

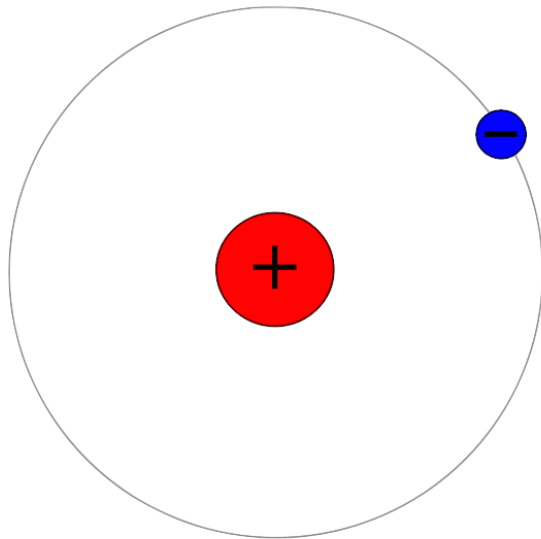
Spektroskopske i hromatografske metode u forenzičkoj fizičkoj hemiji

DR DUŠAN DIMIĆ, DOCENT

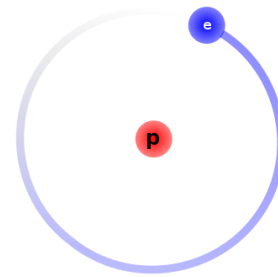
Sadržaj prezentacije

- ❖ Struktura atoma i metode atomske spektrohemijske
- ❖ Struktura molekula i metode molekulske spektrohemijske
- ❖ Gasna hromatografija
- ❖ Tečna hromatografija

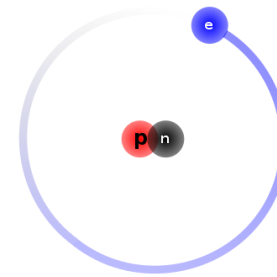
Struktura atoma



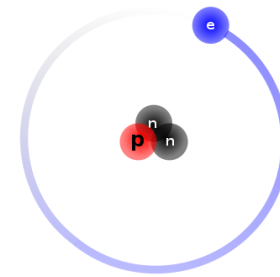
Struktura atoma vodonika.



Protium



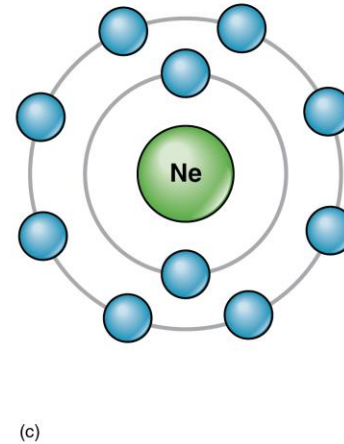
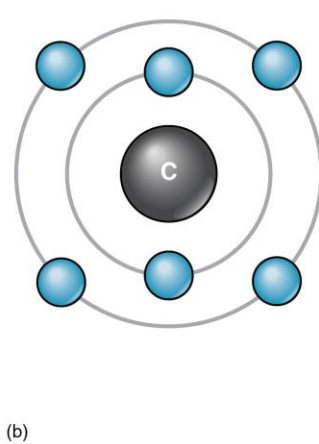
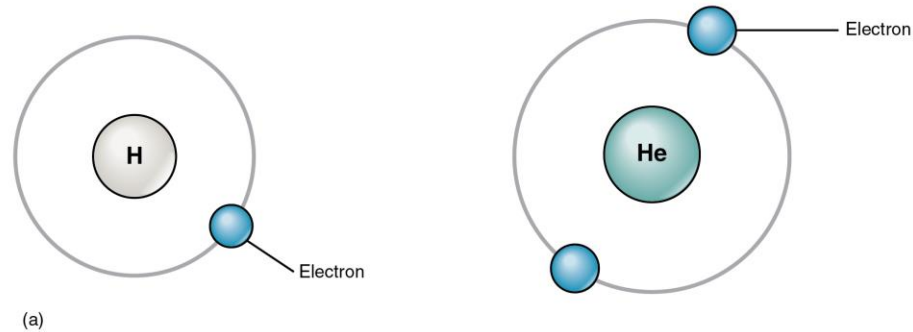
Deuterium



Tritium

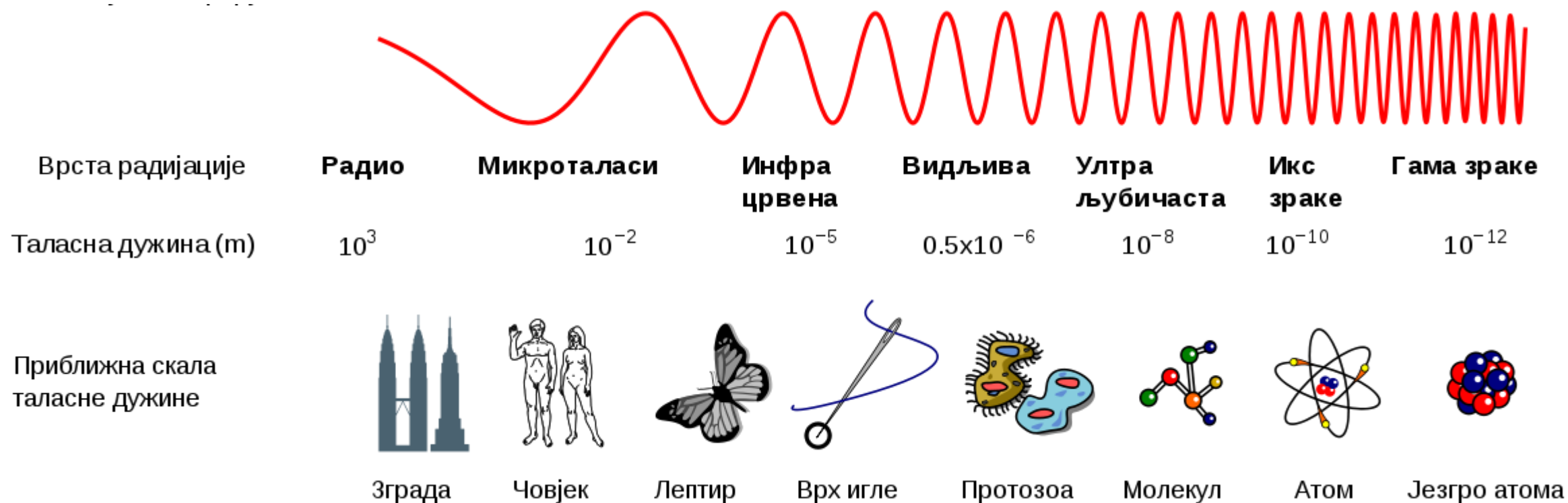
Izotopi atoma vodonika.

Strukture atoma različitih elemenata



Spektroskopija

Spektroskopija je grana nauke koja se bavi ispitivanjem osobina supstancija na osnovu interakcije sa elektromagnetnim zračenjem.



