzorků odebraných v těsné blízkosti silnice je obsah cca pětikrát vyšší.

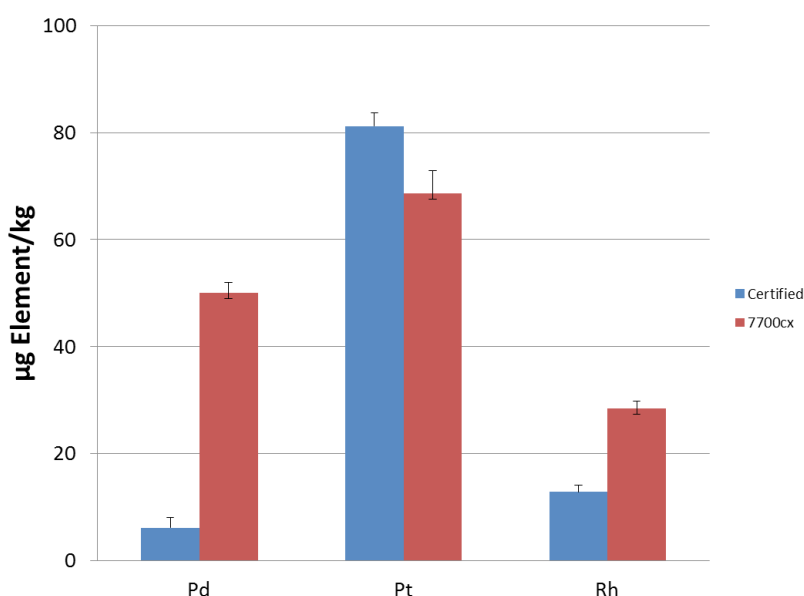
3) Stanovení PTK v certifikovaném referenčním materiálu BCR

Problematické stanovení koncentrací PTK v environmentálních vzorcích je možné velmi dobře demonstrovat přímo na certifikovaném referenčním materiálu BCR 723 (Road dust). Vzorek BCR byl rozložen stejným způsobem jako vzorky půd (viz výše).

Problém se stanovením PTK v BCR 723 s využitím kvadrupólového ICP-MS bez využití předseparačních kroků spočívá zejména v interferencích Pd se Sr, proto jsou většinou stanovené koncentrace několikanásobně vyšší, než jsou skutečné obsahy ve vzorku (viz Obr. 5).

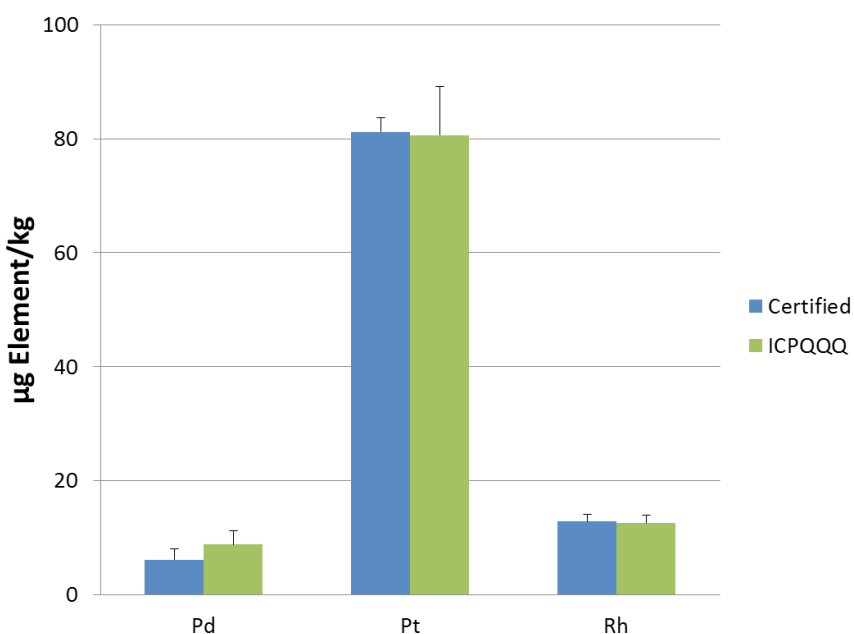
Obrázek 5

Výsledky srovnání s certifikovaným materiálem v případě využití klasického ICP-MS systému a s použitím NH_3 jako reakčního plynu



Obrázek 6

Výsledky srovnání s certifikovaným materiálem v případě využití ICP-QQQ a s použitím NH_3 jako reakčního plynu



	103 Rh NH3 mode	Uncertainty µg/kg	105 Pd NH3 mode	Uncertainty µg/kg	195 Pt No gass	Uncertainty µg/kg	198 Pt NH3 mode	Uncertainty µg/kg
LOD	1.21 ppt		13.8 ppt		4.26 ppt		53.1 ppt	
Certif. value µg/kg	12.8	1.3	6.1	1.9	81.3	2.5	81.3	2.5
BCR µg/kg	10.41	1.9	7.27	3.5	83.2	1.3	83.9	2.7
BCR µg/kg NO GASS single quad	28.75	2.3	64.8	5.9	78.5	3.8		

Závěr

Přístroj ICP-QQQ přináší nové výhody pro analýzu ultrastopových koncentrací prvků, jak bylo demonstrováno výše. Ty spočívají zejména v přítomnosti dvou nezávislých kvadrupólů obklopujících dynamickou reakční celou, což umožňuje efektivní odstranění interferencí přímo v přístroji při využití různých měřících módů bez nutnosti použití separačních či prekoncentračních metod při přípravě vzorků. To je velmi důležité při omezeném množství analyzovaného vzorku (např. PM v ovzduší) nebo při stanovení prvků ve velmi rozdílných koncentracích ve vzorku. Navíc může být využito až čtyř reakčních plynů pro reakce jak sledovaných analytů, tak pro reakce interferujících prvků v rámci jedné analýzy. Velmi výhodné se zdá být použití amoniaku jako reakčního plynu pro stanovení např. koncentrací paladia pro odstranění vznikajících spektrálních interferencí v kombinaci s MS/MS módem.

Jitka Hegrová

jitka.hegrova@cdv.cz

Ivo Novotný

ivo.novotny@hpst.cz

Jitka HEGROVÁ¹, Roman LIČBINSKÝ¹ a Walter GOESSLER². Využití ICP-QQQ pro přímé stanovení Pt, Rh a Pd v různých typech vzorků.

8. kurz ICP - MS/OES 2015, Brno, 25. - 28. 5. 2015. Brno : Spektroskopická společnost Jana Marka Marci, 2015, nestr. ISBN 978-80-905704-3-6.

¹ Laboratoře dopravní infrastruktury a životního prostředí Centra dopravního výzkumu, v.v.i., Brno;

Laboratoř akreditovaná pro Stanovení Pb, Cd, As a Ni ve frakci PM₁₀ aerosolových částic metodou ICP-MS.

² Institute for Chemistry - Analytical Chemistry, Graz, Austria

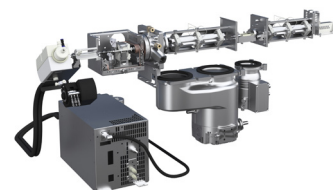
Príspevek byl publikován se souhlasem Spektroskopické společnosti Jana Marka Marci.

Literatura

1. www.agilent.com
2. BAREFOOT, R. R.. Determination of platinum at trace levels in environmental and biological materials. *Environmental Science & Technology*, 1997, Vol. 31, No. 2, p. 309 - 314. ISSN 0013-936X.
3. FARGO, M.E., KANAVAGH, R. BLANKS, R. Platinum metal concentrations in urban road dust and soil in the United Kingdom. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 1996, Vol. 354, p. 660 – 663. ISSN 0937-0633.
4. FARGO, M. E., KAVANAGH, P., BLANKS, R., KELLY, J., KAZANTZIS, G., THORNTON, I., SIMPSON, P. R., COOK, J. M., PARRY, S., HALL, G. M., 1998: Platinum concentrations in urban road dust and soil in the United Kingdom. *The Analyst*, 123, 236 - 241.
5. GÓMEZ, B, GÓMEZ, M., SANCHEZ, J.L. et al. Platinum and rhodium distribution in airborne particulate matter and road dust. *Sci. Tot. Environ.*, 2001, Vol. 269, p. 131 – 144. ISSN 0048-9697.
6. HELMERS, E., SCWARZER, M., SCHUSTER, M. Comparison of Pd and Pt in environmental matrices. *Environ.Sci.Pollut.Res.*, 1998, Vol. 5 , 44 – 50.
7. HELMERS, E., KÜMMERER, K., Anthropogenic Platinum Fluxes: Quantifikation of sources and Sinks, and outlook. *Environ.Sci.Pollut.Res.*, 1999, Vol. 6 , 29 - 36.
8. KÖNIG, H. P., HERTEL, R. F., KOCH, W., ROSNER, G. Determination of platinum emissions from a three-way catalyst-equipped gasoline engine. *Atmos Environ.*, 1992, 26A, 742 – 746, ISSN 0048-9697
9. LUSTIG, S., 1997: Platinum in the environment: car catalyst emitted platinum. Transformation behavior in soil and platinum accumulation in plants. *UTZ-Wissenschaftsverlag München, Germany* ISBN 3-89675-235-9.
10. MOLDOVAN, M. 2007. Origin and fate of platinum group elements in the environment. *ABC*, 388, 537-540 (2007)
11. ZEREINI, F., SKERSTUPP, B., ALT, F. et al. Geochemical behaviour of platinum-group elements (PGE) in particulate emissions by automobile exhaust catalysts: experimental results and environmental investigations. *Sci. Tot. Environ.*, 1997, Vol. 206, No. 2, p. 137 – 146, ISSN 0048-9697.

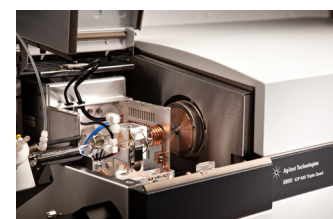
Tabulka III

Stanovené hodnoty koncentrací PTK v CRM BCR 723 s využitím ICP-QQQ a singlequad ICP-MS



Obrázek 7

Náhled technického uspořádání ICP-QQQ 8800 Agilent Technologies



Obrázek 8

Náhled technického uspořádání ICP-QQQ 8800 Agilent Technologies

Spolehlivé a korektní srovnání citlivosti přístrojů: Instrument Detection Limit (IDL)

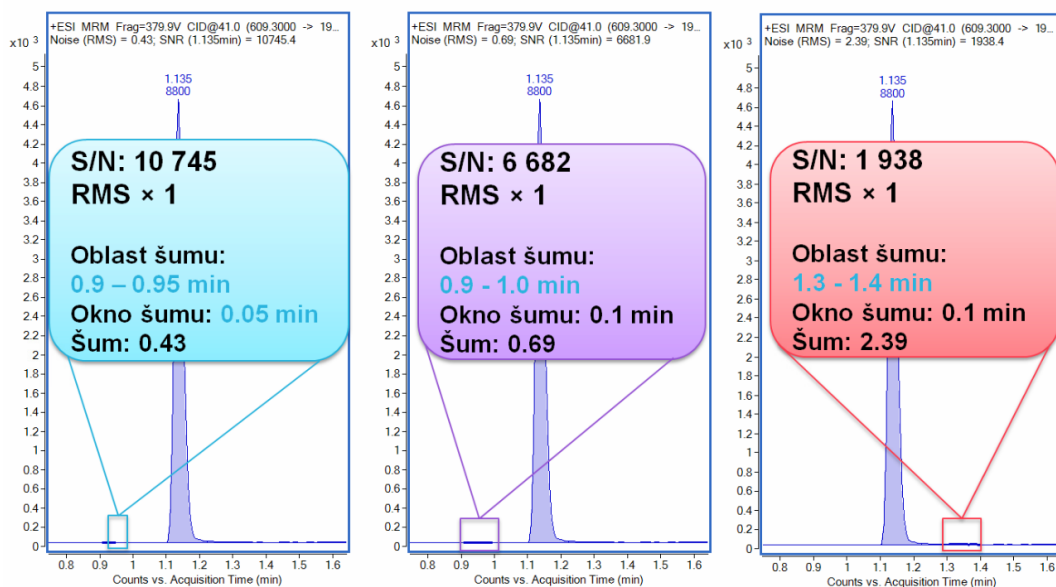
Při výběru hmotnostního spektrometru ve spojení s chromatografií je citlivost jeden z důležitých parametrů. Nejčastěji je vyjadřována jako poměr signálu k šumu (signal-to-noise, S/N) při nástřiku definovaného množství vybraného analytu a přístroj, který dosáhne vyšší hodnoty, je považován za citlivější. Nicméně hodnota S/N závisí na mnoha proměnných a lze ji tedy jednoduše ovlivnit buď umělým zvýšením signálu, nebo snížením šumu. Signál lze například zvýšit napětím detektoru, pro získání nižšího šumu lze záznam vyhladit, odečíst šum tam, kde je

nejnižší (nezávisle na elučním čase analytu), a v neposlední řadě záleží na způsobu výpočtu výšky šumu (peak-to-peak, RMS apod.).

Uvedené postupy v praxi vedou k navýšení hodnoty S/N, které však není postaveno na reálném základě, a extrapolovaná mez detekce neodpovídá skutečně stanovitelnému množství analytu. Obrázky 1 a 2 ilustrují, jak lze pro identický chromatogram ovlivnit hodnotu S/N až o dva řády. V tomto světle je porovnání přístrojů na základě S/N minimálně diskutabilní.

