

Izveštaj/Report

ANALYTICAL-SKILLS TRAINING COURSE,
6th to 9th June 2011, Kyiv Ukraine

RAZVOJ ANALITIČKIH VEŠTINA,
6-11. jun 2011. Kijev, Ukrajina

Snežana Đorđević, Centar za kontrolu trovanja, VMA

Organizacija za zabranu hemijskog naoružanja (OPCW) je u Kijevu u periodu od 6.6.2011. do 11.6.2011. godine i 24.09.2012. do 29.09.2012. održala kurs o razvoju analitičkih veština.

Na prvom kursu je bilo ukupno 12 polaznika iz 7 država: Rusija, Belorusija, Moldavija, Ukrajina, Azarbejdžan, Kazahstan i Srbija. Predavanja i vežbe izvođena su na ruskom jeziku.

Prvog dana kursa organizovan je svečani prijem na Hemijskom fakultetu Kijevskog nacionalnog univerziteta. Prof. dr Vladimir Zajcev, šef Katedre za analitičku hemiju Hemijskog fakulteta Nacionalnog Univerziteta Taras Ševčenko nam je prikazao istorijat Kijevskog Univerziteta. Predstavnik Organizacije za borbu protiv hemijskog naoružanja (OPCW) je upoznao učesnike kursa sa organizacionom strukturom Organizacije.

Nakon toga polaznici kursa su savladali osnovne pojmove vezane za hemijsko oružje, njihove prekurzore, osnovne principe Konvencije, kao i uslove koje treba da poseduje hemikalija da bi bila klasifikovana kao potencijalno hemijsko oružje.

U okviru predavanja o otrovnim materijama, toksinima i fitotoksikantima, učesnicima kursa je prezentovana podela bojnih otrova, njihova fizičko-hemijska svojstva, kao i mogućnosti njihove hemijske razgradnje, uništavanja i detekcije.

Pre početka predavanja o hromatografiji, polaznici kursa su polagali uvodni test znanja o gasnoj hromatografiji, na osnovu kojeg su podeljeni u grupe za praktičan rad.

Na predavanju o osnovama hromatografskog razdvajanja polaznicima kursa su objašnjeni pojmovi efektivnosti i selektivnosti hromatografskog razdvajanja na koloni, kao i faktori koji mogu uticati na njihovo postizanje.

Organization for the Prohibition of Chemical Weapons has organized Analytical Skills Training Course in Kyiv, Ukraine from 6 June to 9 June 2011 and from 24 September to 19 to September 2011.

The first one had twelve participants from seven countries: Russia, Byelorussia, Moldavia, Ukraine, Azerbaijan, Kazakhstan and Serbia. Lectures and practical examination were in Russian language.



On the first day of the course, a reception was organized for participants at the Chemical Faculty, Taras Shevchenko National University of Kyiv. Professor Vladimir Nikolaevich Zaycev, chief of Department of Analytical Chemistry presented history of Kyiv National University. OPCW representative informed participants about structure of Organization for the Prohibition of Chemical Weapons.

After introduction, participants learnt basic concepts on chemical weapons, their precursors, basic principles of Convention for Prohibition of Chemical Weapons, as well as conditions which warfare has to have that would be classified as potential chemical weapon.

Classification of chemical warfare, their physicochemical properties, as well as the possibility of their chemical degradation, destruction and detection was presented in the lectures about toxic substances, toxins and phytotoxins.

Before starting with theoretical lectures about chromatography, participants had to pass introducing test about gas chromatography. According to the test results, the participants were assigned to four groups for practical work.

Efficiency and selectivity terms were clarified to participants at the beginning of lectures about chromatographic separation on column, such as factors that could have influence on achieving the results.

