



Ionska kromatografija u analizi fosfitnih spojeva eutrofičnih jezera

Kemijski seminar I

Poslijediplomski sveučilišni studij Kemija
Smjer: Biokemija

Prema radu:
A. S. Baidya, E. E. Stüeken, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 38 (2023)

Iva Vojtkuf, mag. educ. phys. et chem.

Institut Ruđer Bošković
Zavod za kemiju materijala
Laboratorij za procese taloženja

1. Literaturni pregled

1.1. Fosfor i spojevi fosfora

- važan biološki čimbenik i makromineral za kopnene biljke i fitoplankton
- fosfat i fosfit u fokusu anionske kromatografije
- izvori u jezeru (gnojiva, životinjski otpad, erozija tla, otpad iz rudnika...)
- fosfat - biljke, alge, cijanobakterije i bakterije koriste kao hranjive soli
- **fosfit** - važan supstrat za prebiotičku kemiju i rani život, **biogeokemijski ciklus fosfora, doprinos eutrofikaciji**

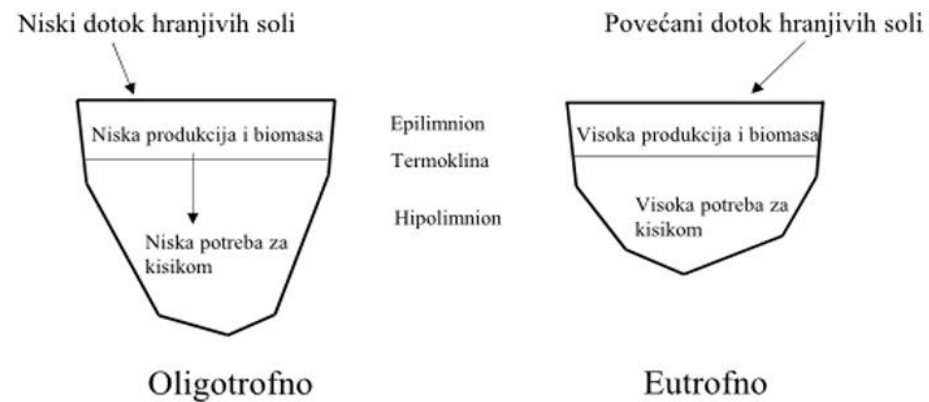
1. Literaturni pregled

1.1. Fosfor i spojevi fosfora

- važan biološki čimbenik i makromineral za kopnene biljke i fitoplankton
- fosfat i fosfit u fokusu anionske kromatografije
- izvori u jezeru (gnojiva, životinjski otpad, erozija tla, otpad iz rudnika...)
- fosfat - biljke, alge, cijanobakterije i bakterije koriste kao hranjive soli
- **fosfit - važan supstrat za prebiotičku kemiju i rani život, biogeokemijski ciklus fosfora, doprinos eutrofikaciji**

1.2. Eutrofična jezera

- proces obogaćivanja vodenog tijela hranjivim solima, pojačan rast fitoplanktona i makrofita
- plića, bogatiji je utok hranjivih soli iz pritoka kao i podzemnih voda



Slika 1. Obrazac oligotrofno-eutrofnog sustava.

1. Literaturni pregled

1.3. Ionska kromatografija (IC)

- fizikalno-kemijska metoda separacije
- raspodjela analita između tekuće pokretne faze i čvrste stacionarne faze
- kvalitativno i kvantitativno određivanje ionskih vrsta u otopini
- retencijsko vrijeme
- kromatogram
- Dionex ICS-6000 ; Thermo Fisher

1. Literaturni pregled

1.3. Ionska kromatografija (IC)

- fizikalno-kemijska metoda separacije
- raspodjela analita između tekuće pokretne faze i čvrste stacionarne faze
- kvalitativno i kvantitativno određivanje ionskih vrsta u otopini
- retencijsko vrijeme
- kromatogram
- Dionex ICS-6000 ; Thermo Fisher

1.4. Spektrometrija masa uz induktivno spregnutu plazmu (ICP-MS)

- induktivno spregnuta plazma (ICP) za ionizaciju uzoraka
- masena spektrometrija (MS) za detekciju i kvantifikaciju
- ICPMS ; Element 2 ; Thermo Fisher



Slika 2. a) Thermo Scientific™ Dionex™ ICS-6000+ b) Element™ Series HR-ICP-MS.