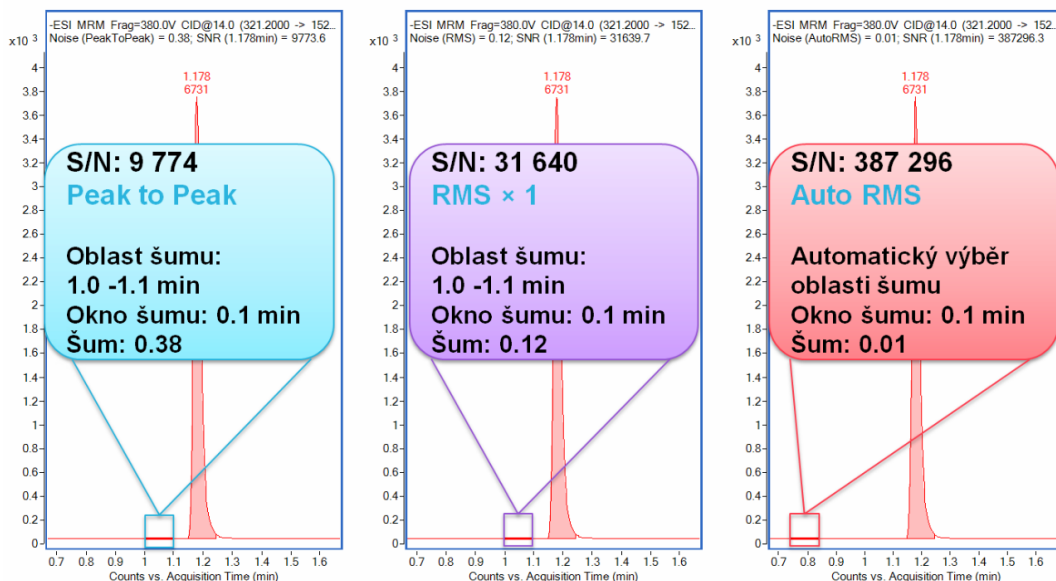
Obrázek 1

Závislost vypočteného poměru signál/šum na oblasti výběru šumu a šířce okna šumu. Všechny tři obrázky znázorňují identický chromatogram.



Obrázek 2

Závislost vypočteného poměru signál/šum na metodě výpočtu šumu (Peak-to-peak, RMS nebo auto RMS). Všechny tři obrázky znázorňují identický chromatogram.



Dalším z kritických bodů při stanovování meze detekce přístroje je již zmíněná extrapolace signálu k šumu. Jako příklad může posloužit nejnovější generace LC/MS trojitých kvadrupólů, kde se pro pozitivní polaritu elektrospreje ve specifikaci uvádí S/N pro 1 pg reserpinu v hodnotách přes 100 000:1. Pokud budeme za mez detekce (LOD) považovat koncentraci analytu, pro kterou se dosáhne S/N > 3:1, po extrapolaci by LOD těchto přístrojů mělo být nižší než 0,05 fg vnesených na kolonu. Přitom ve skutečnosti se dosahují meze detekce o 1 až 2 řády vyšší. Citlivost analytických přístrojů udávaná takovýmto způsobem ve specifikačních listech je tedy irelevantní a jedná se o nic neříkající „číslo“ na papíře.

Pro korektní porovnání citlivosti je vhodnější používat metody, které jsou v praxi často využívané pro stanovení meze detekce či kvantifikace. Tyto postupy jsou zakotveny i v oficiálních metodických pokynech pro laboratoře. Např. dle EPA - Analytical Detection Limit Guidance, [1] je limit detekce metody (Method Detection Limit - MDL) definován jako minimální koncentrace sloučeniny, která může být změřena a reportována s 99% mírou pravděpodobnosti, že koncentrace analytu je větší než nula. Pro stanovení MDL je nutné opakované měření koncentrace analytu (alespoň 7×) v příslušné matici o koncentraci 1-5 násobku očekávané mezi detekce.

Z naměřených dat je MDL vypočteno jako:

$$MDL = t_{(n-1, 1-\alpha=0,99)} \times s$$

kde:

$t_{(n-1, 1-\alpha=0,99)}$ je kritická hodnota Studentova rozdělení pro hodnotu spolehlivosti 0,99 s $n-1$ stupňů volnosti (pro 7 opakování je hodnota Studentova rozdělení 3,143)

n je počet opakování

s je směrodatná odchylka odezvy z opakovaných měření.

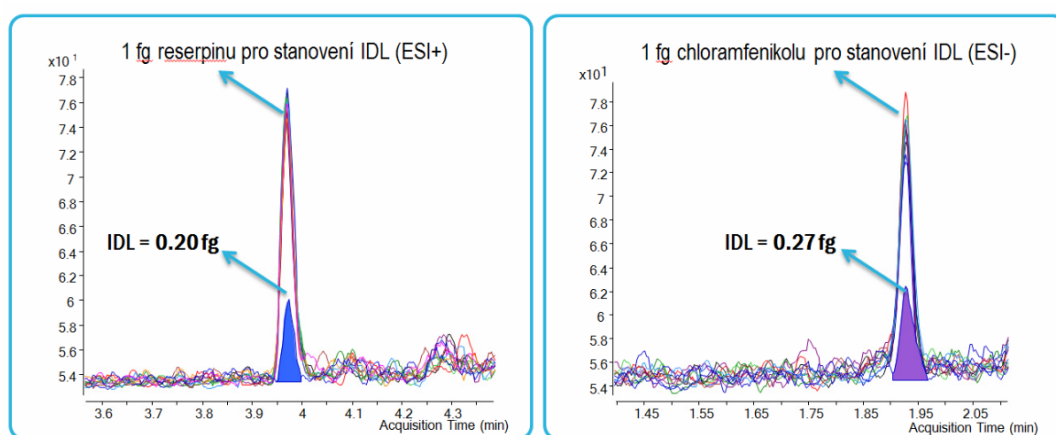
Podle této metodiky MDL závisí na opakovatelnosti měření koncentrací na limitu kvantifikace nebo nižších.

Pro seriózní porovnání citlivosti přístrojů začala společnost Agilent Technologies uvádět i hodnotu Instrumentální Meze Detekce (IDL), která je stanovena analogicky jako MDL, tedy na základě několika opakovaných měření standardního roztoku, jehož koncentrace nesmí být vyšší, než je pětinašobek odhadované meze detekce. V praxi je většinou nutné provést opakované měření pro několik různých koncentračních hladin a následně se vybere ta, která je ke stanovení IDL vhodná. Výpočet IDL probíhá dle výše uvedené rovnice. IDL se u firmy Agilent Technologies stala standardem pro specifikaci citlivosti GC/MS i LC/MS přístrojů typu trojitého kvadrupólu.

6495 QQQ IDL	Nastříkované množství	Počet opakování	Plocha % RSD	t (99 %)	IDL
Reserpine (+)	1 fg	n = 10	7.2	2.821	0.20 fg
Chloramphenicol (-)	1 fg	n = 10	9.7	2.821	0.27 fg

Tabulka 1

Výpočet Instrumentální Meze Detekce (IDL) pro reserpin a chloramfenikol na trojitém kvadrupólu Agilent 6495



Obrázek 3

Chromatogramy reserpinu (vlevo) a chloramfenikolu (vpravo) znázorňující opakované nástřiky množství 1 fg a množství odpovídající vypočtené mezi detekce

Příkladem výpočtu IDL v praxi je Tabulka 1 a Obrázek 3. IDL bylo stanoveno pro LC/MS trojitý kvadrupól Agilent 6495 (Obrázek 4), který je novinkou z roku 2014 a představuje současnou technologickou špičku. V Tabulce 1 jsou uvedeny výsledky opakovaného měření (n=10)

při nástřiku 1 fg absolutního množství reserpinu (ESI pozitivní), respektive chloramfenikolu (ESI negativní), kdy vypočtená opakovatelnost plochy píku při tomto analyzovaném množství byla 7,2% pro reserpin a 9,7% pro chloramfenikol.

Dle výše uvedené rovnice, v níž je směrodatná odchylka vypočtena jako $RSD \times$ měřené množství, bylo vypočteno IDL 0,2 fg pro reserpin a 0,27 fg pro chloramfenikol. Na Obrázku 3 jsou vidět chromatogramy obou analytů z opakovaných nástřiků množství 1 fg, přeložené s chromatogramem při nástřiku množství odpovídajícímu vypočtenému IDL. Tento obrázek dokladuje nejen vynikající opakovatelnost na tak nízké hladině, jako je 1 fg, ale i fakt, že stanovené IDL je stále ještě pohodlně detekovatelným množstvím analytu a signál přibližně odpovídá trojnásobku šumu.

Závěr:

Specifikace citlivosti přístroje založená na poměru signálu k šumu může poskytovat zkreslující informace, neboť hodnota signálu k šumu je snadno ovlivnitelná řadou parametrů. Naopak parametr IDL přináší několik výhod: (i) s hodnotou IDL v podstatě nelze manipulovat: se šumem se nepracuje vůbec, a zvýšení

napětí detektoru zvýší pouze výšku signálu, nikoli množství iontů dopadajících na detektor, a tím i opakovatelnost; (ii) pro výpočet se používají koncentrační hladiny blízko detekčního limitu a není proto nutné výsledky extrapolovat.

Praktické příklady ukazují, že tento přístup poskytuje realistické hodnoty meze detekce přístroje, a lze jej tudíž využít jako objektivního parametru porovnání.

Jitka Zrostlíková

jitka.zrostlikova@hpst.cz

Literatura:

1. EPA - Analytical Detection Limit Guidance, 1996: Laboratory Guide for Determining Method Detection Limits
<http://dnr.wi.gov/regulations/labcert/documents/guidance/-lodguide.pdf>

Obrázek 4

Trojítý kvadrupól LC-MS Agilent 6495



Agilent 1290 Infinity II: čas pro maximální propojení hardwaru a softwaru ve 21. století

12

Nová generace kapalinových chromatografů firmy Agilent Technologies představuje budoucnost UHPLC systémů. Systém Agilent 1290 Infinity II Vám nabídne vše, co od UHPLC systému ve 21. století očekáváte: výjimečnou spolehlivost, robustnost, flexibilitu a především také řadu průlomových technologií pro zajištění maximální efektivity ve Vaší laboratoři.

Stejně jako u předchozí generace se jedná o systém modulární. Velikou devízou tohoto systému je jeho zpětná kompatibilita s předchozími generacemi, a to až do roku 1995, kdy byl uveden na trh dnes již legendární kapalinový chromatograf HP/Agilent 1100. Uživatel tak může volit postupnou obměnu systému, který má v laboratoři již 20 let, a tak například jednoduchou výměnou DAD detektoru zvýšit citlivost svých analýz až 10x.

Agilent Technologies Vám v systému 1290 Infinity II nenabízí pouze vyšší tlakový limit, větší kapacitu autosampleru, účinnější ohřev kolon a vyšší rychlost sběru dat jako drtivá většina výrobců kapalinových chromatografů, ale mnohem více.

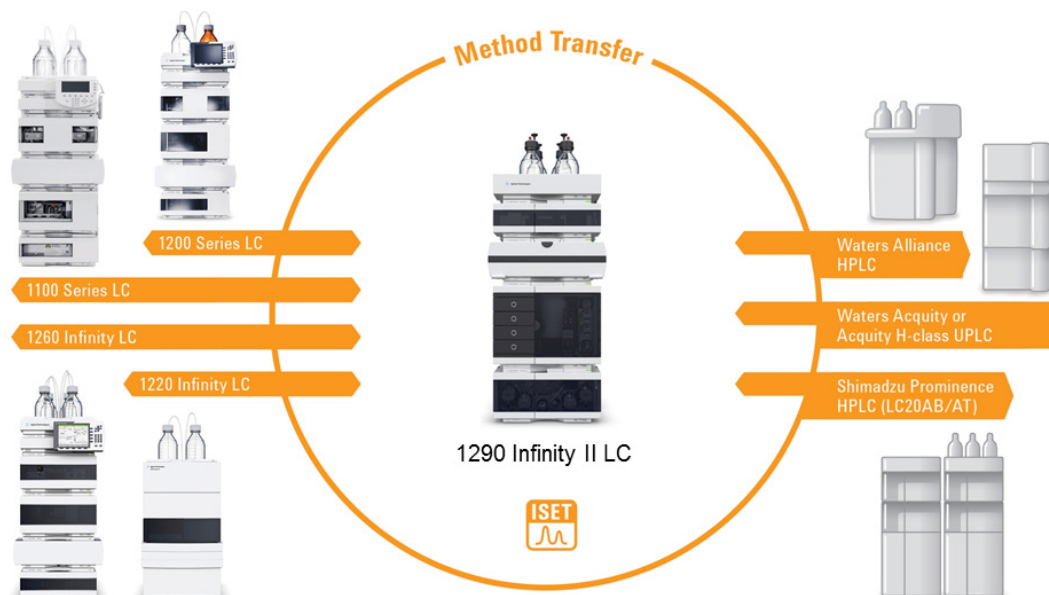
Dokážeme zkombinovat možnosti hardwaru a softwaru pro získání maximálního užitku jak pro uživatele systémů Agilent Technologies, tak pro uživatele pracující na jiných systémech.