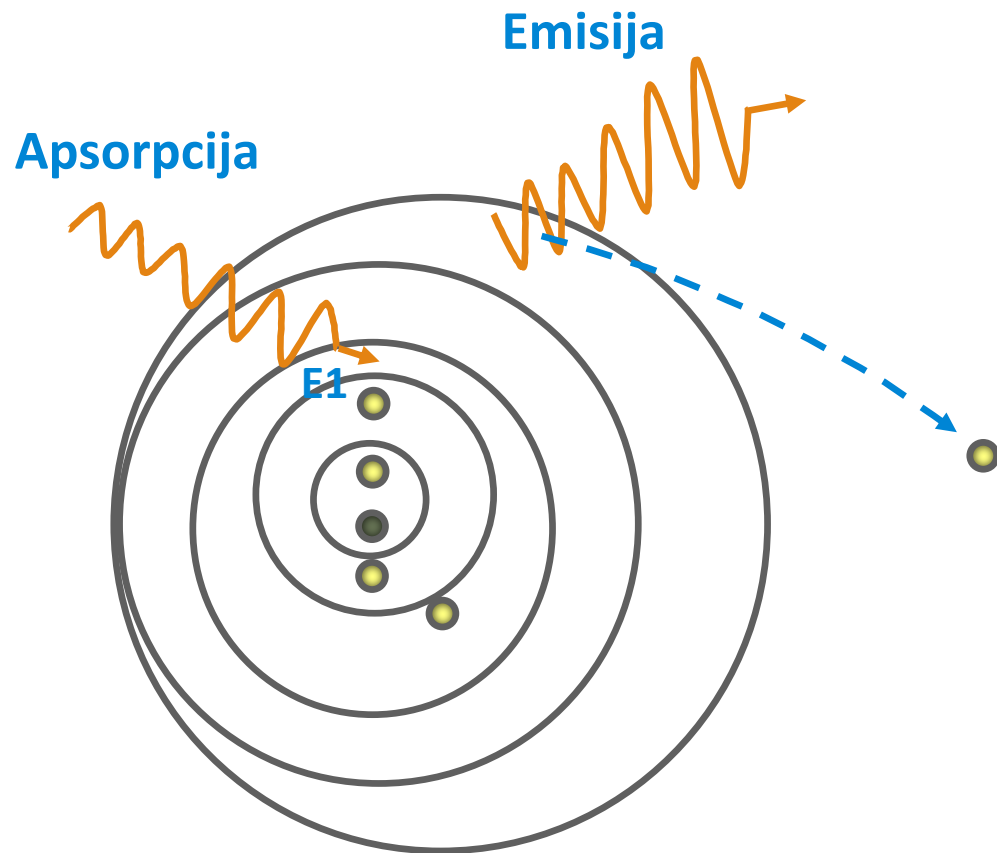
Atomska spektroskopija

Atomska spektroskopija obuhvata niz analitičkih metoda kojima se može odrediti elementalni sastav uzorka na osnovu interakcije sa elektromanetnim zračenjem ili rasporedom masa u masenom spektru.

Osnovne metode su:

- Atomska apsorpciona spektroskopija – plamena fotometrija, grafitna peć i hidridna tehnika
- Atomska emisiona spektroskopija – Induktivno spregnuta plazma

Osnovni procesi u atomskoj spektroskopiji

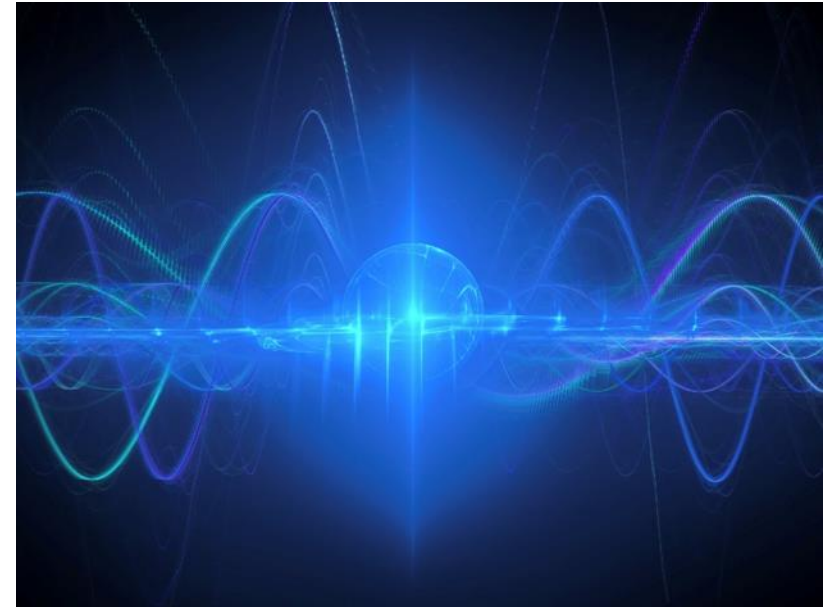


1. Apsorpcija – prelazak elektrona na viši energetski nivo
2. Emisija – prelazak pobuđenih elektrona na niže energetske nivoe
3. Jonizacija – ukoliko elektron ima dovoljno energije da napusti atom onda nastaje pozitivno naelektrisani jon.

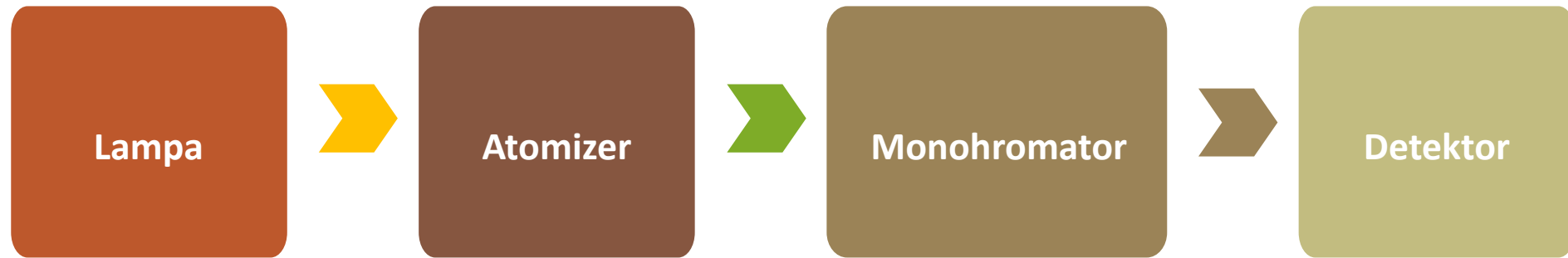
Atomska apsorpciona spektroskopija

Atomska apsorpciona spektroskopija se zasniva na pojavi da atomizovani elementi mogu da apsorbuju zračenje karakterističnih talasnih dužina pri čemu prelaze na pobuđene energetske nivoe.

Količina apsorbovane svetlosti je proporcionalna broju atoma.



Osnovni delovi spektroskopa za AAS



Lampa emituje svetlost karakterističnu za ispitivani element.