2. Eksperimentalni dio

2.1. Reagensi i oprema

- otopine koje sadrže klorid, nitrit, nitrat, sulfat, **fosfit** pripremljene su u LDPE bocama

2. Eksperimentalni dio

2.1. Reagensi i oprema

- otopine koje sadrže klorid, nitrit, nitrat, sulfat, **fosfit** pripremljene su u LDPE bocama
- Dionex ICS-6000 ; Thermo Fisher (AS-AP autosamplerom, 37,5 μ L petlja za uzorak, gradijentne pume, generator eluenta s RFIC degasifikatorom, EGC 500 KOH uložak kolone, AG17-C zaštitna kolona, AS17-C analitička kolona, ADRS 600 2 mm supresor i detektor provodljivosti ; konst. protok od 0,5 mL/min ; KOH – eluent (1 - 40 mmol/L tijekom svake analize)

2. Eksperimentalni dio

2.1. Reagensi i oprema

- otopine koje sadrže klorid, nitrit, nitrat, sulfat, **fosfit** pripremljene su u LDPE bocama
- Dionex ICS-6000 ; Thermo Fisher (AS-AP autosamplerom, 37,5 µL petlja za uzorak, gradijentne pume, generator eluenta s RFIC degasifikatorom, EGC 500 KOH uložak kolone, AG17-C zaštitna kolona, AS17-C analitička kolona, ADRS 600 2 mm supresor i detektor provodljivosti ; konst. protok od 0,5 mL/min ; KOH – eluent (1 - 40 mmol/L tijekom svake analize)
- ICPMS ; Element 2 ; Thermo Fisher (protoci argonskog plina 16 L/min - hladni plin, 0,8 L/min pomoćni protok i 1 L/min protok nosača uzorka; RF snaga 1250 W)