Řeč je o technologii **ISET** (Intelligent System Emulating Technology), která dokáže velice jednoduchým způsobem převést metodu z jednoho instrumentu na druhý, a to přizpůsobením vnitřního objemu systému a úpravou gradientového profilu tak, že se získaný chromatografický záznam mezi dvěma emulovanými systémy nijak neliší. Emulovat lze nejen chromatografické systémy firmy Agilent Technologies, ale také například HPLC systémy jiných výrobců. Převod metod je v tuto chvíli opravdu jen otázkou několika kliknutí a analýzy budou vypadat naprosto stejně se stejnými retenčními časy a rozlišením jako na Vašem starém systému. Zároveň máte možnost využít chromatografický systém s tlakovým rozsahem **až do 1300 bar** a zkrátit tak chromatografické analýzy při zachování nebo zlepšení rozlišení a snížit tím celkové náklady na jednotlivé analýzy.

Další užitečnou vlastností systémů Agilent 1290 Infinity II je integrovaný software BlendAssist, který Vám automaticky dokáže připravit mobilní fázi požadovaného složení a koncentrace. Jedná se o velice praktickou funkci, která maximálně usnadňuje uživateli práci s mobilními fázemi.



Obrázek 1
UHPLC Agilent 1290 Infinity II



Obrázek 2
ISET – emulování chromatografických systémů



Obrázek 3
Multikolonový termostat kolon



Obrázek 4
Uchycení kolony pomocí A-line
kontektorů

Stále více laboratoří, především ve farmaceutickém průmyslu, vyžaduje s ohledem na výrazné zkrácení chromatografických metod stále vyšší kapacitu autosamplerů se zajištěním minimálního nežádoucího přenosu analytů mezi nástřiky, tj. dobře známého „carryover“. Nový **Multisampler** díky revolučnímu řešení tyto všechnypožadavkyspřehledem splňuje. Jedná se o jediný autosampler svého druhu, který dokáže bez nutnosti dalšího přídatného modulu zpracovat více jak 6000 vzorků. Veškerá potenciální kapacita je zahrnuta v základním uspořádání modulu. Minimální carryover je zajištěn díky možnosti oplachu jehly až třemi různými rozpouštědly, včetně tzv. zpětného oplachu sedla jehly.

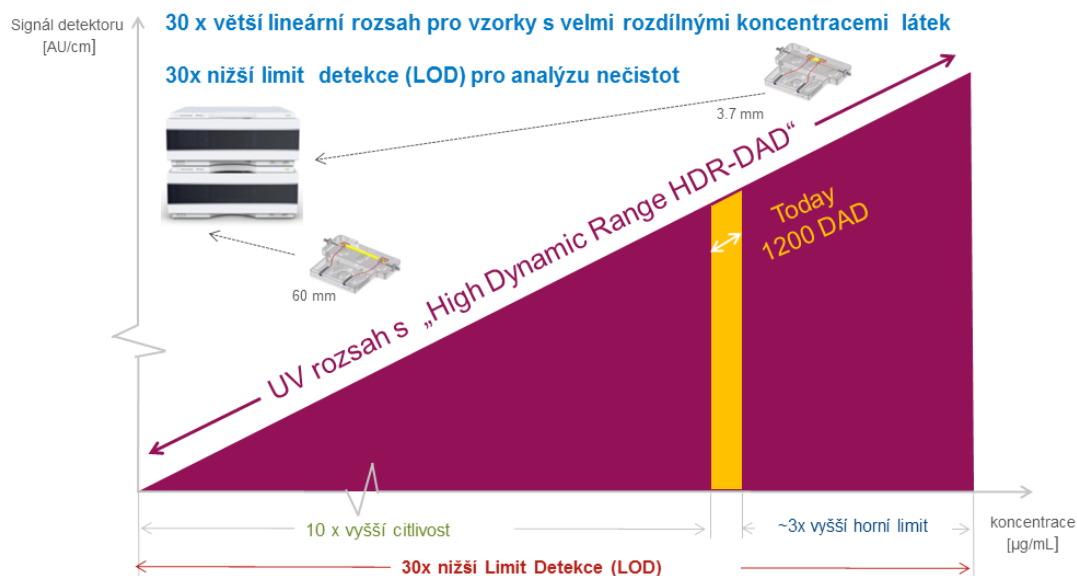
O teplotní stabilitu kolony, která je zásadní pro přesnou identifikaci látky na základě retenčního času, se stará **Multikolonový termostat** s novou generací termobloků, sloužící k zajištění nejúčinnějšího přechodu tepla (předkolonová temperace mobilní fáze). Princip ohřevu mobilní fáze bez nuceného proudění vzduchu (*still-air*) zamezuje nežádoucímu radiálnímu přehřívání kolony, které při separacích za vyšších tlaků prokazatelně způsobuje snížení separační účinnosti na koloně až o 40 %. V termostátovaném prostoru, stejně tak jako mimo něj, lze umístit celou řadu ventilů, které výrazně rozšiřují aplikační využití celého přístroje, ať už jde o pouhé přepínání kolon,

online SPE, vývoj metod nebo přechod na **2D-LC**.

O zajištění maximální citlivosti a rychlosti se u těchto systémů v drtivé většině případů stará DAD detektor. Nová generace toho detektoru předčí Vaše očekávání. Samozřejmostí je optofluidní technologie s jednoduchou výměnou cel (**Max-Light Cartridge Cell**), programovatelná optická štěrba pro zajištění vhodného spektrálního rozlišení, a také nově nejvyšší rychlost sběru dat na trhu — **až 240 Hz**. Unikátní umění zkombinovat možnosti hardwaru a softwaru je patrné také zde. Kombinací signálů ze dvou detektorů DAD s rozdílnými průtočnými celami získáte **až 30x větší lineární dynamický rozsah detektoru**. Ušetříte tak spoustu času nutného pro opakovanou analýzu vzorků, rekalibraci nebo případné ředění vzorků.

Ne všechny látky lze samozřejmě detekovat prostřednictvím DAD detektoru. Takové látky, které ve své molekule neobsahují žádný chromofor nebo fluorofor, jsou ideální k měření na **ELSD detektoru**. Velkou výhodou proti klasickému detektoru je především možnost využití gradientových profilů mobilní fáze. Nová generace ELSD detektoru nabízí **až 90x větší dynamický rozsah, 9x větší citlivost** a především výrazně vyšší odezvu pro těkavé látky.

Obrázek 5
Rozsah a citlivost při zapojení
dvou DAD detektorů





Obrázek 6
Rozsah nového 1290 Infinity II ELSD detektoru

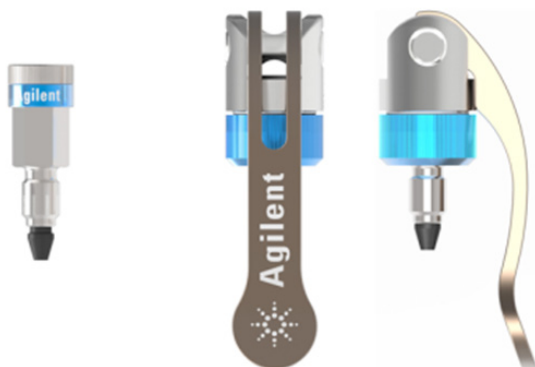
UHPLC systém 1290 Infinity II je také mimo jiné ideální tam, kde 1D s ohledem na kapacitu píků nestačí. Přejít nebo rozšířit systém na 2D je díky unikátním ventilům velice jednoduché. Získáte možnosti jako je heart-cutting, multiple heart-cutting nebo například Comprehensive 2D-LC analýzy. K dispozici je také nová publikace „*Two-dimensional liquid chromatography, principles, practical implementation and applications*“, která Vám na 162 stranách poskytne vše, co budete potřebovat pro pochopení této chromatografické techniky.

Spolu s přístrojem byla na trh uvedena také celá řada nového příslušenství pod jednotným označením **A-Line**. Mezi nejzajímavější novinku patří bezesporu nové spojky **Agilent A-Line Quick Connect Fittings** určené pro

UHPLC, které jsou jako jediné skutečně těsnící spojky dotahovatelné rukou („finger-tight“). Fungují jako jednoduchá páčka a lze je používat znovu a znovu bez obav z netěsností až do tlaků 1300 bar.

V případě Vašeho zájmu o bližší informace prosím kontaktujte naše produktové specialisty Ing. Naděždu Jeřábkovou nebo Ing. Jana Kováře.

Jan Kovář
jan.kovar@hpst.cz



Obrázek 7
Agilent A-Line Quick Connect Fittings

Agilent 7010 GC/MS/MS trojitý kvadrupól v analýze environmentálních kontaminantů



Obrázek 1
Agilent 7010 series s automatickým dávkovačem



Obrázek 2
Agilent 7010 series s CTC autosamplerem

V rámci uskutečněného měření byla provedena analýza 41 environmentálních kontaminantů v rozpouštědlových standardech na deseti koncentračních hladinách a ve vzorku povrchové vody (přirozené/uměle kontaminované). Všechna měření byla provedena s využitím plynového chromatografu Agilent 7890 ve spojení s hmotnostním spektrometrem typu

trojitý kvadrupól Agilent 7010 MS/MS. Cílem experimentů bylo stanovit limity detekce pro jednotlivé sloučeniny ve standardech rozpouštědel a připravených extraktech povrchové vody a určit opakovatelnost (RSD, %) a linearitu GC/MS/MS měření v módu elektronové ionizace (EI).

Cílové analyty

1,2,4,5-tetrachlorbenzen	heptachlor	2,4 -DDD
bifenylyl	Parathionmethyl	endrin
pentachlorbenzen	PCB kongener č. 52	2,4 -DDT
trifluralin	aldrin	PCB kongener č. 118
a- HCH	Parathionethyl	4,4 -DDD
hexachlorbenzen	oktachlorstyren	b - endosulfan
g- HCH	isodrin	PCB kongener č. 153
galaxolide	Heptachloroepoxid cis	4,4 -DDT
tonalide	Heptachloroepoxid trans	PCB kongener č. 138
b-HCH	2,4 DDE	methoxychlor
PCB kongener č. 31	PCB kongener č. 101	PCB kongener č. 180
PCB kongener č. 28	a-endosulfan	PCB kongener č. 194
d -HCH	4,4 -DDE	
ε - HCH	dieldrin	

Měřené vzorky

- Směsný standard všech výše uvedených látek o koncentraci 100 ng/ml isooktanu. Standard o koncentraci 100 ng/ml byl následně použit pro přípravu série kalibračních roztoků o koncentraci 50, 10, 5, 1, 0,5, 0,1, 0,05, 0,01 a 0,005 ng/ml. Kalibrační roztoky byly naředěny do čistého isooktanu.
- Vzorek povrchové vody (přirozeně kontaminovaný). Vzorek povrchové vody byl následně uměle kontaminován výše uvedeným standardem na tři koncentrační hladiny 0,05, 0,1 a 0,5 ng/ml.

Agilent 7010 GC/MS/MS představuje čtvrtou generaci trojitých kvadrupólů (QQQ) společnost Agilent Technologies, který je v kombinaci s plynovým chromatografem (GC) **Agilent 7890B** ideálním řešením pro účely vysoce selektivní ultra-stopové kvantitativní analýzy v komplexních maticích. Velmi nízké limity detekce dosažitelné pomocí nového QQQ potvrzuje i deklarovaný detekční limit přístroje (IDL, Instrument Detection Limit) 0,5 fg OFN, jehož dosažení je požadováno při instalaci přístroje a během jeho životnosti. Agilent 7010 GC/MS/MS využívá efektivní ionizaci neutrálních molekul v iontovém zdroji, které jsou následně filtrovány ve vyhříváném zlatém hyperbolickém kvadrupólu, fragmentovány v lineární hexapolové kolizní cele a detekovány v triple-off-axis detektoru.

Plynový chromatograf 7890B GC přináší vysoce účinnou chromatografickou separaci. Inertní cesta od nástřiku po detektor využívá chemicky deaktivované technologie a spotřební materiál a napomáhá tak dosažení ještě lepší citlivosti vlastní analýzy. Nástřik vzorků je možný prostřednictvím různých typů inletu, jako je split/splitless, PTV či **Multi Mode Inlet (MMI)**, který v sobě kombinuje výhody obou dvou předcházejících typů nástřiku. *Turn Top* systém těsnění inletů umožňuje výměnu linerů během 30 s bez nutnosti jakýchkoliv nástrojů. Přesná kontrola tlaků/průtoků plynu je umožněna díky použité **kapilární fluidní technologii (CFT)**, která kromě velmi dobré opakovatelnosti výsledků přináší také možnost využití tzv. zpětného toku (backflush), dean switching nebo dělení toku do několika paralelně zapojených detektorů. **Zpětný tok (backflush)** podporovaný CFT zkracuje dobu analýzy, prodlužuje životnost GC kolony, snižuje riziko carry-over efektu a výrazně snižuje potřebu údržby iontového zdroje, kterou lze doplnit také automatickým čištěním pomocí technologie SCIS (aktivní čištění vodíkem – více detailů v prvním čísle časopisu). V souvislosti s přesnou kontrolou průtoku mobilní fáze lze také implementovat tzv. **retention time locking (RTL)**, který umožňuje dosažení identických retenčních časů nezávisle na operátorovi či údržbě kolony, což výrazně urychluje vlastní analýzu, a to především v případě multireziduálních metod.

Ionty vzniklé v iontovém zdroji jsou následně filtrovány ve **vyhříváném zlatém hyperbolickém kvadrupólu** s rozsahem hmot až do 1050 amu. Stabilita monolitického kvadrupólu umožňuje zahřívání až na 200 °C, čímž dochází k tepelnému čištění a odstraňování kontaminace běžné u kovových kvadrupólů.