Atomizer razdvaja molekule na atome koji mogu da apsorbuju svetlost.

Monohromator razdvaja talasne dužine propuštene svetlosti.

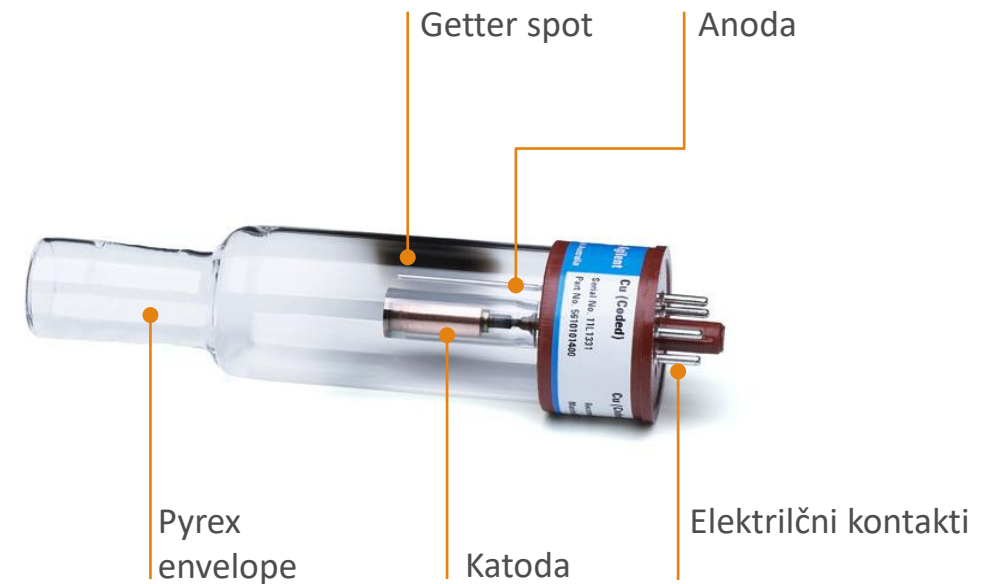
Detektuje svetlost koja je apsorbovana od strane atoma.

Lampa u AAS

Lampa u AAS se proizvodi za svaki element pojedinačno i predstavlja katodnu lampu.

Ponekad je moguće kombinovati jednu lampu za više elemenata.

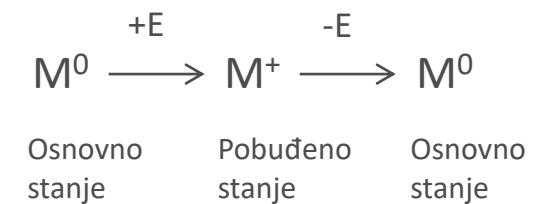
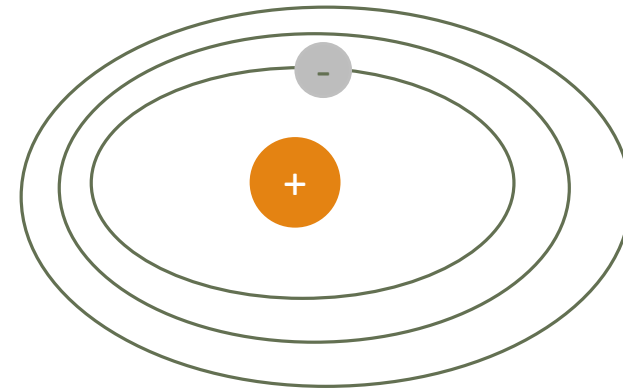
Zbog ograničena AAS se koristi za analizu ili jednog ili male grupe elemenata istovremeno.



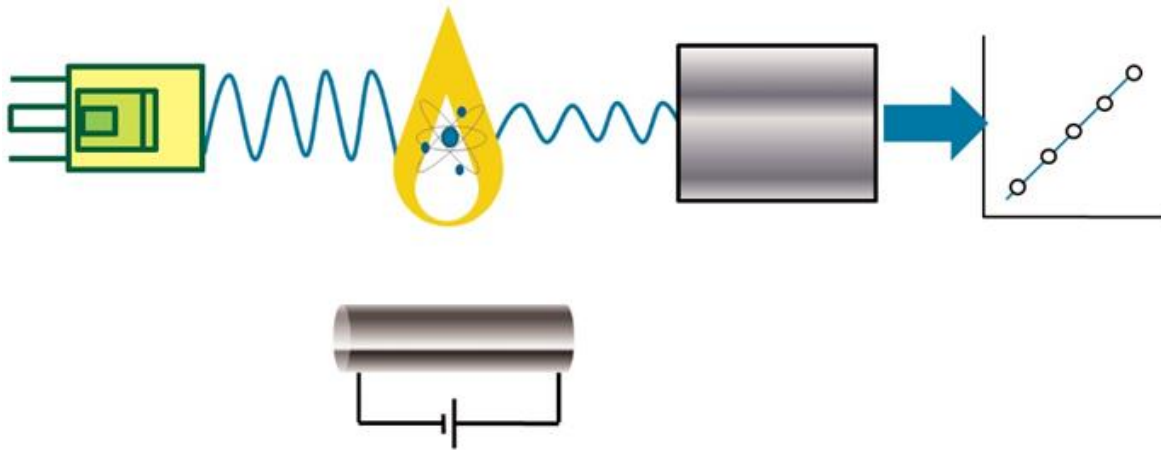
Atomizer

Atomi mogu apsorbovati diskretne količine energije:

- zagrevanjem
- apsorpcijom zračenja određene talasne dužine



Plamena fotometrija



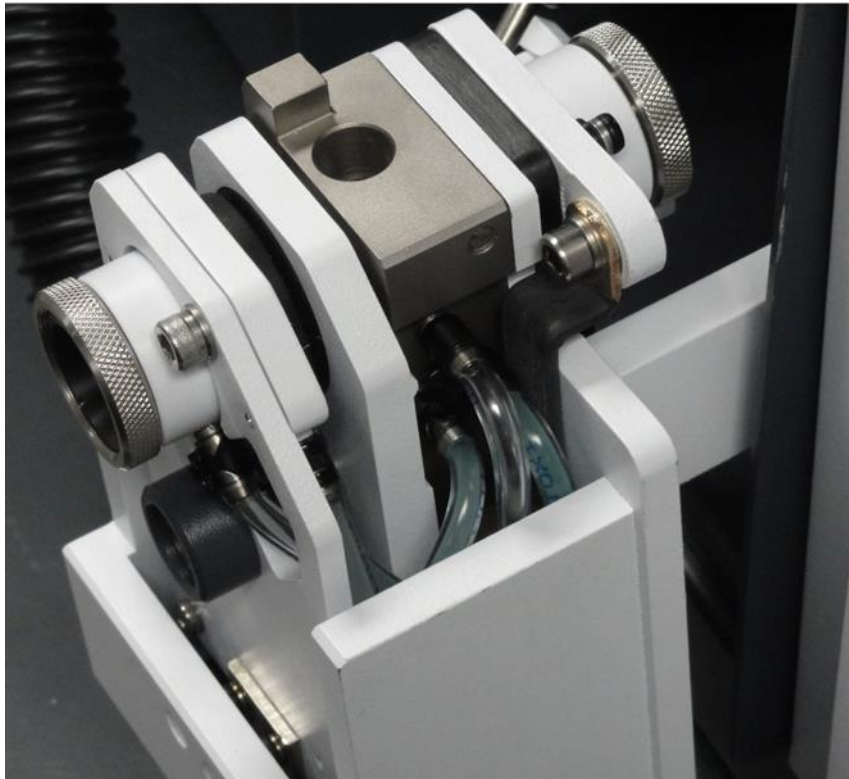
Princip pobuđivanja u plamenoj fotometriji.