2. Eksperimentalni dio

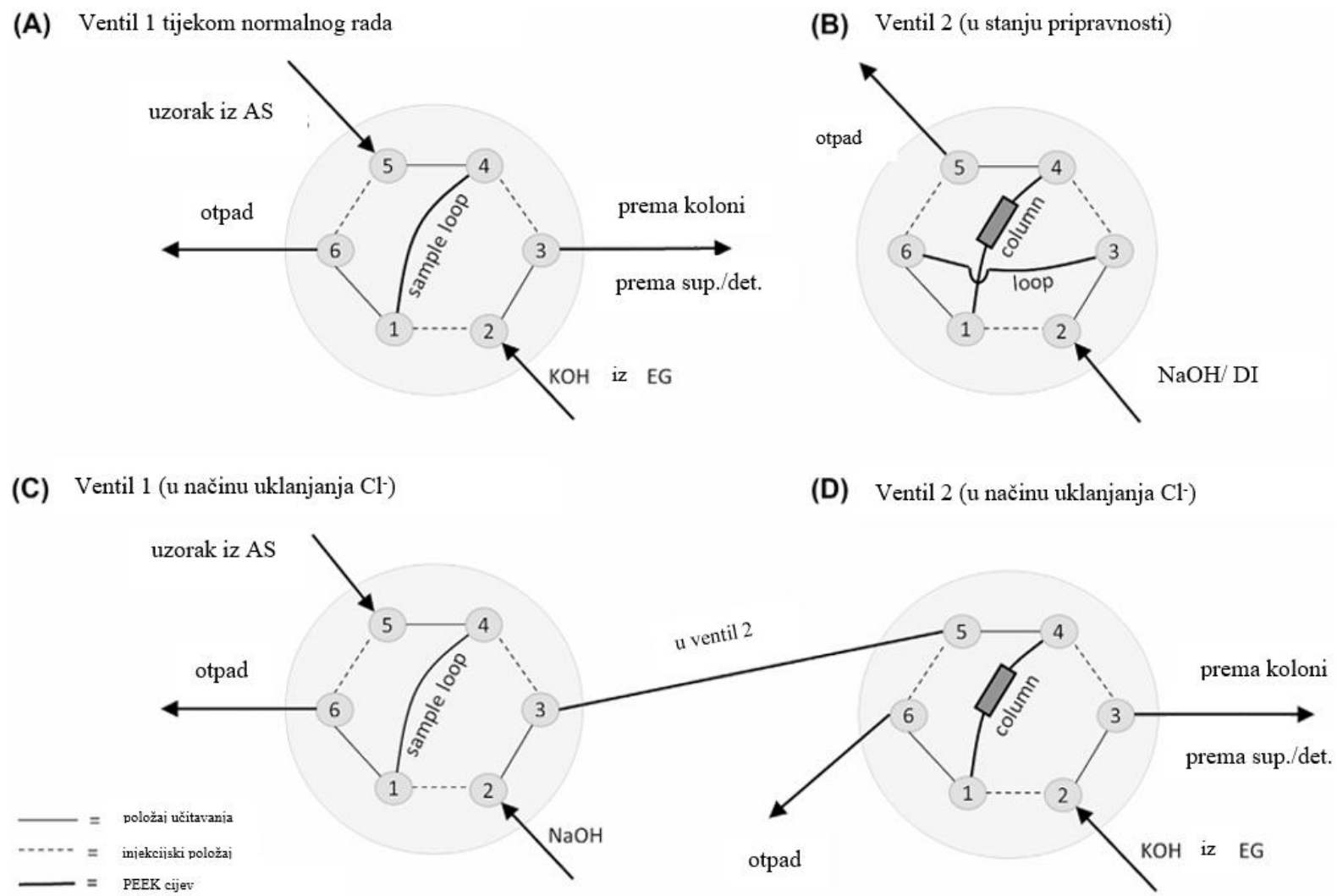
2.1. Reagensi i oprema

- otopine koje sadrže klorid, nitrit, nitrat, sulfat, **fosfit** pripremljene su u LDPE bocama
- Dionex ICS-6000 ; Thermo Fisher (AS-AP autosamplerom, 37,5 µL petlja za uzorak, gradijentne pume, generator eluenta s RFIC degasifikatorom, EGC 500 KOH uložak kolone, AG17-C zaštitna kolona, AS17-C analitička kolona, ADRS 600 2 mm supresor i detektor provodljivosti ; konst. protok od 0,5 mL/min ; KOH – eluent (1 - 40 mmol/L tijekom svake analize)
- ICPMS ; Element 2 ; Thermo Fisher (protoci argonskog plina 16 L/min - hladni plin, 0,8 L/min pomoćni protok i 1 L/min protok nosača uzorka; RF snaga 1250 W)