V režimu MS/MS jsou ionty vybrané v prvním kvadrupólu následně fragmentovány v **lineární hexapolové kolizní cele** pomocí dusíku jako kolizního plynu. Do cely je také přiváděno malé

množství tzv. zhášecího plynu (*quenching gas*), který snižuje množství přítomných metastabilních částic hélia (v případě, že je helium použito jako mobilní fáze). Tyto metastabilní částice navyšují neutrální šum detektoru, který je použitím zhášecího plynu eliminován.

K detekci vybraných hmotnostních přechodů či iontů (v případě použití trojitého kvadrupólu jako jednoduchého kvadrupólu) dochází v tzv. **triple-axis detektoru**. Umístění elektronásobiče dvojitě mimo osu vzhledem ke vstupu iontů do detektoru vede ke snížení šumu a následně i detekčních limitů přístroje.

Software

Ovládání přístroje i následné zpracování dat je kontrolováno pomocí unikátního softwaru **MassHunter**. MassHunter akviziční software umožňuje měření ve vybraných módech MRM (multiple reaction monitoring), SIM (selected ion monitoring), full scan, scan produktových iontů atd. V rámci MRM měření je možno snímat až 800 MRM přechodů za sekundu s minimálním dwell time 0,5 ms a nulovým cross talk efektem. Ladění a kalibrace přístroje probíhá plně automaticky. Pro rychlé a efektivní zavedení nových MS metod či nových analytů do stávajících metod je možné využít rozsáhlou databázi MRM přechodů pesticidů a environmentálních kontaminantů.

Mass Hunter Quantitative Analysis pro kvantitativní zpracování dat umožňuje tzv. „Batch-at-a-Glance“ náhled na data. Vyhodnocovací metoda je pak tvořena z velké části automaticky na základě informací zadaných v akviziční metodě (MRM přechody pro jednotlivé sloučeniny, názvy sloučenin, retenční čas, typ analytu — vnitřní standard, cílový analyt) a vlastní sekvenci (typ vzorku — kalibrační roztok, vzorek, blank atd.). Reportování výsledků je možno provádět do Excelu nebo je k dispozici velké množství předpřipravených reportů v různých formátech. V případě potřeby je možno formát reportu upravit na míru.

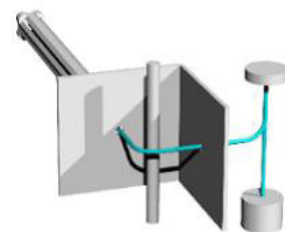
Kvalitativní zpracování dat probíhá v **MassHunter Qualitative Analysis**. V této části softwaru je možno využívat při měření v MRM módu např. funkci *Find Compounds by MRM* pro kontrolu retenčních časů, manuální integraci, porovnávání vzorků mezi sebou atd. V případě měření ve full scan módu je možné na základě naměřených spekter provádět např. identifikaci látek ve spojení s vybranou knihovnou spekter (NIST apod.). Z naměřených dat je pak možná i tvorba vlastních knihoven.



Obrázek 3
Multi mode inlet (MMI)



Obrázek 4
Vyhříváný zlatý hyperbolický kvadrupól



Obrázek 5
Triple-axis detektor

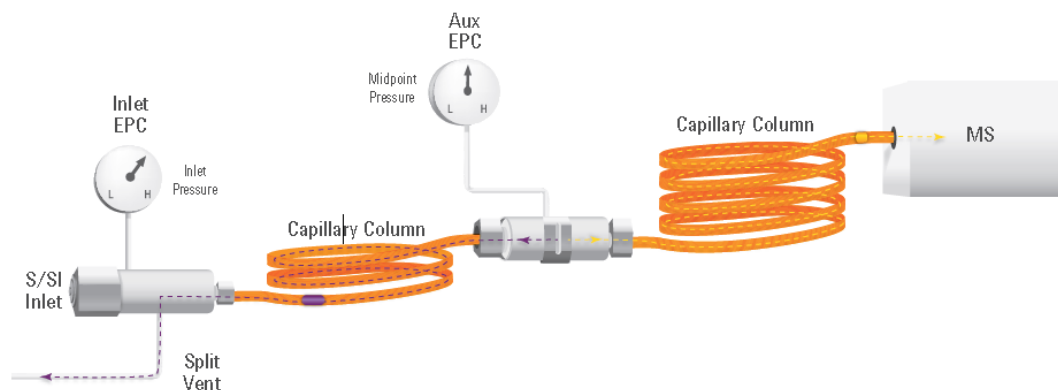
Experimentální část

Všechny GC/MS/MS experimenty byly provedeny na plynovém chromatografu Agilent 7890 ve spojení s hmotnostním spektrometrem Agilent 7010 typu trojitý kvadrupól. Plynový chromatograf byl vybaven autosamplerem Agilent 7693A, multimode inletem (MMI), purge ultimate jednotkou (PUU), která umožňuje zpětný proplach kolony (backflush)

a modulem pro pneumatickou kontrolu (*pneumatics control modul, PCM*). Pro separaci byly využity dvě HP-5 MS UI kapilární kolony (15 m × 0.25 mm i.d. × 0.25 μm tloušťka filmu) zapojené za sebou v tzv. mid-column backflush uspořádání. Schématické znázornění celého systému je uvedeno na Obrázku 6.

Obrázek 6

Schématiké znázornění systému Purge ultimate union (PUU), který umožňuje zpětný proplach kolony (backflush) a no-vent aplikaci.



Optimalizace GC/MS/MS metody

Pro stanovení všech výše uvedených kontaminantů byla zvolena metoda předdefinovaná v databázi MRM přechodů dodávaná firmou Agilent Technologies. V rámci této databáze jsou kromě MRM přechodů a kolizních energií pro jednotlivé sloučeniny také stanoveny přesné retenční časy. Pro zavedení GC metody byl nejprve proveden tzv. *Retention Time Locking* s využitím chlorpyrifos-methylu jako lockovací sloučeniny. V dalším kroku byly z MRM databáze vybrány pro cílové analyty příslušné MRM přechody (3 MRM přechody/1 sloučenina),

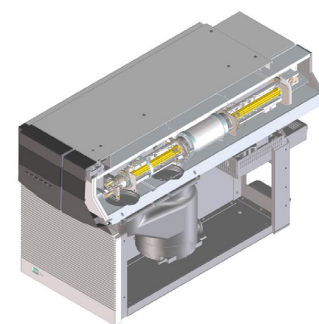
kteřé byly následně dle zadaných kritérií automaticky rozděleny do jednotlivých časových segmentů, a to s využitím nástroje „*Compound List Assistant*“. Pro sloučeniny, které nejsou uvedeny v MRM databázi, byly přechody naladěny s využitím dodaného standardu. Na závěr byla provedena optimalizace podmínek nástřiků, byly otestovány módy nástřiku cold splitless (CLS, 1 a 2 μl), hot splitless (HSL, 1 μl) a solvent vent (SV, 2 μl). V Tabulce 1 je uveden přehled testovaných typů nástřiků včetně detailního popisu nastavení jednotlivých parametrů.

Tabulka 1

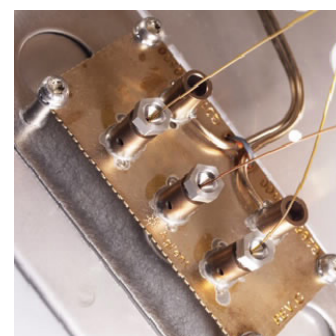
Přehled testovaných typů nástřiků včetně detailního popisu nastavení jednotlivých parametrů

	Cold splitless		Hot splitless	Solvent vent
Objem nástřiku (μl)	1	2	1	2
Splitless time (min)	0,75	0,75	0,75	1
Split flow (ml/min)	40	40	40	60
Teplota nástřiku (°C)	65°C (0,1 min), 600°C/min do 325°C (5 min)	65°C (0,1 min), 600°C/min do 325°C (5 min)	325°C	65°C (0,1 min), 600°C/min do 325°C (5 min)
Solvent vent time (min)	---	---	---	0.08
Solvent vent flow (ml/min)	---	---	---	50
Solvent vent pressure (psi)	---	---	---	6

Plynový chromatograf:	Agilent 7890B Series
Typ nástřiku:	Multi mode inlet (MMI)
Typ lineru:	Ultra inert liner, universal, low pressure drop, glass wool (Part No. 5190-2295)
Mód nástřiku:	Cold splitless (40 ml/min, 0,75 min)
Teplota nástřiku:	65 °C (0,1 min), 600 °C/min to 325 °C (5 min)
Objem nástřiku:	1 µl
GC kolona:	2x HP-5ms UI (15 m × 0,25 mm × 0,25 µm)
Mobilní fáze:	Helium (konstantní průtok: 1. kolona 0,975 ml/min, 2. kolona 1,1975 ml/min)
Teplotní program pece:	60 °C (1 min), 40 °C/min do 170 °C, 3 °C/min do 310 °C (1 min)
Celková doba analýzy:	18,75 min
Parametry backflush:	teplota 310 °C tlak 37 psi doba 3 min
Hmotnostní spektrometr:	Agilent 7010 Series
Typ ionizace:	EI
Teplota iontového zdroje:	280 °C
Teplota 1. a 2. kvadrupólu:	150 °C
Akviziční mód:	Multiple reaction monitoring (MRM)
MRM přechody:	viz Tabulku (Kompletní tabulka přechodů na vyžádání na ivo.novotny@hpst.cz)
Dwell time:	Nastaven s ohledem k počtu MRM přechodů v daném časovém segmentu tak, aby byla zachována frekvence akvizice cca 5 Hz.
Kolizní plyn:	Dusík (1.5 ml/min)
Zhášecí plyn:	Helium (4 ml/min)



Obrázek 7
Agilent 7000 series - konstrukce



Obrázek 8
Kapilární fluidní technologie Agilent Technologies

Sekvence

V rámci experimentu byly změřeny níže uvedené sekvence standardu a vzorku. Pro výpočet opakovatelnosti byly dané standardy a vzorky změřeny 10× za sebou. Na začátku každé sekvence byl proveden nástřik čistého isooktanu pro kontrolu kontaminace pozadí.

18/05/2015 – CLS (1 µl)	kalibrace 0,005–100 ng/ml 10× standard 0,1 ng/ml 10× standard 1 ng/ml 10× standard 10 ng/ml
19/05/2015 – CLS (2 µl)	kalibrace 0,005–0,1 ng/ml 10× standard 0,1 ng/ml
20/05/2015 – SV (2 µl)	kalibrace 0,005–1 ng/ml 10× standard 0,1 ng/ml
21/05/2015 – CLS (1 µl)	10× vzorek 5 (přirozeně kontaminovaný) 10× vzorek SP1 (uměle kontaminovaný na hladinu 0,05 ng/ml) 10× vzorek SP2 (uměle kontaminovaný na hladinu 0,1 ng/ml) 10× vzorek SP3 (uměle kontaminovaný na hladinu 0,5 ng/ml)
22/05/2015 – HSL (1 µl)	kalibrace 0,005–1 ng/ml 10× standard 0,1 ng/ml

Výsledky a diskuze

GC/MS/MS metoda

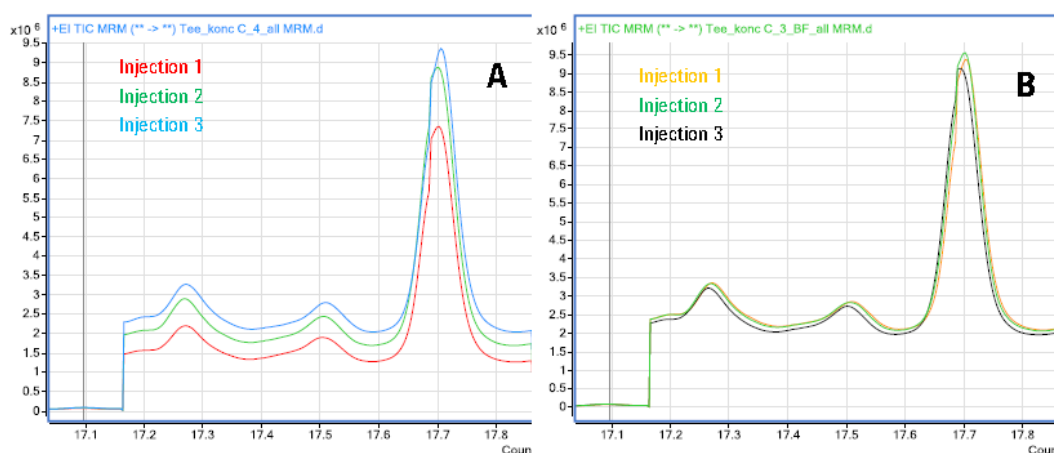
Jak bylo zmíněno výše, většina parametrů GC metody byla převzata z Agilent MRM databáse přechodů pro pesticidy a environmentální kontaminanty. Tato metoda byla již dříve otestovaná pro analýzu pesticidů a poskytuje velmi dobré chromatografické rozlišení i pro některé standardně koeluující se izomerické sloučeniny, které není možné rozdělit na základě rozdílných MRM přechodů. Větší pozornost byla věnována optimalizaci podmínek nástřiku. V rámci experimentů byly otestovány různé typy (CSL, HSL, SV) a objemy nástřiku (1 a 2 μ l), a to z hlediska tvaru píku, opakovatelnosti nástřiku a dosažených detekčních limitů přístroje (IDL). Z hlediska tvaru píku byly dosaženy dobré výsledky při použití všech typů nástřiků. Ukáz-

ky tvaru píku při použití různých typů nástřiků jsou uvedeny na obrázku v *Příloze 1* (kompletní zpráva jednotlivých výsledků dostupná na vyžádání na ivo.novotny@hpst.cz). Opakovatelnost a IDL jsou podrobněji diskutovány níže.