Kod plamene fotometrije uzorak se unosi kao tečnost u plamen i onda raspršuje. Atomizacija se isto dešava u plamenu.

Prednosti su kratko vreme analize, dobra preciznost, jednostavnost i cena.

Mane su osetljivost, oblast koncentracija, potreba za gasovima koji gore i lakoća raspršivanja uzorka.

Grafitna peć



Prikaz grafitne peći.

Rastvaranja uzorka u tečno stanje je potrebno.

Uzorak se nanosi na grafitnu peć koja se elektrohemijski greje i atomizuje uzorak.

Prednosti su velika osetljivost zato što se atomizuje većina elemenata istovremno, smanjena količina uzorka, moguća analiza vrlo malih koncentracija i nije potrebno nadziranje.

Mane su dugo vreme analize, manja preciznost, dosta uticaja nečistoća.

Elementi koji se mogu detektovati

H																	He						
Li	Be																	B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg																	Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr						
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe						
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn						
Fr	Ra	Ac																					
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu							
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Mo	No	Lr							

Hidridna tehnika i tehnika hladne pare

Hidridna tehnika se koristi kod elemenata koji grade lako isparljive hidride – As, Sn, Bi, Sb, Te, Ge i Se kada dođu u kontakt sa natrijum-borhidridom.

Prednost – nema uticaja drugih elemenata, dobra osetljivost, dobra preciznost, brza

Mane su ograničenost na specifične elemente i priprema uzorka.

Tehnika hladne pare se koristi za živu koja lako isparava i nakon toga se redukuje do atomskog stanja. Dobra tehnika zbog malo uticaja drugih elemenata, brža od ostalih pomenutih.

AAS primena

Koristi se za metale u primesama, nečistoće u vodi, biljkama i nafti.

Može se koristiti za analizu elemenata u tečnostima, vodi, zemljištu, hrani i materijalima.



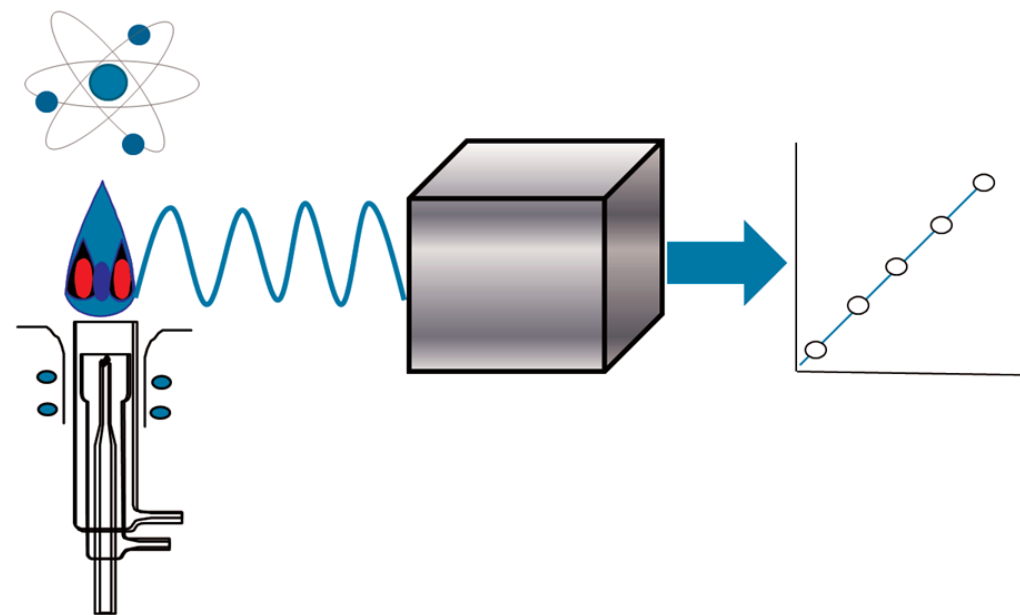
Prikaz spektroskopa za AAS.

Atomska emisiona spektroskopija

Atomska emisiona spektroskopija se zasniva na emisiji zračenja pobuđenih atoma koje je karakteristično za svaki element. Pri ovom procesu atom se vraća u osnovno stanje.