2.2. Povezivanje IC-a s ICPMS-om

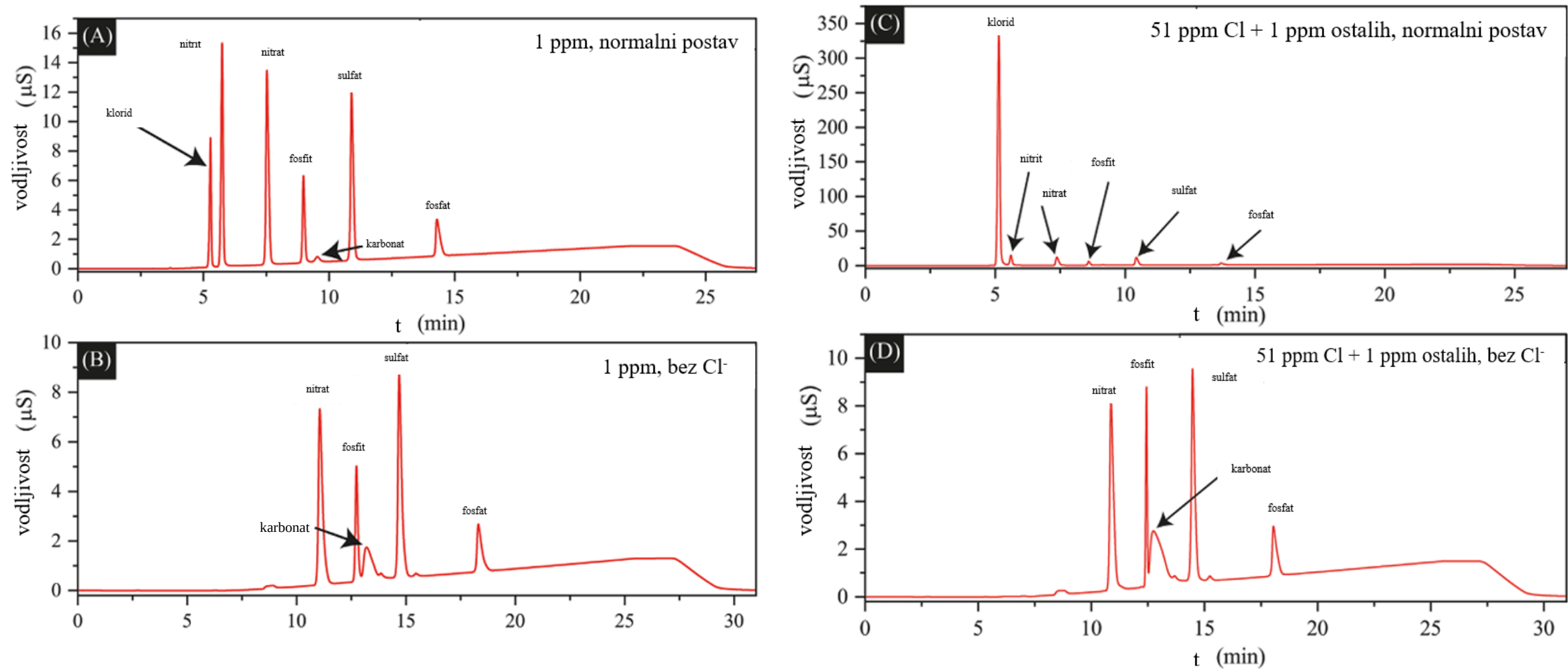
- pik fosfita zasjenjen pikom klorida
- rješenje : povezivanje IC-a s ICPMS-om PEEK cjevima