V rámci metody byl využit již dříve zmíněný zpětný proplach kolony, tzv. backflush, který zvyšuje robustnost a dlouhodobou stabilitu celého systému. Zpětný proplach kolony chrání zdroj před méně těkavými složkami vzorku, které jsou ze systému eliminovány přes ventovací kapiláru. Na Obrázku 9 je ukázáno srovnání stability signálu a základní linie při GC/MS/MS měření s/bez zapojení zpětného proplachu kolony.

Obrázek 9

Srovnání stability signálu GC/MS/MS měření (A) bez a (B) s využitím zpětného proplachu kolony.



S ohledem na to, že různé matrice obsahují rozdílné matriční koextrakty, které mohou následně rušit GC/MS/MS analýzu, je v rámci Agilent MRM databáze pro každou sloučeninu

dostupných pět a více MRM přechodů tak, aby pro každou matici bylo možné vybrat MRM přechody bez případných interferencí.

Na základě dat získaných z měření byla stanovena opakovatelnost analýz vyjádřena jako relativní směrodatná odchylka (RSD, %) z deseti po sobě jdoucích nástřiků daného standardu. Detailní přehled vypočtených hodnot je uveden v Tabulce II a III.

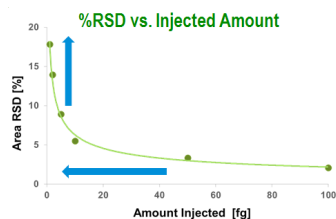
V Tabulce II je vypočtena opakovatelnost měření při nástřiku 1 µL standardu o koncentraci 10, 1 a 0.1 ng/ml v módu cold splitless (CSL). Z výsledků je patrné, že pro vět-

šinu sloučenin byla opakovatelnost na všech třech koncentračních hladinách nižší než 15 %. Na hladině 10, 1 a 0.1 ng/ml se opakovatelnost pohybovala v intervalu 2.8-8.3 %, 5.1-18.8 % a 3.3-16.5 % v uvedeném pořadí. Vyšší hodnoty RSD (v Tabulce II označeny červeně) byly dosaženy především na nejnižší testované koncentrační hladině 0.1 ng/ml. Pro látky, které nebylo možné za standardních podmínek na hladině 0.1 ng/ml detekovat, je v tabulce uvedeno N/A.

RSD (%)	10 ng/ml CSL 1 µl	1 ng/ml CSL 1 µl	0.1 ng/ml CSL 1 µl	RSD (%)	10 ng/ml CSL 1 µl	1 ng/ml CSL 1 µl	0.1 ng/ml CSL 1 µl
Tetrachlorobenzene, 1,2,4,5-Biphenyl	3.3	5.1	2.2	cis-Heptachlorepoxyde	4.8	10.3	14.1
Pentachlorobenzene	4.0	5.1	3.5	trans-Heptachlorepoxyde	5.3	9.6	N/A
Trifluralin	4.8	12.0	6.0	DDE-o,p'	5.7	8.5	12.5
alpha-HCH	3.3	7.3	5.9	PCB 101	6.2	8.5	16.5
HCB	5.0	7.4	10.0	alpha-endosulfan	6.6	7.8	N/A
beta-HCH	2.8	6.1	3.5	DDE-p,p'	6.0	9.1	14.0
gamma-HCH	3.3	7.3	3.9	Dieldrin	6.6	11.8	N/A
delta-HCH	4.0	7.6	6.1	DDD-o,p'	5.2	8.4	9.5
epsilon-HCH	3.5	6.7	7.8	Endrin	8.0	18.8	N/A
Galaxolide	5.0	13.5	12.1	PCB 118	6.6	8.5	13.8
Tonalide	4.3	11.0	16.1	beta-Endosulfan	6.2	12.6	N/A
PCB 31	8.3	9.7	7.1	DDD-p,p'	4.7	11.9	7.3
PCB 28	7.6	7.4	14.4	DDT-o,p'	6.3	8.6	15.8
Parathion-methyl	4.7	12.2	N/A	PCB 153	6.5	9.0	12.0
Heptachlor	6.2	9.1	10.1	DDT-p,p'	6.2	10.6	N/A
PCB 52	6.2	7.8	11.2	PCB 138	6.5	9.8	10.9
Aldrin	5.4	8.1	13.6	Methoxychlor, p,p'	6.3	11.5	N/A
Parathion	3.9	9.3	14.6	PCB 180	5.6	10.9	10.9
Isodrin	6.2	9.9	N/A	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	3.8	9.2	4.1
Octachlorostyrene	5.5	7.5	6.1	PCB 194	5.8	10.7	3.3

Tabulka II

Přehled opakovatelností (RSD, %) dosažených pro jednotlivé sloučeniny při nástřiku 1 µl v módu cold splitless; n = 10. Pozn. N/A – sloučeninu nebylo možné na dané koncentrační hladině za standardních podmínek detekovat.



Obrázek 10
Opakovatelnost v závislosti na objemu nástřiku

V Tabulce III je uvedeno porovnání opakovatelnosti měření standardu 0.1 ng/ml dosažených při použití různých typů nástřiků – cold splitless (CSL, 1 a 2 μ l), hot splitless (HSL, 1 μ l) a solvent vent (SV, 2 μ l). Opakovatelnost se pohybovala v intervalu 2.2-16.5 %, 4.9-15.6 %, 5.3-23.0 % a 2.6-19.8 % při použití CSL 1 μ l, CSL 2 μ l, HSL

1 μ l a SV 2 μ l v uvedeném pořadí. Vyšší hodnoty RSD (v Tabulce III označeny červeně) byly dosaženy především u sloučenin s vyšším detekčním limitem, tj. hladina 0.1 ng/ml byla velmi blízko jejich detekčního limitu. Pro látky, které nebylo možné na hladině 0.1 ng/ml detekovat, je v tabulce uvedeno N/A.

RSD (%)	CSL 1 μ l	CSL 2 μ l	HSL 1 μ l	SV 2 μ l	RSD (%)	CSL 1 μ l	CSL 2 μ l	HSL 1 μ l	SV 2 μ l
Tetrachlorobenzene, 1,2,4,5-	2.2	7.3	8.7	5.0	cis-Heptachlorepo- xide	14.1	15.6	12.9	13.0
Biphenyl	6.3	5.8	15.3	8.4	trans-Heptachlo- reporide	N/A	N/A	16.0	19.2
Pentachloroben- zene	3.5	6.3	11.9	6.6	DDE-o,p'	12.5	4.9	14.7	13.5
Trifluralin	6.0	8.6	11.3	10.1	PCB 101	16.5	6.3	15.2	7.8
alpha-HCH	5.9	6.3	5.3	2.6	alpha-endosulfan	N/A	N/A	14.1	N/A
HCB	10.0	8.3	14.6	9.8	DDE-p,p'	14.0	7.8	16.3	10.3
beta-HCH	3.5	6.5	7.1	2.8	Dieldrin	N/A	N/A	N/A	N/A
gamma-HCH	3.9	7.8	10.1	5.3	DDD-o,p'	9.5	6.4	12.9	7.1
delta-HCH	6.1	8.7	9.2	4.9	Endrin	N/A	N/A	N/A	N/A
epsilon-HCH	7.8	8.5	11.3	5.1	PCB 118	13.8	10.5	16.5	7.9
Galaxolide	12.1	5.8	12.4	12.4	beta-Endosulfan	N/A	N/A	23.0	N/A
Tonalide	16.1	N/A	15.4	10.8	DDD-p,p'	7.3	6.3	11.6	9.5
PCB 31	7.1	10.0	11.5	10.5	DDT-o,p'	15.8	11.0	14.9	18.1
PCB 28	14.4	12.2	12.1	9.6	PCB 153	12.0	9.5	13.8	16.4
Parathion-methyl	N/A	N/A	13.7	9.0	DDT-p,p'	N/A	12.8	16.1	13.0
Heptachlor	10.1	9.6	9.2	9.2	PCB 138	10.9	11.7	17.0	10.7
PCB 52	11.2	7.4	13.9	10.5	Methoxychlor, p,p'	N/A	14.4	19.1	12.9
Aldrin	13.6	12.1	19.7	13.2	PCB 180	10.9	10.2	14.0	11.8
Parathion	14.6	10.8	13.7	19.8	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	4.1	6.9	10.7	3.8
Isodrin	N/A	N/A	20.0	17.4	PCB 194	3.3	8.4	12.7	9.2
Octachlorosty- rene	6.1	6.8	11.8	10.5					

Tabulka III

Přehled opakovatelností (RSD, %) dosažených pro jednotlivé sloučeniny při měření standardu 0.1 ng/ml při použití různých typů nástřiků; n=10. Pozn. N/A – sloučeninu nebylo možné na dané koncentrační hladině detekovat.

Detekční limit přístroje (IDL)

Detekční limit přístroje (IDL) byl pro všechny analyty vypočten na základě osmi opakování nástřiku standardu 0.1 ng/ml. Výpočet IDL byl proveden s využitím softwaru MassHunter na základě standardního statistického zhodnocení naměřených dat dle vzorce uvedeného níže.

$$IDL_{GCMS} = t \times SD = t \times \frac{\%RSD}{100} \times \text{amount measured}$$

IDL je detekční limit přístroje

T je "t" hodnota Studentova rozdělení pro 99% interval spolehlivosti a n-1 stupňů volnosti

% RSD je relativní směrodatná odchylka z n opakování

Vypočtené detekční limity přístroje na základě měření standardu o koncentraci 0.1 ng/ml při použití různých typů nástřiků jsou uvedeny v Tabulce IV. Pro látky, které nebylo možné na hladině 0.1 ng/ml detekovat, je v tabulce uvedeno N/A a jejich výpočet IDL byl proveden na základě měření standardu o koncentraci 1 ng/ml (viz Tabulka IV – sloupec s označením 1 ng/ml CSL 1 μ l). Z výsledků je patrné, že nejnížší IDL byl pro většinu sloučenin dosažen při použití nástřiku 1 μ l v módu cold splitless. Při použití tohoto typu nástřiku se IDL pro všechny detekované sloučeniny pohyboval v intervalu 0.001-0.109 ng/ml. Nástřik 1 μ l v cold splitless módu byl dále použit pro analýzu reálného vzorku potoční vody.

IDL (ng/ml)	CSL	CSL	HSL	SV	1 ng/ml
	1 µl	2 µl	1 µl	2 µl	CSL 1 µl
Tetrachlorobenzene, 1,2,4,5-Biphenyl	0.005	0.022	0.025	0.030	0.145
Pentachlorobenzene	0.007	0.018	0.032	0.036	0.145
Trifluralin	0.002	0.030	0.032	0.023	0.338
alpha-HCH	0.006	0.019	0.015	0.010	0.206
HCB	0.012	0.027	0.041	0.047	0.210
beta-HCH	0.006	0.023	0.024	0.014	0.173
gamma-HCH	0.002	0.021	0.026	0.018	0.205
delta-HCH	0.005	0.020	0.026	0.013	0.214
epsilon-HCH	0.006	0.026	0.029	0.028	0.189
Galaxolide	0.014	0.016	0.036	0.051	0.380
Tonalide	0.005	N/A	N/A	N/A	0.312
PCB 31	0.023	0.020	0.033	0.060	0.274
PCB 28	0.052	0.025	0.033	0.067	0.207
Parathion-methyl	N/A	N/A	N/A	N/A	0.345
Heptachlor	0.005	0.027	0.023	0.034	0.256
PCB52	0.013	0.024	0.038	0.059	0.221
Aldrin	0.004	0.041	0.059	0.031	0.229
Parathion	0.001	N/A	0.040	0.050	0.256
Isodrin	N/A	N/A	N/A	0.079	0.274
Octachlorostyrene	0.005	0.019	0.034	0.036	0.212
cis-Heptachlorepo- xide	0.003	0.051	0.046	0.042	0.284
trans-Heptachlorepo- xide	N/A	N/A	N/A	7.100	0.273
DDE-o,p'	0.021	0.016	0.041	0.053	0.244
PCB 101	0.014	0.025	0.043	0.041	0.243
alpha-endosulfan	N/A	N/A	N/A	N/A	0.243
DDE-p,p'	0.015	0.024	0.045	0.060	0.253
Dieldrin	N/A	N/A	N/A	N/A	0.329
DDD-o,p'	0.017	0.017	0.036	0.036	0.237
Endrin	N/A	N/A	N/A	N/A	0.567
PCB 118	0.012	0.029	0.047	0.046	0.245
beta-Endosulfan	N/A	N/A	N/A	N/A	0.362
DDD-p,p'	0.012	0.019	0.034	0.027	0.340
DDT-o,p'	0.004	0.035	0.040	0.036	0.239
PCB 153	0.005	0.025	0.040	0.060	0.264
DDT-p,p'	N/A	0.029	0.044	0.026	0.289
PCB 138	0.010	0.033	0.047	0.041	0.278
Methoxychlor, p,p'	N/A	0.040	0.042	0.043	0.320
PCB 180	0.005	0.028	0.044	0.043	0.299
Bis(2-ethylhexyl) ph- thalate	0.109	0.016	0.018	0.018	0.254
PCB 194	0.001	0.025	0.035	0.032	0.301

Tabulka IV

Přehled vypočtených IDL (ng/ml) na základě měření standardu o koncentraci 0.1 ng/ml při použití různých typů nástříků. Pozn. N/A – sloučeninu nebylo možné na dané koncentrační hladině detekovat.