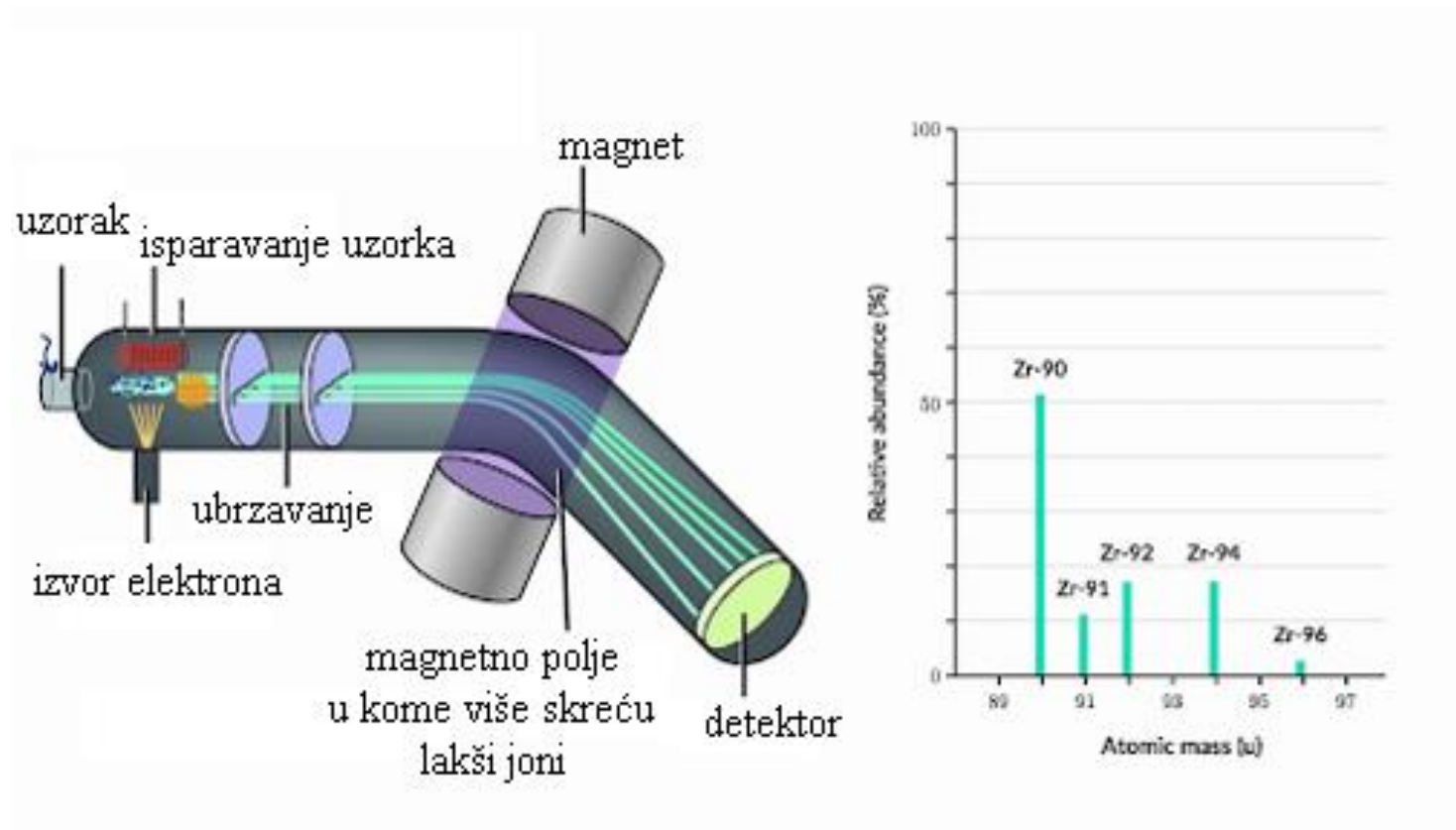
Kod ove metode potrebno je prvo prevesti atome u pobuđeno stanje u plazmi argona na 10000 K. Uzorak se u plazmi prevodi u gas, atomizuje i pobuđuje. Prilikom vraćanja u osnovno stanje emituje se svetlost karakteristične talasne dužine. Induktivno spregnuta plazma (Inductively Coupled Plasma) može da meri i atomsku i jonsku emisiju.

Najbrža od svih atomskih tehnika, moguće je simultano određivanje 73 elemenata, velika dinamička oblast, sigurna. Mane su cena instrmenta i manja osetljivost.

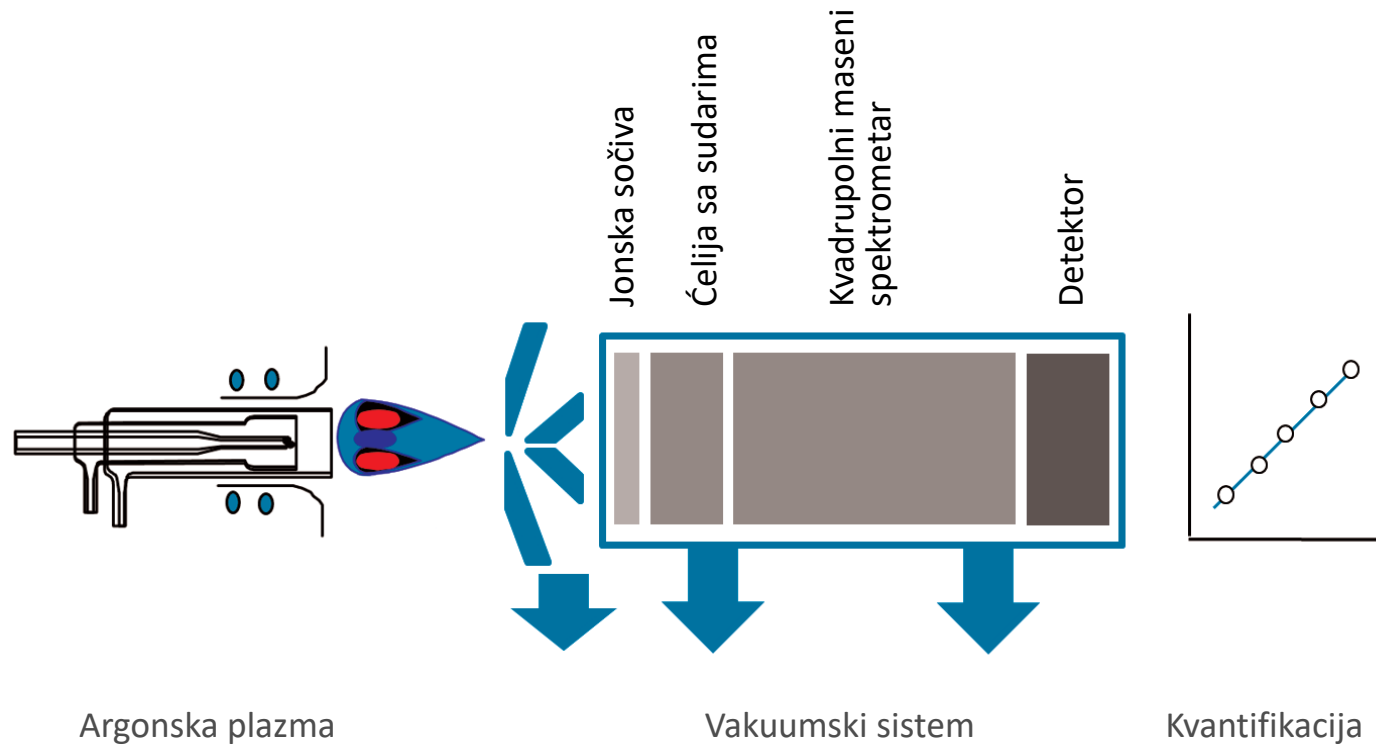


Princip rada ICP-AES

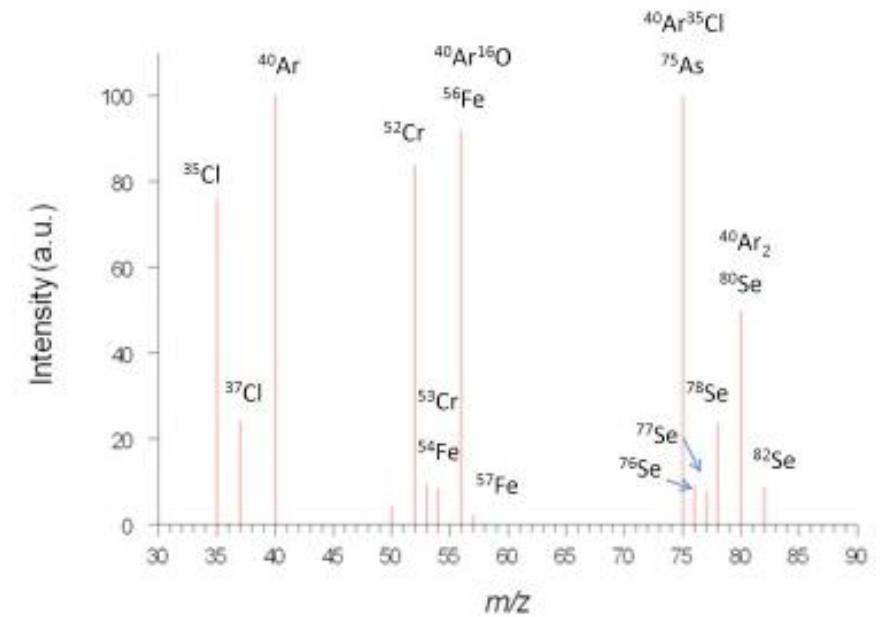
Masena spektrometrija u atomskoj spektrohemiji