Drugog dana kursa u okviru teorijske nastave polaznicima kursa su prikazane osnove tečno-tečne i mikroekstrakcije. Dati su osnovni principi ekstrakcije toksičnih hemikalija pomoću organskih rastvarača, ukoncentrisanja vodenih uzoraka i alkalne ekstrakcije. Takođe, prikazane su i osnove ekstrakcije proizvoda hidrolize, nepolarnih i malo polarnih toksičnih hemikalija iz tečnih i čvrstih uzoraka (voda, zemlja i sl.). U okviru pripreme tečnih uzoraka dati su osnovni principi čvrsto-fazne ekstrakcije (karakteristike kertridža, izbor rastvarača, procesi kondicioniranja i sl.). Prikazane su teorijske osnove primene čvrsto-fazne ekstrakcije i mikroekstrakcije u analizi uzoraka vode i organskih rastvora na prisustvo hemijskog naoružanja. Polaznicima kursa su prikazane teorijske osnove analize gasne faze i mogućnosti derivatizacije (alkilovanje, acetilovanje, eterifikacija i sililiranje). Takođe, teorijski su pokazane i mogućnosti pripreme uzoraka zemlje, vode i organskih rastvora za derivatizaciju bojnih otrova i njihovu analizu.

U popodnevnim satima održana je praktična nastava na kojoj su pripremani uzorci zemlje tečnom ekstrakcijom, uzorci vode čvrsto-faznom ekstrakcijom i tečno-tečnom ekstrakcijom u cilju određivanja bojnih otrova i jedinjenja koja nastaju njihovom hidrolizom.

U okviru teorijske nastave trećeg dana kursa prikazane su vrste kolona, stacionarne faze, osnovni parametri vezani za efektivnost i selektivnost kolone, kriterijumi raspodele supstanci iz smeše, testiranje kolone, uticaj gasa nosača na raspodelu, efektivnost i selektivnost. Prikazani su različiti načini uvođenja uzorka u kolonu, uticaj brzine uvođenja uzorka, protoka gasa nosača, temperature kolone, rastvarača na razdvajanje komponenata smeše. Opisani su i različiti detektori koji se mogu koristiti u metodi gasne hromatografije. Objasnen je princip rada plameno-jonizacionog detektora i detektora provodljivosti toplote.

Na praktičnoj nastavi učesnici kursa su vežbali zamenu septuma na gasnom hromatografu, skraćivanje kolone i upoznavali se sa softverom za formiranje metode na gasnom hromatografu sa plameno-jonizacionim detektorom. Praktično je određeno mrtvo vreme analiziranog gasa pri konstantnoj temperaturi i pri promeni temperature (gradijent program). Izračunati su i linearna i zapreminska brzina protoka gasa nosača kroz kolonu.

U okviru dalje teorijske nastave objašnjeni su faktori o kojima treba voditi računa pri izboru kolone za analizu (sastav stacionarne faze, dužina kolone, dijametar kolone, debljina filma). Prikazani su hromatogrami smeše koja je analizirana na različitim kolonama i objašnjen je uticaj svakog od navedenih faktora na analizu. Predstavljeni su osnovni principi kvalitativne (retenciono vreme, maseni i infracrveni spektar) i kvantitativne analize (kalibracione krive: metoda spoljašnjeg i unutrašnjeg standarda i standardnog dodatka). Učesnicima kursa je pokazano kako da spreče, detektuju i uklone neispravnosti u analizi uzoraka primenom gasne hromatografije.

Na praktičnoj nastavi zadatak grupe bio je da napravi metod za analizu smeše koja se sastoji od 6 komponenata formiranjem izotermnog ili gradijent programa sa ili bez raspodele protoka i primenom većeg ili manjeg protoka gasa nosača. Na ovaj način uspostavljena je metoda koja za kratko vreme daje najbolje razdvajanje, efektivnost i selektivnost.

On the second day of the course, the basics of liquid-liquid and micro extraction were presented to participants in theoretical lectures. Basic principles of extraction of toxic substances by organic solvents, concentrating of water solutions and alkaline extraction were shown. Furthermore, it encompassed basic extraction of hydrolytic products, non-polar and weak polar toxic warfare from liquid and solid samples (water, soil, sand, etc.). During the lectures about the preparation of liquid samples, the basic principles of solid-phase extraction (cartridges properties, selection of solvents, process of cartridge conditioning, etc.) were presented. Theoretical basis of applying solid-phase extraction and micro-extraction in analysis of water samples and organic waste for presence of chemical warfare were shown. Theoretical base of analysis of gas phase and possibility of derivatization (alcylation, acetylation, etherification and silylation) were presented. The possibility of preparation of sand, water and organic waste sample for analysis of chemical warfare by derivatization had been shown.