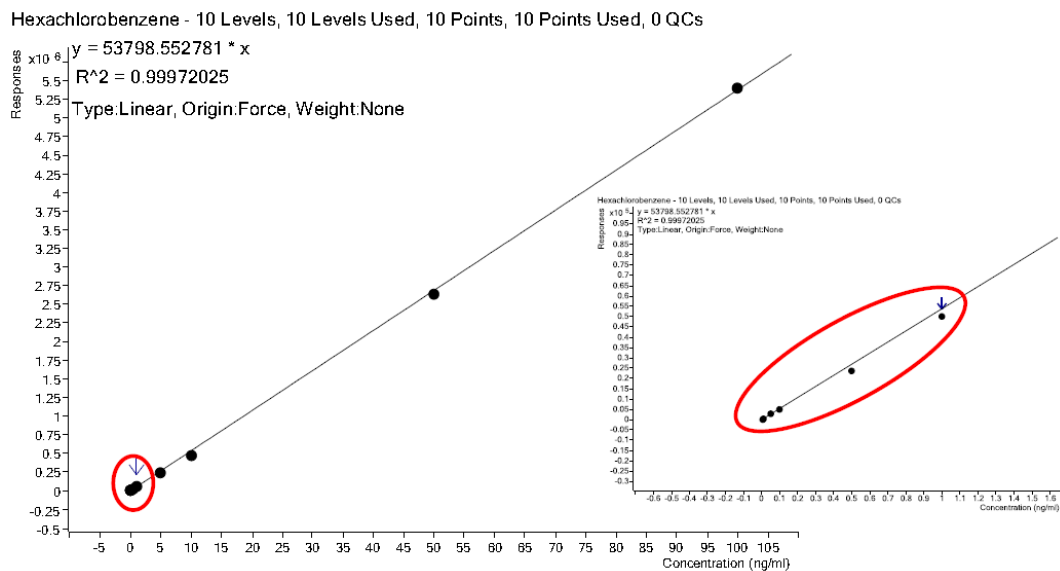
Lineární dynamický rozsah

Linearita měření byla vyjádřena jako regresní koeficient (R^2) vypočtený pro kalibrační křivku v oblasti od nejnižšího kalibračního bodu do 100 ng/ml. Pro všechny analyty se regresní koeficient pohyboval v intervalu 0.9965 - 0.9999. Ukázka kalibrační křivky pro hexachlorbenzen

je uvedena na Obrázku 11. Ukázky chromatogramu nejnižších kalibračních bodů pro jednotlivé sloučeniny jsou uvedeny na obrázku v Příloze 3 (kompletní zpráva jednotlivých výsledků dostupná na vyžádání na ivo.novotny@hpst.cz).

Obrázek 11

Ukázka kalibrační křivky – hexachlorbenzen, 0.005-100 ng/ml, 10 bodů, $R^2 = 0.9997$



Měření vzorků potoční vody – opakovatelnost

Na základě předchozích měření roztoku standardu 0.1 ng/ml byl pro závěrečné měření reálného vzorku potoční vody vybrán nástřík o objemu 1 μ l v módu cold splitless. V rámci měření reálných vzorků byl každý vzorek změřen desetkrát. Nejprve byl změřen přirozeně kontaminovaný vzorek potoční vody, který byl následně uměle kontaminován na tři koncentrační hladiny 0.05, 0.1 a 0.5 ng/ml.

U reálně kontaminovaného vzorku 5 se opakovatelnost (RSD, %) u detekovaných sloučenin pohybovala v intervalu 5.9-23.9%. Relativně vysokých RSD (%) bylo dosaženo z důvodu velmi nízkých koncentračních hladin, na kterých byl

vzorek kontaminován, tj. zjištěné koncentrace byly velmi blízko detekčního limitu. Stejný trend lze pak sledovat i u uměle kontaminovaných vzorků. Vyšší hodnoty RSD (v Tabulce V označeny červeně) byly dosaženy především u sloučenin s vyššími detekčními limity. Pro látky, které nebylo možné v daném vzorku detekovat, je v tabulce uvedeno N/A. Ukázky chromatogramů reálně a uměle kontaminovaného vzorku potoční vody jsou uvedeny v Příloze 2 (kompletní zpráva jednotlivých výsledků dostupná na vyžádání na ivo.novotny@hpst.cz).

RSD (%)	Vzorek 5	SP1	SP2	SP3
		0.05 ng/ml	0.1 ng/ml	0.5 ng/ml
Tetrachlorobenzene, 1,2,4,5-	5.9	3.3	3.1	1.3
Biphenyl	6.9	2.9	2.0	1.9
Pentachlorobenzene	7.1	3.2	2.2	2.6
Trifluralin	N/A	9.0	4.0	4.9
alpha-HCH	13.8	3.7	3.4	4.7
HCB	9.2	5.6	3.8	2.3
beta-HCH	N/A	4.9	3.7	2.1
gamma-HCH	22.2	6.1	4.1	2.3
delta-HCH	N/A	12.6	5.8	3.4
epsilon-HCH	N/A	10.5	4.2	3.7
Galaxolide	14.9	5.8	3.3	2.7
Tonalide	15.2	6.8	5.0	3.2
PCB 31	17.3	7.5	4.9	3.4
PCB 28	10.6	8.6	6.9	6.4
Parathion-methyl	N/A	12.7	12.5	4.7
Heptachlor	N/A	8.4	5.8	3.7
PCB 52	N/A	6.3	2.7	1.8
Aldrin	N/A	N/A	15.3	2.4
Parathion	N/A	13.8	8.5	4.1
Isodrin	N/A	N/A	14.0	8.4
Octachlorostyrene	N/A	5.8	3.2	2.0
cis-Heptachlorepoxyde	N/A	13.0	8.9	4.9
trans-Heptachlorepoxyde	N/A	N/A	29.3	4.3
DDE-o,p'	N/A	7.5	4.7	2.3
PCB 101	N/A	4.3	6.9	1.3
alpha-endosulfan	N/A	N/A	28.9	7.9
DDE-p,p'	14.2	7.9	2.8	1.8
Dieldrin	N/A	N/A	12.3	7.6
DDD-o,p'	17.2	6.7	4.5	3.4
Endrin	N/A	N/A	N/A	7.4
PCB 118	N/A	6.2	3.0	3.4
beta-Endosulfan	N/A	N/A	18.4	8.0
DDD-p,p'	14.5	6.1	4.3	1.8
DDT-o,p'	13.6	13.0	21.9	11.3
PCB 153	14.5	10.0	3.9	4.1
DDT-p,p'	11.0	10.9	22.9	18.1
PCB 138	11.7	7.0	4.1	2.5
Methoxychlor, p,p'	N/A	14.3	21.3	11.5
PCB 180	23.9	11.5	5.1	2.3
Bis(2-ethylhexyl) phthalate	13.1	5.8	3.6	1.5
PCB 194	N/A	6.6	4.9	2.2

Tabulka V
Přehled opakovatelností (RSD, %) dosažených pro jednotlivé sloučeniny při měření reálně (Vzorek 5) a uměle kontaminovaného vzorku (SP1, SP2, SP3) potoční vody při nástřiků 1 µl v módu cold splitless; n=10. Pozn. N/A – sloučeninu nebylo možné v daném vzorku detekovat.

Závěr

Na základě výsledků získaných základním testováním výkonu nového GC/MS/MS systému Agilent Technologies 7010 Series lze reálně zhodnotit skutečné detekční limity pro vybrané analyty na základě získaných % RSD, které jsou, společně se skutečnými chromatografickými záznamy, nejvhodnějším způsobem objektivního zhodnocení reálných možností stroje. Konfigurace stroje využívající technologie pro vysokou robustnost a dlouhodobou stabilitu jako např. CFT - backflush modul ukazují, že tyto prvky patří k neoddelitelným součástem konfigurací především u instrumentů určených pro ultrastopovou analýzu ve složitých matricích.

Multimode/PTV injektor dále umožňuje v případě potřeby ještě výrazněji posunout detekční limity nástřikem většího objemu vzorku, a to běžně 4 – 8 nebo i 25 a více mikrolitrů v závislosti na typu matrice a potřebných detekčních limitech.

Výhodou vysoké citlivosti modelu 7010 Series a tedy možnosti nástřikovat menší objemy vzorků (především těch s komplikovanou

matricí) přináší výrazně nižší kontaminaci systému, delší životnost spotřebního materiálu (linery, kolony), což snižuje celkové provozní náklady a výrazně snižuje také potřebu údržby a čištění především iontového zdroje samotného MS/MS detektoru.

V případě minimalizace manuální údržby celého systému a potřeby udržení maximálního výkonu MS/MS detektoru lze systém vybavit technologií SCIS (Self Cleaning Ion Source), která využívá reaktivity vodíku přidávaného do iontového zdroje ve velice malých množstvích, čímž udržuje iontový zdroj kontinuálně čistý, nebo aktivně v potřebných intervalech iontový zdroj čistí nezávisle na samotných analýzách.

Ivo Novotný

ivo.novotny@hpst.cz

Kamila Kalachová

Agilent Technologies

Tipy a triky pro lepší spojení v plynové chromatografii

Pro správný chod Vašeho plynového chromatografu je důležitá těsnost celého systému. Kontrola připojení veškerých komponent je klíčem k prodloužení životnosti nejen kolon, ale i k prevenci údržby samotného přístroje. Zdroje úniku mohou způsobit:

- zašumění signálů,
- ztráta drahého, vysoce kvalitního nosného plynu,
- zkrácení životnosti kolony i detektoru,
- snížení citlivosti systému,
- snížení výtěžnosti signálů.

Agilent Technologies publikoval několik užitečných posterů s věcnými radami a připomínkami, jak zamezit únikům v plynové chromatografii. Pojdme si je připomenout.

1. Jak najít správný typ ferule a matek?

Je důležité zvolit vhodné matice a ferule pro Vaši aplikaci. Pokud pracujete s hmotnostním detektorem (MSD) nebo s detektorem elektronového záchytu (ECD), doporučujeme použít ferule a matice ze slitiny grafitu/polyimidu. Pokud Vaše aplikace vyžaduje inertnost systému, doporučujeme použití spoje UltiMetal Plus. Tento spoj je doporučen i pro technologii CFT (*Capillary Flow Technology*), kdy se eliminuje únik nosného plynu a možnost poškození kolony během instalace. UltiMetal ferule a matice jsou z nerezové slitiny potažené inertní vrstvou a snadno se instalují (Obrázek 1).

2. Jak nejlépe utěsnit ale nepřetáhnout?

Jednou z nejčastějších chyb při utahování spojky je přetažení. Při instalaci kolony u nástřiku může přetažení způsobit rozdrčení ferule, rozštípnutí lineru, kontaminace cesty nebo vytvoření aktivních míst. Při přetažení instalované kolony u detektoru může dojít i k poškození rozhraní, a taková chyba může vyjít drah. Agilent tento rok zavedl nový druh samoutahovacích matic, které spolehlivě zamezí únikům i přetažení (Obrázek 2).

Výběr vhodných sept a linerů pro split/splitless nástřik jsou dalšími významnými kritérii pro zaručení těsnosti celé GC cesty.

3. Správná instalace kolony

Při instalaci kolony je nutné dodržet pár základních zásad; pracujeme v čistých gumových rukavicích, dle vnitřního rozměru kolony musíme

zvolit i rozměr ferule. Při seřezávání kolony je nutné použít správně zvolený řezák. Řez musí být rovný, čistý, je dobré jej zkontrolovat přes lupu, aby neunikly žádné otřepy. Také je dobré zkontrolovat délku konce kolony vkládané do nástřiku i detektoru pomocí pravítka z opačné strany keramického řezáku.

4. Udržujte čistotu

Pomocí filtrů Agilent Gas Clean můžete nosný plyn vyčistit od kyslíku, vlhkosti a jiných nečistot. Při instalaci kolony zabráníte kontaminaci nečistotami jako jsou pot, mastnota, soli a další, když si oblečete rukavice. Podobně předejdete kontaminaci kolony a detektoru při nainstalování filtračních patron nosného plynu. A můžete i ušetřit za pořízení nosného plynu, když místo helia o čistotě 99,9999 % (6,0) nebo 99,999 % (5,0) zakoupíte helium 99,996 % (4,6). To Vám ušetří až 30 % nákladů a stále dosáhnete kvalitních analytických výsledků. Při použití detektoru úniku se zase můžete ujistit o těsnosti systému a předejít ztrátám plynu. UltiMetal Plus nerezové potrubí a fitinky pro vedení nosného plynu zabezpečí optimální čistotu GC systému.

5. Snížení netěsností a redukování šumu pozadí u hmotnostní detekce

Agilent vyvinul i samoutahovací matice pro uchycení kolony u hmotnostního detektoru nebo u detektoru s elektronovým záchytem. Nepotřebujete další náklady na pořízení příslušenství nebo adaptérů. Matice se utahuje pouze rukou, žádným klíčem. Inovativní pružinový píst uvnitř matice zabrání přetažení. Matice se používá s krátkými ferulemi ze slitiny grafit/polyimid, odolné do 350 °C. Těsnost matic zaručuje kvalitní analýzu i po stovkách nástřiků bez jediného dotahování. Ušetříte čas i peníze a získáte kvanta kvalitních analytických výsledků. Lepší spojení vede k lepším GC výsledkům.