ICP-MS

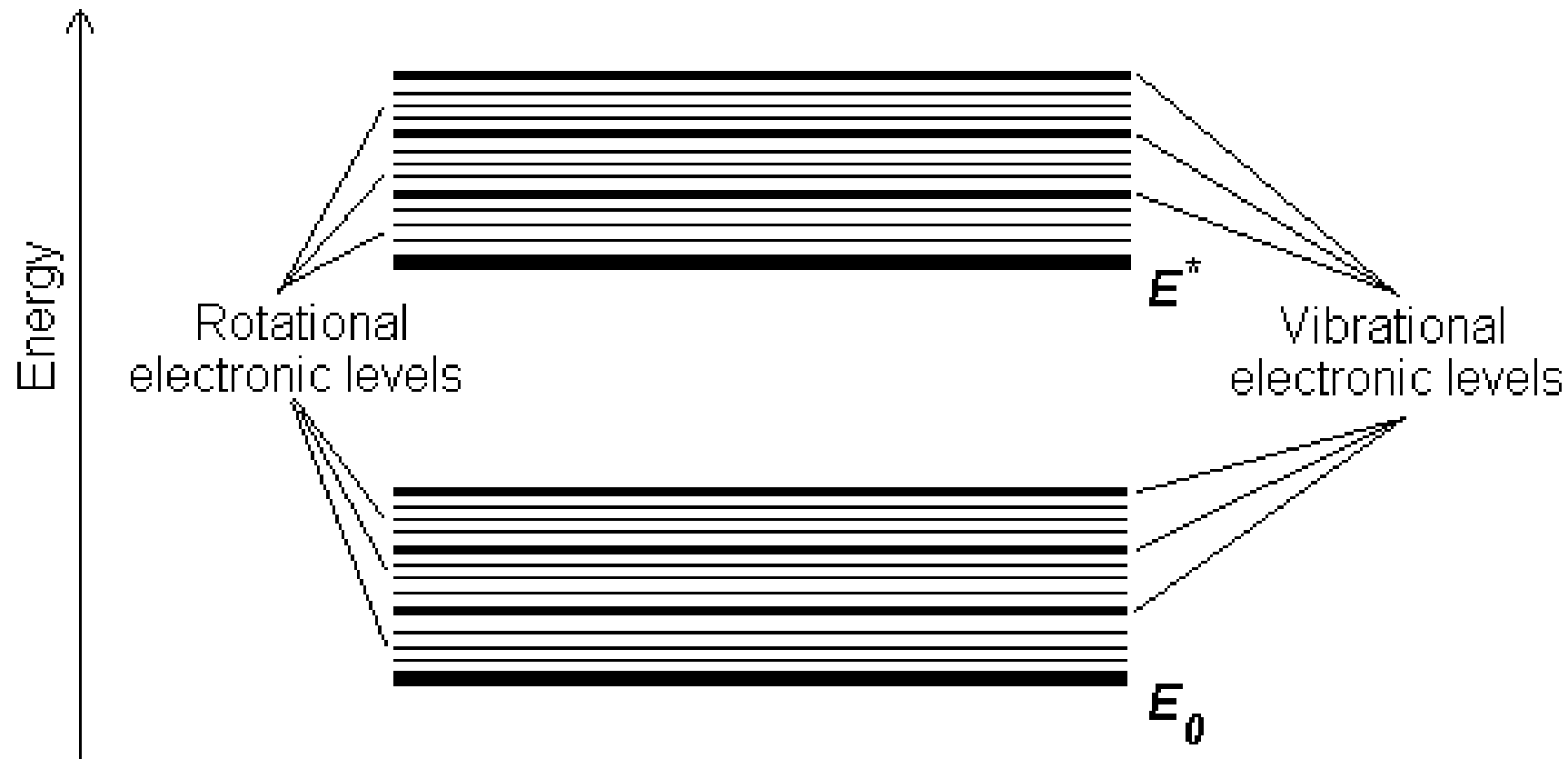


Princip rada ICP-AES-MS

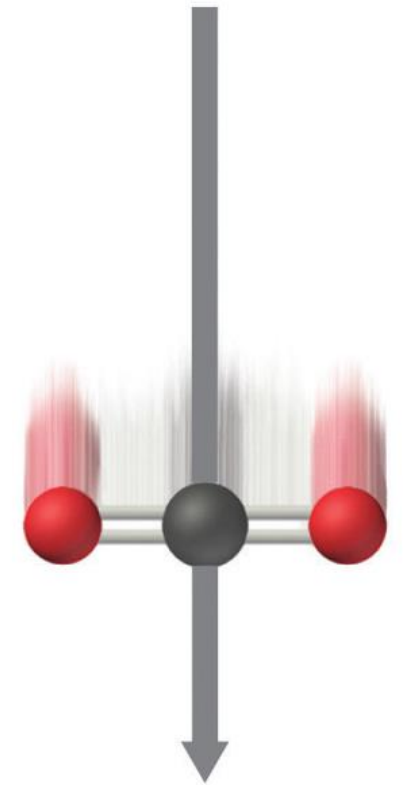
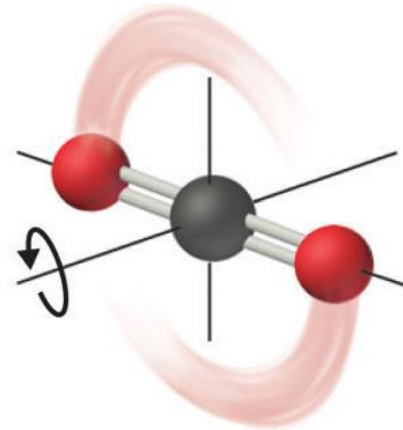
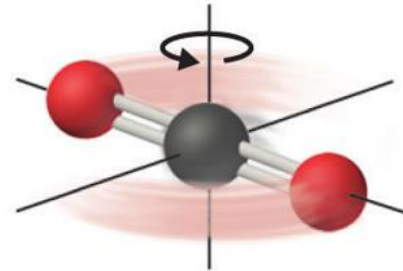
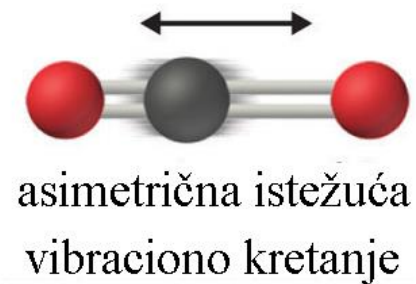
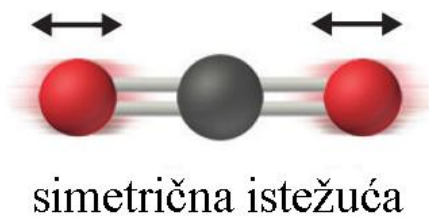
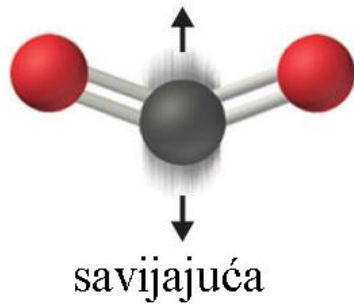


