

LÄMMASTIK-SINEPIGAASIDE LAGUPRODUKTIDE MÄÄRAMINE VEEPROOVIDES SPE JA CE-UV MEETODITEGA

Magistritöö kokkuvõte

Autor: Gerle Valgnberg

Juhendaja: Piia Jõul, doktorant, keemia ja biotehnoloogia instituut

Käesoleva töö eesmärgiks oli optimeerida süsinikaerogeelidel põhineva SPE protseduur NM-ide hüdrolüüsiporduktide EDEA, MDEA ja TEA määramiseks veeproovides kasutades kapillaarieelset derivatiseerimist ja kapillaarelektroforeetilist analüüsi. Kuna hüdrolüüsiporduktid ei oma UV-kiirgust absorbeerivaid rühmi, siis ultraviolettt detektoriga analüüsimiseks oli vajalik uuritavate ühendite derivatiseerimine ftalaanhüdriidiga. Katsete tulemusel leiti, et piisab minimaalselt 2,5-kordses stöhhiomeetrilises koguses võetud derivatiseeriva reagenti kogusest, et kõik hüdroksüülrühmad uuritavatel analüütidel oleksid täielikult derivatiseerunud.

Lämmastik-sinepigaaside hüdrolüüsiporduktide EDEA, MDEA ja TEA korral SPE protseduuri teostamisel valiti järgnevad optimaalsed tingimused : proovi kogus 10 mL, sorbendi mass 50 mg ($0,3 \text{ cm}^3$), sorbendi ettevalmistamine 3 mL MeOH ja 3 mL MilliQ 1 mL/min, proovi lisamisel voolukiirus 2 mL/min, elueerimiseks kasutatav solvent- MeOH, kogus elueerimisel 2 mL voolukiirus 1 mL/min.

5 μM EDEA, MDEA ja TEA veeproovi SPE protseduuri optimaalsetel tingimustel ekstraheerimisel kogutud eluendi derivatiseerimisel ja analüüsimisel CE-UV instrumendiga, kasutades puhvrina 30 mM boraati pH=8,90 ning sisestandardina sinephapet, saadi saagised vastavalt $56,7 \pm 18,4\%$, $44,5 \pm 8,2\%$ ja $87,3 \pm 6,6\%$ ($n=3$).

Derivatiseeritud EDEA, MDEA ja TEA kapillaarelektroforeetilist meetodikat iseloomustvatest parameetritest määrati päevasisene korduvus, päevadevaheline korratavus, lahutus, lineaarne ala, eksperimentaalsed ja arvutuslikul meetodil arvutatud avastamis- ja määramispiirid. Eksperimentaalseteks LOD ja LOQ väärtusteks saadi kõikide analüütide korral vastavalt 0,5 μM ja 1,67 μM . Arvutuslikul meetodil LOD ja LOQ väärtusteks EDEA korral vastavalt 1,99 μM ; 6,04 μM , MDEA korral 1,79 μM ; 5,41 μM ja TEA korral 2,19 μM ; 6,65 μM .

Optimaalsetel SPE tingimustel rakendati ekstraheerimist 10 mL 100 meetri sügavuselt

Bornholmi süvikust põhja lähedalt kogutud veeproovile ning 2,5 µM lõppkontsentratsiooniga rikastatud eelpool nimetatud reaalsele mereveeproovile. Reaalse proovi analüüsimisel ei olnud uuritavaid analüüte üle antud CE-UV meetodika detekteerimispiiri, kuid rikastatud reaalse proovi analüüsimisel saadi kogu analüüsimetoodika saagisteks EDEA, MDEA ja TEA korral vastavalt 60,7%; 47,0% ja 82,7%. Kõikide ühendite korral jäid standardhälbed alla 15% (n=3). SPE protseduuri meetodika pole ideaalne antud ühendite korral ning vajaks edasiarendust, kuna standardhälbed on siiski liialt kõrged.