Pro získání více informací prosím navštivte webové stránky www.labicom.cz nebo se obraťte na náš tým specialistů pro spotřební materiál.

Jana Havelková
info@labicom.cz



Obrázek 1
Agilent Flexible metal ferule



Obrázek 2
Agilent samoutahovací matice



Obrázek 3
Agilent Gas Clean filtry

LIMS a SDMS v moderní laboratoři



Obrázek 1
Integrace SDMS a LIMS

Za poslední dekádu dosáhly možnosti elektronického zpracování výsledků opět velkých kroků kupředu. Díky mílovým krokům ve výpočetní technice a novým softwarovým platformám se stávají tyto technologie dostupné i pro menší laboratoře a firmy. Rádi bychom Vás v tomto krátkém článku seznámili s novými možnostmi elektronických systémů, se kterými se můžete v laboratořích setkat.

Pod zkratkou **LIMS** neboli „**L**aboratory **I**nformation **M**anagement **S**ystem“ je označován, většinou z Vás již známý, elektronický systém sloužící zejména pro zpracování a reportování výsledků a informací z laboratoře až po skladový systém ve firmě. Příkladem může být vygenerování ID šarže, naměření dat označených dle této šarže a automatické zpracování a report výsledků. Na druhou stranu LIMS ve většině případů není určen pro ukládání naměřených dat a už vůbec ne v různých formátech generovaných různými výrobci analytických systémů.

Novější technologie **SDMS** neboli „**S**cientific **D**ata **M**anagement **S**ystem“ je určena především k ukládání velkých objemů dat pocházejících z různých zdrojů v laboratořích od vah, pH metrů až po chromatografické a spektroskopické instrumenty. Je možné ukládat také běžnou dokumentaci od kancelářských balíčků po multimedia.

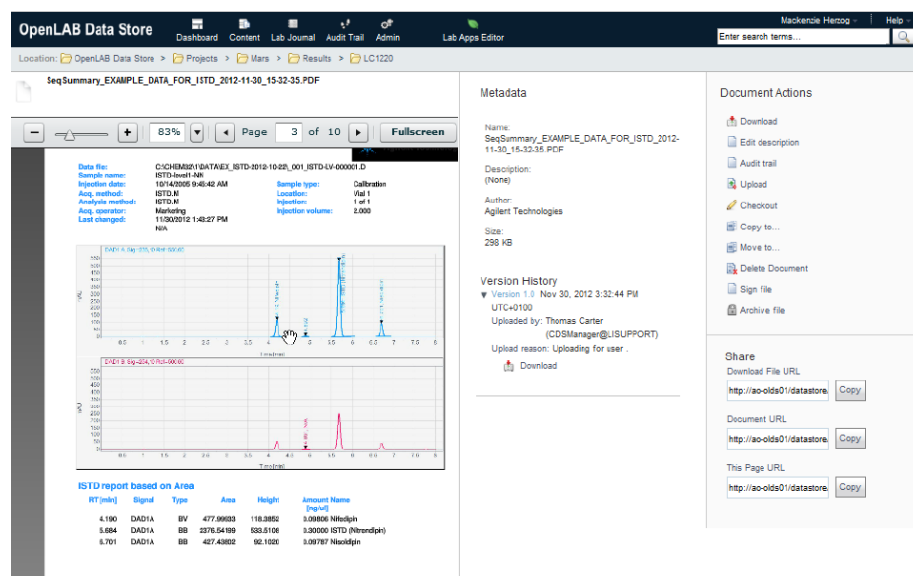
Výhody jsou zřejmé – umístění dat na jedno

místo a v přehledné struktuře. Na tomto místě probíhá i nezbytná záloha, takže data z jednotlivých stanic, odkud sběr probíhá, již není nutné zálohovat. Integrace těchto dvou systémů je pak přínosem pro:

- rychlý přenos zdrojových požadavků k požadovanému instrumentu,
- zajištění uložení dat dle požadavků 21 CFR Part 11,
- zvýšení produktivity – data ze všech strojů jsou ke čtení na jednom místě,
- zvýšená kapacita – uživatelé neztrácejí čas s přenášením dat z jednoho systému na druhý.

Agilent Technologies investoval v posledních letech do vývoje těchto systémů nemalé prostředky. **OpenLAB Data Store** je **SDMS** úložiště, postavené na open source ECM systému Alfresco. Díky modifikaci robustního a otevřeného systému je pořizovací cena takového řešení více než příznivá, navíc úložiště splňuje požadavky **21 CFR Part 11**. Díky ukládání verzí dokumentů a dat může sloužit jako dokumentační systém pro celou firmu, a není tak omezen jenom pro laboratoř. Více informací o našich řešeních naleznete na našich webových stránkách v sekci **Software**.

Michal Novotný
michal.novotny@hpst.cz



Obrázek 2
Webové rozhraní OpenLAB Data Store

Lipidy jsou problém všude tam, kde se měří stopová rezidua látek (typicky pesticidů v potravinách nebo léčiv v tkáních). Lipidy se rády usazují na koloně, zkracují její životnost a snižují citlivost analýzy kvůli iontové supresi. Usazují se také na MS zdroji a zvyšují nároky na jeho údržbu.

Současné metody odstranění lipidů ze vzorku jsou zatíženy nízkou výtěžností analytů, protože část analytů se odstraní spolu s tuky. To už nyní neplatí!

Agilent přináší nový produkt z řady QuEChERS: **Enhanced Matrix Removal (EMR) - Lipid**, obsahující unikátní sorbent, který selektivně odstraňuje lipidy z komplexních matic i ze vzorků s velmi vysokým obsahem tuku, jako je například avokádo.

Inovativní sorbent v produktu EMR-Lipid ve formě QuEChERS významným způsobem redukuje matriční efekty a zlepšuje výtěžnost analytů. Může být použit pro stanovení polárních, středně polárních i nepolárních analytů ve vzorcích s vysokým obsahem tuku.

Výhody EMR-Lipid QuEChERS jsou následující:

Vyšší produktivita:

- vyšší citlivost a lepší odstup signálu od šumu umožní rychlejší zpracování dat a vyšší dostupnost vzorků zpracovávaných laboratoří.

Nižší náklady:

- čistší vzorky znamenají menší potřebu údržby MS zdroje; zbyde více času na vlastní analýzu vzorků a odpadnou časové ztráty způsobené řešením problémů a opravami přístroje.

Zjednodušený pracovní postup:

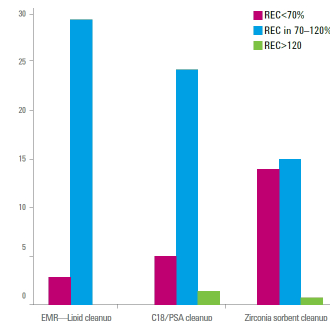
- standardizovaná jednoduchá procedura s jedním sorbentem, která maximalizuje výtěžky analytů z různých typů vzorků, šetří čas a peníze díky nižším nákladům na materiál, vybavení, zaškolení pracovníků a dokumentaci.

Kvalitnější výsledky:

- čistší vzorky vedou k lepší opakovatelnosti a reprodukovatelnosti výsledků, vyšší spolehlivosti výstupních dat, rychlejšímu zpracování dat a nižšímu počtu opakovaných analýz.

Jitka Berková

jitka.berkova@labicom.cz



Obrázek 1

Počet analytů s výtěžností 70-120 % (modré sloupce) při stanovení veterinárních léčiv v hovězích játrech za použití sorbentů Agilent EMR, C18/PSA a zirkonového sorbentu.



Agilent 4200 TapeStation: plně automatizovaná kontrola kvality Vašich vzorků

Kvantita a kvalita DNA nebo RNA je pro většinu metod z oblasti molekulární biologie hlavním faktorem, který ovlivňuje přesnost a správnost získaných výsledků. Potřeba stanovení obou těchto parametrů vzrostla s rozvojem metod jako je qPCR, microarrays a především NGS (next-generation sequencing).

Agilent Technologies je již řadu let předním výrobcem přístrojů, které svým uživatelům poskytují informace nejen o množství nukleové kyseliny obsažené v jejich vzorku, ale také v jaké „kondici“ se jejich vzorek nachází. Přístroj 2100 Bioanalyzer se tak dávno stal zlatým standardem QC (quality control) v mnoha laboratořích využívajících metodu NGS.

A právě postupné začleňování NGS do ob-

lasti klinického výzkumu a kliniky jako takové vedlo k potřebě uspokojit zákazníkův požadavek na rychlou a snadnou analýzu větších souborů vzorků. Všechny tyto požadavky splňuje nejnovější analyzátor 4200 TapeStation. Plně automatizovaný přístroj umožňuje analýzu kvantity a kvality nukleových kyselin v až 96 vzorcích za méně než 90 minut. Díky širokému portfoliu předplněných gelových „ScreenTapes“ opatřených barkódem se přístroj flexibilně přizpůsobí Vaším aktuálním požadavkům a stane se nedílnou součástí Vaší laboratoře a analýz.

Iva Šenitková

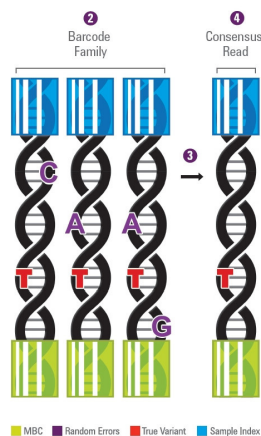
iva.senitkova@hpst.cz



Obrázek 1

Agilent 4200 TapeStation

System pro detekci somatických mutací s nízkou frekvencí za použití molekulárního barkódování HaloPlex HS



Obrázek 1
Princip molekulárního barkódování

Detekce somatických variant i heterogenní buněčné populace je klíčovým prvkem v řadě aplikací jako jsou: evoluční studie, studie imunologické diverzity a hlavně nádorový výzkum a diagnostika v oblasti heterogenity nádorů a jejich iniciace a progresu. Ve všech těchto případech se může jednat o detekci somatických variant o nízké frekvenci výskytu například pod 0,5 % ve studované buněčné populaci. Teoreticky metody sekvenování nové generace (NGS) umožňují detekovat při dostatečně hlubokém sekvenování mutaci o jakékoli frekvenci, ale prakticky tyto metody narážejí na chybovost přípravy vzorku a hlavně samotné sekvenace.

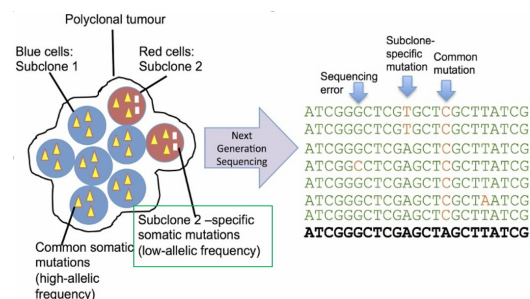
Princip

System vyvinutý v Agilent Technologies nepřesnost stávajících sekvenčních technologií obchází použitím molekulárního barkódování. Princip je ukázán na Obrázku. Spočívá v připojení unikátního identifikátoru (MBC, molekulární barkód) ke každému amplikonu, čímž dojde k identifikaci duplicitních čtení. V systému HaloPlex HS je k dispozici takových MBC více jak 106. Zjednodušeně se systém dá popsat ve 4 krocích: 1. alignment čtení, 2. seskupení čtení do skupin podle sekvence, 3. seskupení čtení do skupin podle přítomného MBC, 4. nalezení konsenzuální sekvence čtení (odstranění PCR duplikátů).

Průkaz použití

HaloPlex HS je ukázán v jednoduchém poku-

su, kdy byly použity buněčné linie projektu HapMap se známými mutacemi (NA18507 a NA10831) a smíchány v odpovídajících poměrech.

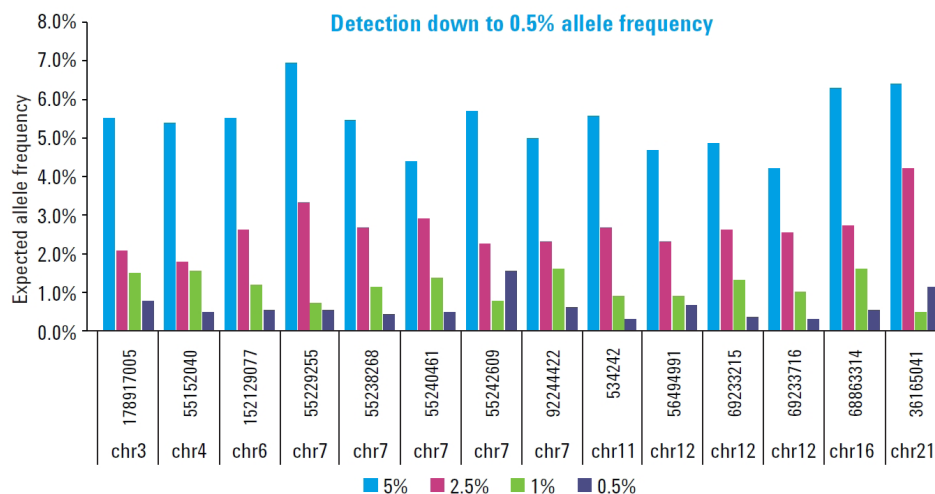


Z těchto buněčných mixů byly připraveny knihovny systémem HaloPlex HS a osekvenovány při hloubce sekvenování 2000 — 4000X. Výsledky jsou v perfektní shodě s teoreticky očekávanými frekvencemi. Navíc tento systém je velmi vhodný i pro vzorky s degradovanou DNA (např. FFPE), kdy opět vysoká citlivost a přesnost umožňuje rozlišit pravé varianty od artefaktů pocházejících z přípravy vzorku nebo přípravy knihovny. Celý systém je, jak je u Agilentu zvykem, doplněn zdarma dostupnou webovou aplikací pro prohlížení katalogových a tvorbu vlastních designů — SureDesign a též zdarma dostupným nástrojem pro analýzu dat a interpretaci SureCall.