2.3. Postavka uklanjanja klorida

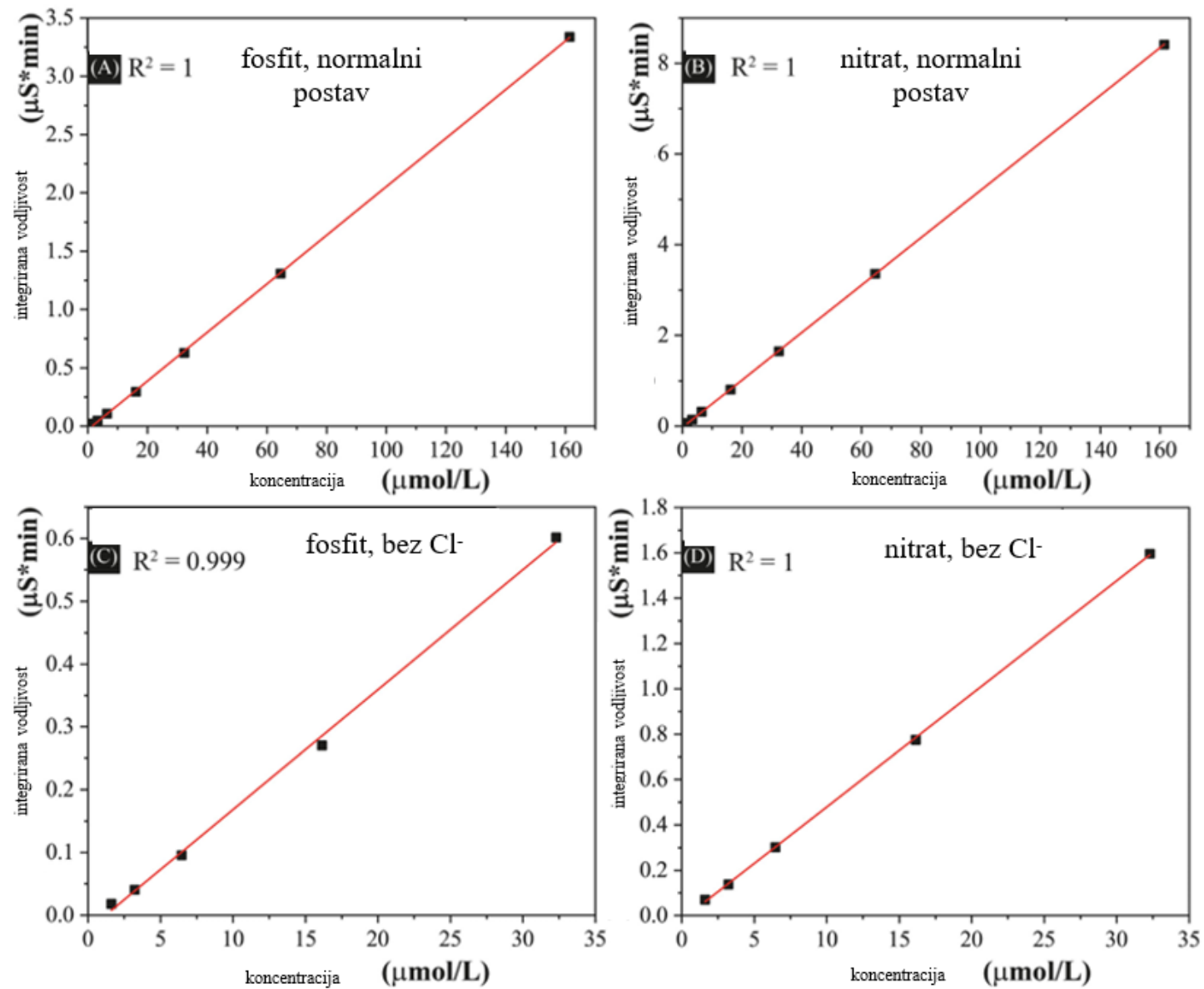


Slika 3. Shematski prikaz preklopnih ventila u ionskom kromatografu.