Maseni spektar elementalnog sastava uzorka

Struktura molekula i molekulske orbitale



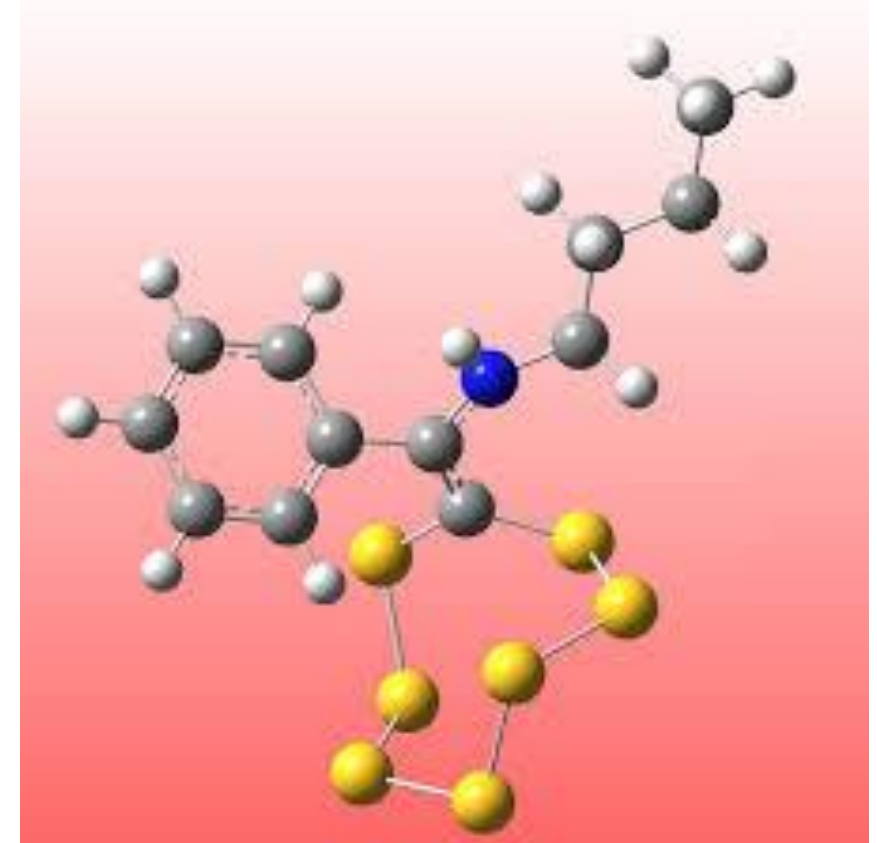
Tipovi prelaza kod molekula



Molekulska spektroskopija

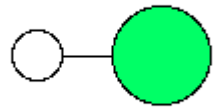
Molekulska spektroskopija proučava strukturu molekula na osnovu spektara nastalih prelazima na različite elektronske, vibracione i rotacione nivoe.

Oblast korišćenog elektromagnetnog zračenja je veća nego kod atomskih spektara zbog velikih razlika u energijama elektronskih, vibracionih i rotacionih nivoa.

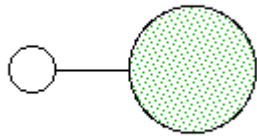


Primer strukture molekula

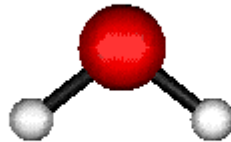
Vibracije molekula



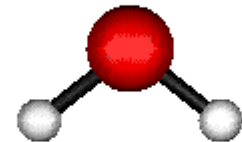
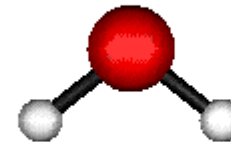
HF



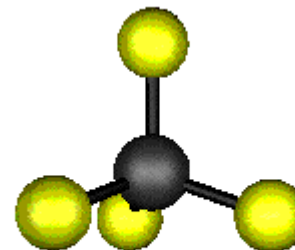
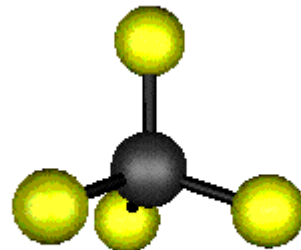
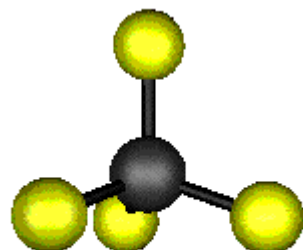
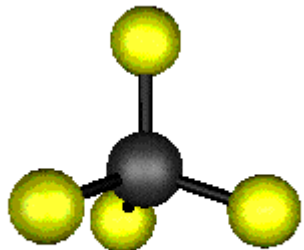
HCl



H₂O

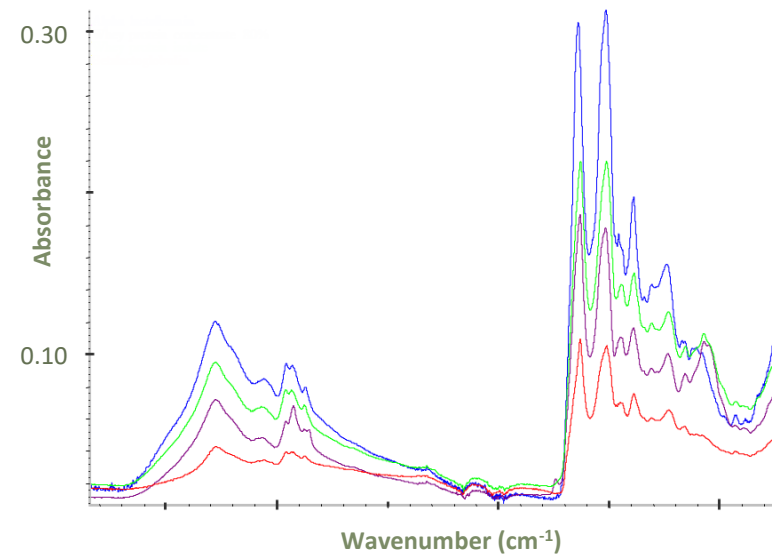
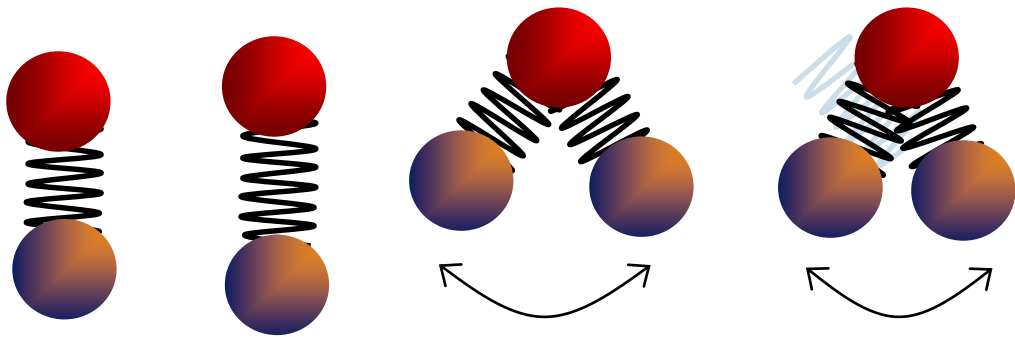