In the afternoon, practical work was conducted. Participants prepared soil samples by liquid extraction, water samples by solid-phase and liquid-liquid extraction for purpose of determination of chemical warfare and their hydrolytic products.

On theoretical lessons, on the third day of the course, different types of analytical columns, stationary phases, basic parameters about efficiency and selectivity of columns, criteria of mixture compounds separation, column testing, carrier gas influence on distribution, efficiency and selectivity were presented. Different types of sample introduction into column, influence of introducing sample speed, flow of carrier gas, column temperature, and solvent on compounds separation were shown. Different types of detectors which could be used in gas chromatographic method were described. Principles of flame-ionization and thermal conductivity detectors working were explained.

On practical work participants practiced gas chromatographic septum replacement, column shortening. They learned and worked with software for creation of method on gas chromatograph with flame ionization detector. It was determined dead time of analyzed gas on constant temperature and with temperature gradient. Linear and volume speed of carrier gas flow through column were calculated.

At following lessons significant factors while choosing column for analysis (composition of stationary phase, column length, column diameter, and film thickness) were explained. Chromatograms of mixture which had been analyzed on different columns were shown. Influence of every specified factor on analysis was described. Basic principles of qualitative (retention time, mass and infrared spectrum) and quantitative analyses (calibration curve: method of internal and external standard and standard addition) were presented. It had been shown to participants how to prevent, detect and remove errors in sample analysis by gas chromatography.

The group task on the practical work was to make method for analysis of mixture which consisted of six compounds by making isothermal or gradient program with or without high or low flow of carrier gas. On that kind it was established method which gives the best results, efficiency and selectivity for short run time.

Poslednjeg dana kursa na teorijskoj nastavi su prikazani teorijski principi masene spektrometrije (načini jonizacije: elektronska i hemijska jonizacija, termosprej i hemijska jonizacija pod atmosferskim pritiskom). Objasnjen je rad jon-trap i kvadrupolnog detektora. Na primerima masenih spektara jedinjenja iz grupe nervnih bojnih otrova data su tumačenja molekulskih jona i njihovih fragmenata. Takođe, pokazano je i korišćenje kompjuterske biblioteke masenih spektara NIST u identifikaciji nepoznatog jedinjenja.

Na praktičnoj nastavi vršeno je hromatografsko razdvajanje 2 smeše homologa ugljovodonika i aromatičnih jedinjenja pri izotermnom i gradijent programu i nakon dobijanja hromatograma izračunati su indeksi Kovača za aromatična jedinjenja. Na kraju je urađena je analiza uzorka benzina.

U okviru teorijske nastave prikazane su osnove enzimskih i imunohemijskih analiza. Prikazani su i hemijski i bio-hemijski senzori koji se mogu koristiti u analizi intoksikanata.

Nakon završetka obuke učesnici su uspešno položili završni test i svečano su im uručeni sertifikati.

On the last day of course, on theoretical lessons the participants were shown theoretical principles of mass spectrometry (types of ionization: electron and chemical ionization, thermo-spray and chemical ionization under atmospheric pressure). It was described how ion trap and quadrupole detector worked. Interpretation of mass spectrum (molecule ions and their fragments) was displayed on mass spectrum example of compound from group of chemical warfare. Additionally, it was shown how using computer library of mass spectrum (NIST) in identification of unknown compound could be beneficial.

On practical work chromatographic separation of two mixtures which consist of hydrocarbons homologues and aromatic compounds using isothermal and gradient program was performed. After getting chromatogram Kovach indices for aromatic compounds were calculated. Analysis of petrol was done at the end.

Basic theoretical principles enzymes and immunochemical analyses were described. Chemical and biochemical sensors which could be used in analysis of intoxicants were shown.

After finishing course and training, participants successfully passed final test and got certificates at the closing ceremony.