

Izveštaji/ Reports

„ANALYTICAL SKILLS DEVELOPMENT
COURSE“,
15-29.11.2013, HELSINKI, FINSKA

Snežana Đorđević,

Centar za kontrolu trovanja, Vojnomedicinska akademija, Beograd

Kurs pod nazivom „Analytical skills development course“, održan je od 15. do 29. novembra 2013. godine u Helsinkiju, Finska. Kurs su pohađali učesnici iz 19 zemalja Evrope, Afrike, Azije i Južne Amerike.

Kurs se sastojao iz teorijskog i praktičnog dela. U okviru teorijske nastave prikazani su principi gasne hromatografije i detektori koji se koriste u sprezi za gasnim hromatografom, sa akcentom na maseno-spektrometrijom detektoru.

Prezentovani su osnovni delovi i funkcija gasnog hromatografa. Detaljno su opisane kolone za gasnu hromatografiju (vrste stacionarnih faza, efikasnost kolone, retencioni faktori, razdvajanje komponenata, tipovi kolona). Na

različitim primerima prikazano je testiranje kolona (određivanje efikasnosti, kontaminacije, aktivnosti). Opisani su i gasovi koji se koriste u gasnoj hromatografiji, određivanje protoka kroz kolonu. Na primerima je pokazano kako se bira kolona u zavisnosti od vrste jedinjenja koje se analizira (dužina, dijametar kolone, polarnost i debljina filma stacionarne faze). Detaljno su izloženi načini injektovanja uzorka u zavisnosti od vrste analize i analita koji se traži. Prikazani su univerzalni i selektivni detektori i objašnjena je njihova primena u analizi otrovnih hemijskih supstanci. Takođe, objašnjeni su osnovni principi kvalitativne analize i parametri koji mogu da pomognu u identifikaciji supstanci (retenciono vreme, retencioni indeks). U okviru kvantitativne analize prikazane su metode eksternog i internog standarda, kao i metoda dodatog standarda. Na poslednjoj prezentaciji



prikazano je korisničko održavanje opreme i mogućnosti rešavanja problema (curenje gasa, zamena septuma, skraćivanje i menjanje kolone, čišćenje i zamenjena lajnera, primena QC („quality control“) testa u proveru ispravnosti instrumenta).

Ukratko su prikazani principi brze gasne hromatografije, što je nova metoda u analitičkoj hemiji.

U okviru rada u laboratoriji učesnici su obučeni da skraćuju kapilarnu kolonu, menjaju septum i lajner, rukuju špricem za gasnu hromatografiju i instaliraju *pres-fit* konektor. Pokazan im je softver koji upravlja radom gasnog hromatografa. Izvršena je analiza gasa i izračunavani su linearni i zapreminski protoci gasa nosača.

Na praktičnom delu nastave učesnici su imali zadatke koje su samostalno rešavali na osnovu prethodno stečenih teorijskih znanja.

U laboratorijskim uslovima vršeno je injektovanje gasne smeše i promena načina injektovanja i temperaturnih uslova da bi se dobilo zadovoljavajuće razdvajanje. Primenom splitless i split injektovanja, kao i promenom protoka gasa nosača i temperature kolone u izokratskom programu, dobijeno je dobro razdvajanje. Nakon toga pod istim analitičkim uslovima je injektovana QC smeša i na osnovu dobijenih hromatograma, primenjenog protoka gasa nosača, kolone i temperature, kao i na osnovu hemijske strukture, procenjivan je redosled eluiranja ispitivanih jedinjenja u osmokomponentnoj smeši.

Praktični deo rada u laboratoriji obuhvatio je i zadatak podešavanja analitičkih uslova na gasnom hromatografu sa plameno-jonizacionim detektorom za dobro razdvajanje dvokomponentne smeše i izračunavanje sadržaja nepoznate smeše.

Na osnovu analize QC smeše i dobjenog hromatograma u okviru druge analize izračunavana su apsolutna i relativna retenciona vremena, kao i retencioni indeksi analita pod određenim analitičkim uslovima.

Svi dobijeni rezultati su komentarisani i povezivani sa teorijskim znanjem.

U okviru maseno spektrometrijske analize objašnjeni su principi funkcionisanja kvadrupolnog analizatora i jonske zamke, kao i sprega više masenih analizatora (tandem maseni kvadrupolni analizatori). Prikazane su prednosti i nedostaci navedenih analizatora. Takođe, ukratko je opisana funkcija detektora i softveri koji se mogu koristiti u analizi.

Da bi se laše mogli shvatiti i protumačiti maseni spektri supstanci, objašnjeno je postojanje i detekcija izotopa. Prikazane su biblioteke koje se koriste u identifikaciji nepoznatih supstanci, kao i AMDIS softver za interpretaciju spektara tragova jedinjenja prisutnih u anlizi. Na kraju predavanja o masenoj spektrometriji, prikazano je korisničko održavanje i servis gasnog hromatografa sa masenim spektrometrom.

Na kursu su održana i predavanja o supstancama koje su klasifikovane kao otrovne hemijske supstance, njihovim prekurzorima i degradacionim proizvodima. Prikazane su hemijske strukture nervnih agenasa, njihova nomenklatura i preporučene operativne procedure za njihovu analizu. Metode analize ovih jedinjenja podrazumevaju analizu posuda sa kojim se radi, uzorkovanje, pripremu i analizu uzoraka različitim analitičkim metodama (GC, LC, CE, GC/MS, LC/MS, NMR, IR), kao i promenu odgovarajuće analitičke strtegije u obavljanju pouzdane identifikacije primenom najmanje dve različite spektrometrijske metode. U okviru pouzdane identifikacije neophodno je dobro poznavanje i tumačenje spektara i njihovo poređenje sa standardnim supstancama analiziranim na isti način kao i uzorak.

U cilju provere znanja i korišćenja metode gasne hromatografije, učesnici kursa su testirani u 2 navrata što je potvrdilo uspešnost savladavanja prezentovane materije.