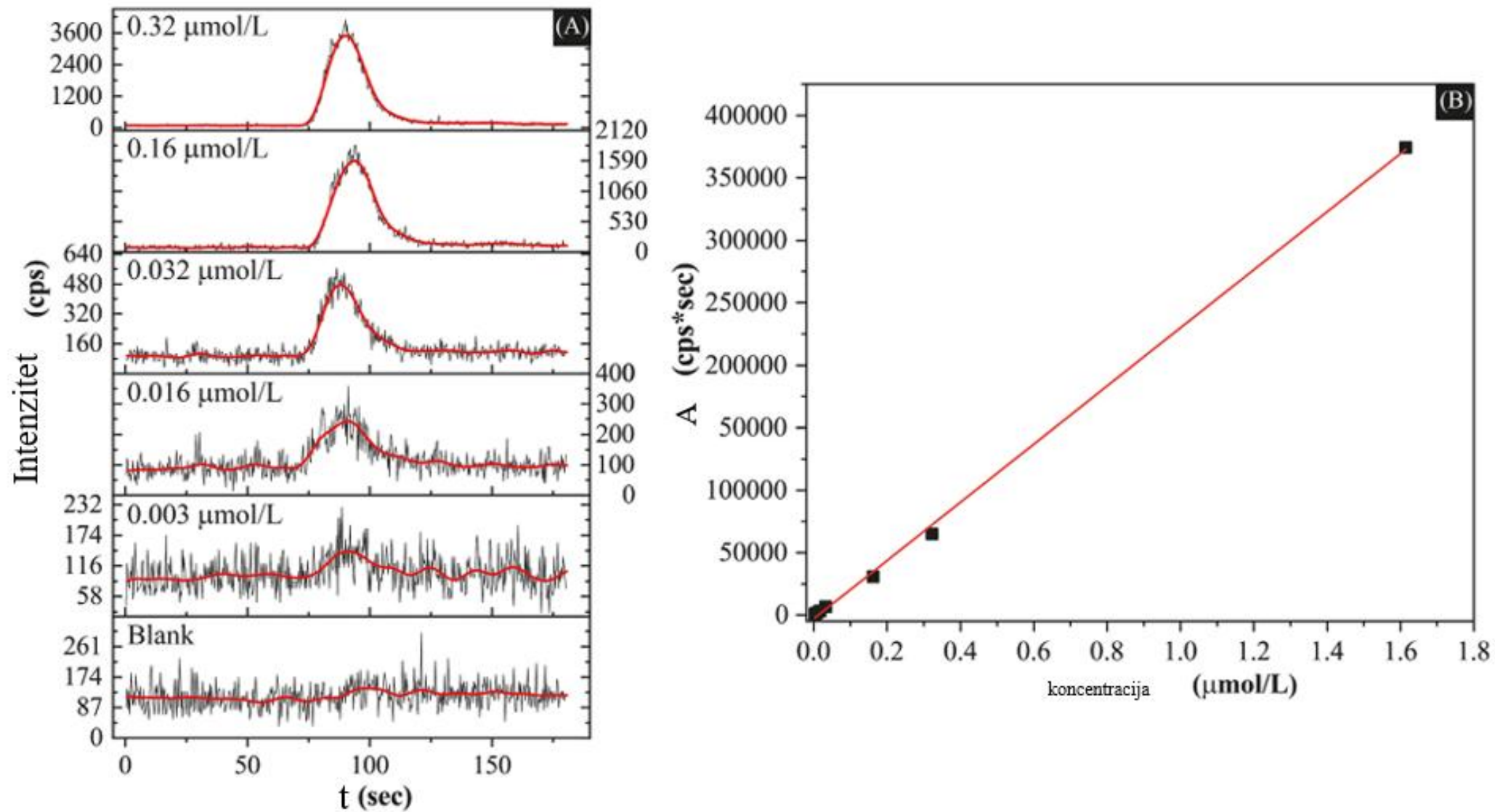
3. Rezultati



Slika 4. IC kromatogrami s i bez sustava za uklanjanje klorida.



Slika 5. Kalibracijske krivulje za fosfit i nitrat u normalnoj i postavci za uklanjanje klorida s IC detektorom provodljivosti.



Slika 6. IC/ICP-MS kromatogrami i kalibracijska krivulja za fosfit s podacima integrala pika.

4. Zaključak

- uklanjanje klorida s kolonom za čišćenje i podijeljenim ventilom u IC je održiva metoda za pojednostavljenje matriksa prirodnih otopina za analizu fosfita

4. Zaključak

- uklanjanje klorida s kolonom za čišćenje i podijeljenim ventilom u IC je održiva metoda za pojednostavljenje matriksa prirodnih otopina za analizu fosfita
- dobra linearnost u detektoru provodljivosti sa i bez postavke za uklanjanje klorida

4. Zaključak

- uklanjanje klorida s kolonom za čišćenje i podijeljenim ventilom u IC je održiva metoda za pojednostavljenje matriksa prirodnih otopina za analizu fosfita
- dobra linearnost u detektoru provodljivosti sa i bez postavke za uklanjanje klorida
- moguće odrediti koncentracije fosfita od 0,003 $\mu\text{mol/L}$

Hvala na pažnji!