Zbyněk Halbhuber

zbynek.halbhuber@hpst.cz

Obrázek 2
Prokázání citlivosti a přesnosti systému pro detekci variant o nízké frekvenci – HaloPlex HS



Uživatelská školení pořádaná společností HPST

30

Každoročně pro Vás připravujeme celou řadu školení týkajících se analytických principů, separačních metod, instrumentace a řídicích a vyhodnocovacích softwarů Agilent Technologies. Mezi jedno z nejoblíbenějších školení patří bezesporu školení zaměřené na software. V tomto čísle časopisu bychom Vám o tomto typu školení rádi pověděli něco více.

Velký důraz klademe na to, aby byla výuka maximálně efektivní a uživatelé si odvezli co nejvíce poznatků a dovedností, které jim usnadní práci s nastavením metod, vyhodnocováním naměřených dat i reportováním výsledků. I proto je kapacita našich školení velice omezená.

Školitel má díky tomu prostor se účastníkům individuálně věnovat u přiděleného počítače s nainstalovaným softwarem. Během školení se dopodrobna seznámíte s logikou softwaru, možnými přístupy práce včetně toho, že nahlédnete do všech možných zákoutí softwaru. Díky tomuto školení objevíte spoustu užitečných funkcí, o kterých jste doposud možná neměli ani ponětí. Veškerá teorie je obratem přenesena do praxe za přímé pomoci školitele.

Výsledkem bude, že zpracování a vyhodnocování dat Vám již nebude zabírat tolik času a Vy jej budete moci využít k důležitějším činnostem.

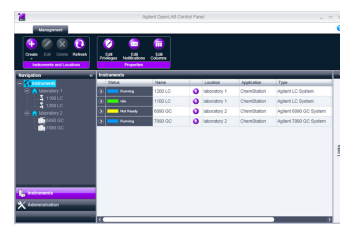
Ze školení si každý účastník odveze kompletní materiály, které mu v budoucnu pomůžou si jednotlivá témata připomenout.

Školení pořádáme ve čtyřhvězdičkovém hotelu Golf & Spa Resort Kunětická Hora v Pardubickém kraji. V hotelu a jeho okolí je k dispozici široké zázemí pro relaxaci. Pro účastníky je k dispozici krásné saunové centrum s přírodním rybníčkem. Okolo přilehlého golfového hřiště je 4 km dlouhá in-line stezka, kterou lze využít i k rannímu běhu nebo podvečerním procházkám. Nezapomeňte si tedy přivést brusle, boty na běhání nebo třeba kolo, na kterém můžete prozkoumat i širší okolí.

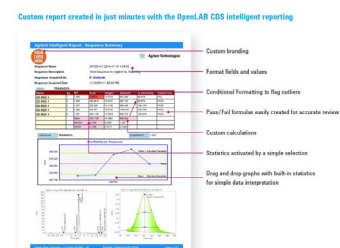
Pokud rádi hrajete na jakýkoliv hudební nástroj, budeme moc rádi, pokud si ho vezmete s sebou. Večery si obvykle zpřijemňujeme po dobré večeři u sklenky vína právě hraním a zpíváním.

Nejblíží softwarová školení budou zaměřená na OpenLab, MassHunter pro GC/MS a Mass Hunter pro LC/MS/QQQ a budou probíhat ve dnech 2.-6. listopadu 2015, další potom v březnu a listopadu následujícího roku. Pokud máte zájem, podrobné informace ke všem pořádaným školením najdete na našich webových stránkách www.hpst.cz/služby.

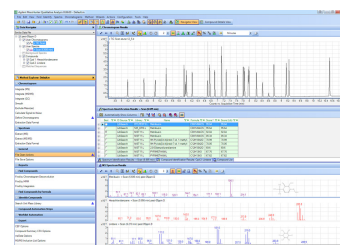
Růžena Penížková
ruzena.penizkova@hpst.cz



Obrázek 1
Konfigurační okno SW OpenLAB



Obrázek 2
Ukázka "Custom Intelligent Report"



Obrázek 3
Náhled okna softwaru MassHunter



Obrázek 3
Hotel Golf & Spa Resort Kunětická Hora

Servisní smlouvy

...nejen pro akreditované laboratoře

V minulém čísle našeho časopisu ChromAtoMol jsme Vás seznámili se servisním týmem HPST a s tím, jaké služby zákazníkům poskytujeme. V tomto čísle Vám podrobněji představíme službu, kterou využívá velká část zákazníků provozující laboratoře v režimu SLP/SVP (GLP/GMP), a to se servisními smlouvami. V současné době nabízíme dva typy servisních smluv: rámcovou servisní smlouvu a paušální servisní smlouvu.

1. Rámcová servisní smlouva

Tato smlouva je vhodná pro zákazníky, kteří chtějí mít servisní spolupráci z jakýchkoli důvodů definovanou smluvně. Vhodná je i pro zákazníky, kteří mají své instrumenty v záruce. Ve smlouvě se definují odezvy, způsob objednání, pravidelné preventivní zásahy, slevy, podmínky splatnosti aj.

Základní charakteristiky rámcové servisní smlouvy:

- **HPST hlídá termíny pravidelných služeb**

Smlouva obsahuje ujednání o provedení pravidelných preventivních údržeb a případně validací. Servisní koordinátor zákazníka včas kontaktuje a domluví s ním vhodný termín. Zákazník podléhající auditům se z tohoto důvodu nemusí obávat nesplnění požadavku termínu preventivních zásahů.

- **Sleva**

Zpravidla bývá součástí smlouvy dojednána sleva na provedení pravidelných preventivních údržeb a validací.

- **Rychlost odezvy**

Zákazník se smlouvou má definovanou odezvu v případě závady instrumentu. Smluvní zákazníci mají zajištěn přednostní nástup servisního technika na opravu.

- **Flexibilita**

Zákazník ve smlouvě definuje odpovědnou osobu pro objednávání servisu. Písemná žádost této odpovědné osoby je pro HPST dostačující k zahájení opravy – tím odpadá časová prodleva vznikající vystavením oficiální objednávky.

- **Fakturace**

Fakturace se provádí vždy až po dodání služeb, tzn. fakturují se vždy pouze provedené služby, opravy, dodaný materiál.

2. Paušální servisní smlouva

Tato smlouva je vhodná především pro laboratoře, kde je preferován pevný finanční rámec (budget) a je potřeba co nejvíce zredukovat administrativní zátěž. Zpravidla se také jedná o laboratoře, které jsou maximálně vytíženy.

Základní charakteristiky paušální servisní smlouvy:

- **Pokrytí a cena**

Ve smlouvě se definuje, co vše bude smlouvou pokryto – ve většině případů se jedná o preventivní údržbu včetně definovaného spotřebního materiálu, opravy včetně potřebných náhradních dílů a případně i o validace. Na základě tohoto se stanoví cena, která je pro dané období fixní a neměnná. V průběhu platnosti smlouvy se minimalizuje administrativní zatížení.

- **Rychlost odezvy**

Zákazník s paušální smlouvou má nejvyšší prioritu v rámci všech servisních činností.

- **HPST hlídá termíny pravidelných služeb**

Hlídaní termínů pravidelných služeb je samozřejmostí a probíhá podle stejných pravidel jako u rámcových smluv.

- **Flexibilita**

Se zákazníky dojednáváme a upravujeme podmínky tak, aby výsledná smlouva splňovala potřeby a požadavky zákazníka.

- **Fakturace**

Fakturace se provádí v rovnoměrných splátkách v pravidelných intervalech dle požadavku zákazníka (čtvrtletně, pololetně, ročně).

Pokud byste se chtěli dozvědět více o tom, jak smlouvy fungují v praxi, kontaktujte prosím naše servisní oddělení nebo přímo Ing. Růženu Penížkovou. Pokud budete mít zájem, je možné se domluvit i na osobní schůzce.

Růžena Penížková

ruzena.penizkova@hpst.cz

Management

Karel Vranovský
generální ředitel

Tel.: +420 244 001 238
Mob.: +420 725 924 019

Naděžda Jeřábková
manažer obchodu
(HPLC, CE, disoluce)

Tel.: +420 244 001 242
Mob.: +420 724 252 914

Alexandr Skála
manažer servisu,
(servis GC/MS, LC/MS)

Tel.: +420 244 001 243
Mob.: +420 724 803 434

Michaela Kopalová
manažer administrativy
(objednávky přístrojů)

Tel.: +420 244 001 234
Mob.: +420 602 330 264

Daniela Tršová
manažer marketingu

Tel.: +420 244 001 232
Mob.: +420 602 158 401

Zbyněk Halhuber
manažer pro skupinu
genomiky a diagnostiky

Tel.: +420 244 001 245
Mob.: +420 607 081 918

Obchodní oddělení

Jan Kovář
produktový specialista
(HPLC, CE)

Tel.: +420 244 001 231
Mob.: +420 607 081 917

Jitka Zrostlíková
produktový specialista
(LC/MS)

Tel.: +420 244 001 249
Mob.: +420 606 047 034

Ondřej Lacina
aplikační specialista
(LC/MS)

Tel.: +420 244 001 249
Mob.: +420 602 600 235

Ivo Novotný
produktový specialista
(GC/MS, ICP-MS, XRD)

Tel.: +420 244 001 240
Mob.: +420 724 309 027

Jan Marek
produktový specialista
(GC, MP-AES, ICP-OES, AAS)

Tel.: +420 244 001 231
Mob.: +420 606 050 908

Iva Šenitková
produktový specialista
(genomika a diagnostika)

Tel.: +420 244 001 245
Mob.: +420 702 281 171

Irena Findejsová
spotřební materiál
(genomika a diagnostika)

Tel.: +420 244 001 245
Mob.: +420 731 538 641

Michaela Pluskalová
odb. asistent obch. týmu
(genomika a diagnostika)

Tel.: +420 244 001 231
Mob.: +420 736 606 878

Veronika Dubová
finanční analytik

Tel.: +420 244 001 239
Mob.: +420 724 299 522

Michaela Vránová
marketingový specialista

Tel.: +420 244 001 232
Mob.: +420 731 157 661

Servisní oddělení

Jan Adamiec

Servis LC, CE, UV/Vis,
LC/MS, FTIR

Tel.: +420 244 001 244

Mob.: +420 602 261 365

Zbyněk Boháček

Aplikační podpora,
servis GC, GC/MS, LC

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 724 805 278

Petr Dušek

Servis LC/MS, GC, GC/MS,
gen. plynů

Tel.: +420 244 001 246

Mob.: +420 724 807 189

Tomáš Fojtík

Servis ICP-OES, ICP-MS,
AAS

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 702 287 862

Martin Juříček

Servis ICP-MS, OES, AAS,
MP-AES, gen. plynů

Tel.: +420 244 001 246

Mob.: +420 724 703 774

Radek Koláčný

Servis LC, CE, UV-Vis,
disoluce

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 724 891 356

Vladimír Navara

Servis GC, GC/MS,
headspace, desorpce

Tel.: +420 244 001 247

Mob.: +420 724 805 769

Michal Novotný

Softwarový specialista,
IT specialista

Tel.: +420 244 001 244

Mob.: +420 724 309 037

Rostislav Pantůček

Servis LC, automatizace

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 725 341 292

Růžena Penížková

Servisní smlouvy, servis
přístrojů pro genomiku

Tel.: +420 244 001 230

Mob.: +420 724 305 436

Vít Peterka

Servis přístrojů
pro genomiku

Tel.: +420 244 001 244

Mob.: +420 605 205 892

Milan Souček

Servis GC, GC/MS

Tel.: +420 244 001 243

Mob.: +420 602 651 576

Hana Lišková

Servis GC, GC/MS

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 602 319 689

Administrativa

Ludmila Freyová

logistika, objednávky
spotřebního materiálu

Tel.: +420 244 001 236

Mob.: +420 724 105 611

Dagmar Lehká

příjem oprav,
koordinace servisu

Tel.: +420 244 001 237

Mob.: +420 724 004 993

Lenka Hejná

příjem oprav,
koordinace servisu

Tel.: +420 244 001 247

Mob.: +420 727 812 449

Kateřina Doušová

asistentka

Tel.: +420 244 001 231

Mob.: +420 724 804 643

Labicom s.r.o.

Robert Kukula

kolony a spotř. mat.,
oblast Čechy-severozápad

Mob.: +420 724 807 092

Jitka Berková

kolony a spotř. mat.,
oblast Čechy-jih

Mob.: +420 602 777 356

Jana Havelková

kolony a spotř. mat.,
oblast Morava-sever

Mob.: +420 607 006 300

Inka Šušková

kolony a spotř. mat.,
oblast Morava-jih

Mob.: +420 725 586 483

Markéta Donthová

kolony a spotř. mat.,
obl. - východ Čech a Moravy

Mob.: +420 731 479 740

Jaroslav Andrlé

kolony a spotř. mat.,
oblast Čechy-severovýchod

Mob.: +420 725 586 483

HPST, s.r.o.

Písnická 372/20

142 00 Praha 4

Česká republika

Tel.: +420 244 001 231

Fax: +420 244 001 235

E-mail: info@hpst.cz

Web: www.hpst.cz



hpst