

Vee lahustunud orgaanilise aine analüüs tahke faasi ekstraktsiooni ja pöratud faasi HPLC meetoditega Maardu järve näitel

Käesoleva töö eesmärgiks oli analüüsida lahustunud orgaanilist ainet Maardu järvest ja hinnata Phenomenex Strata-X tootja poolt soovitatud tingimuste sobilikust lahustunud orgaanilise aine analüüsiks. Töö läbi viimiseks kasutati Phenomenex Strata-X padruneid ja analüüs teostati vedelikkromatograafia abil kasutades pöratud faasi kolonni ja diod-maatriks detekteerimist.

Töö käigus optimeeriti vee proovide uurimiseks eluendi kontsentratsiooni ja tahke faasi ekstraktsiooni tingimusi. Seejärel võeti Maardu järve piirkonnast 3 veeproovi: Maardu järve sissevoolu, Maardu järvest ja Maardu järve väljavoolu juurest. Proove võeti ajavahemikus veebruar-aprill 2017.

Eluendi optimeerimiseks analüüsiti loodusliku orgaanilise aine standardist valmistatud lahust kontsentratsiooniga 0,515 mg/ml. Eluent koosnes metanoolist ja veest, mille kontsentratsioonide vahekorda muudeti parima tulemuse saamiseks. Kromatograafilise analüüsi tulemused näitasid, et kõige suurema saagise andis eluent, mis sisaldas 1:1 metanooli ja vee vahekorda. Seepärast kasutasime edasistes analüüsides just nimelt seda vahekorda.

Tahke faasi ekstraktsiooni tingimuste valimiseks uurisime 25.09.2016 võetud Purtse jõe alamjooksu veeproovi. Katse tingimuste valikul lähtuti Phenomenex Stata-X kolonniga kaasas olnud juhendist. Varieeriti veeproovi hapestamis, pesuvee ja elueerimise tingimusi. Enne veeproovi sisestamist SPE kolonni filtreeriti vett 0,45 µm filtriga. Parim tulemus saavutati kui SPE padrunit konditsioneeriti 1 ml metanooliga, tasakaalustati 1 ml MilliQ veega, sisestati 2% äädikhappega hapestatud veeproov, pesti 1:1 metanool:veega ja elueeriti metanooliga, mis sisaldas 2% äädikhapet. See tulemus erines tootja poolt tehtud soovitustest proovi hapestamiseks kasutatava aine poolest.

Töö viimase etapina analüüsiti Maardu järve sissevoolu, Maardu järve ja Maardu järve väljavoolu veeproove. Proove filtreeriti 0,45 µm filtriga, seejärel teostati tahke faasi ekstraktsioon optimeeritud tingimuste juures ning analüüsiti tulemusi pöratud faasi kõrgsurve vedelikkromatograafial.

Vaadeldes Maardu järve veeproovide kromatogrammi, võib selle jagada kaheks osaks: hüdrofiilseks ja hüdrofoobseks osaks. Hüdrofiilsed osad olid üksteisele suhteliselt sarnased, erinevused tekkisid peamiselt hüdrofoobses osas. Ajalises teljes tulemusi vaadeldes selgus, et

perioodil, kus järve kattis jää humiinainete kontsentratsioon langes ning peale seda hakkas jälle tõusma. Lahustunud orgaanilise aine kontsentratsioon jäi kogu mõõtmisperioodi aja suhteliselt stabiilseks ning suuri erinevusi Maardu järve väljavoolu, Maardu järve sissevoolu ja Maardu järve vahel ei olnud. Kuna Maardu järve sissevoolu kontsentratsioonid jäid madalamaks kui Maardu järve või Maardu järve väljavoolu kontsentratsioonid, siis võib järeldada, et Maardu fosforiidi karjäär Maardu järve lahustunud orgaanilise aine hulka ei mõjuta.

Töö tulemusena selgus, et tahke faasi ekstraktsiooni padruni Strata-X tootja tingimused ei sobinud 100% vees lahustunud orgaanilise aine analüüsiks. Selleks ,et saada optimaalseim tulemus tuli proovi hapestada äädikhappega.