CF₄



Infracrvena spektroskopija

Infracrveno aktivne grupe daju signal koji se nalazi na specifičnim frekvencijama. Spektar je otisak prsta molekula.



III



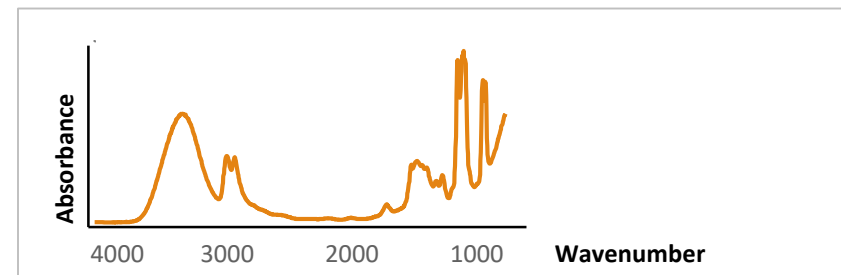
Kvalitativna analiza

Molekuli mogu biti identifikovani na osnovu jedinstvenog spektra.

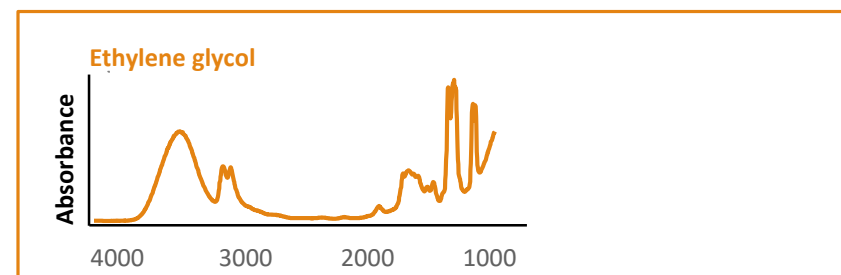
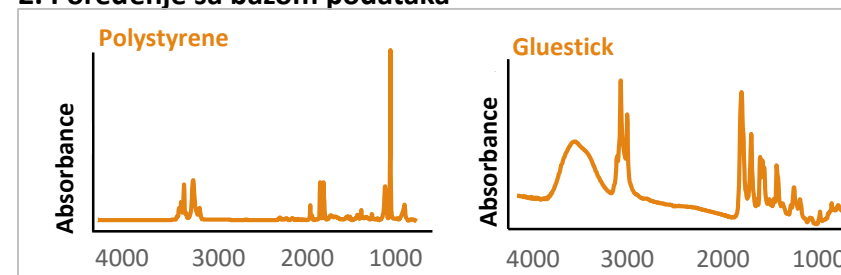
Moguće je dobiti informacije o prisustvu pojedinačnih grupa u strukturi.

Kompjuterski se porede spektri sa bazom podataka.

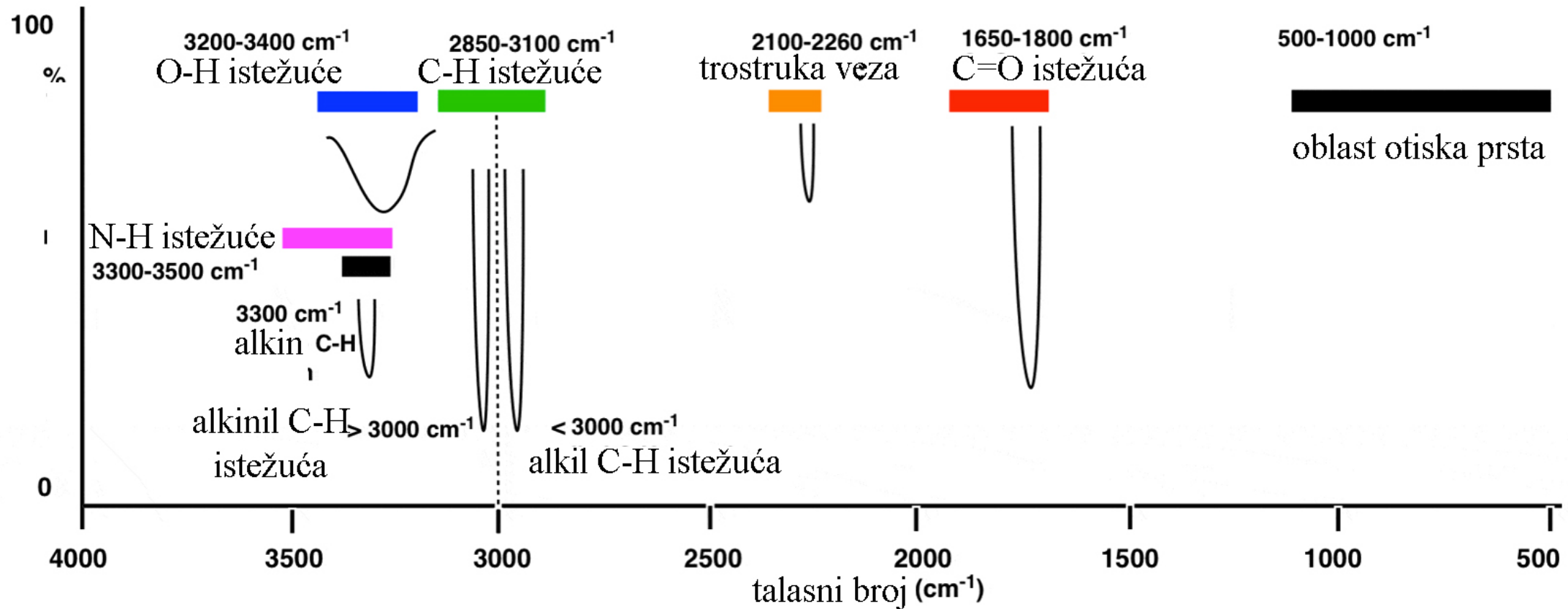
1. Nepoznati uzorak



2. Poređenje sa bazom podataka



Primeri oblasti u kojima se pojavljuju trake grupnih vibracija

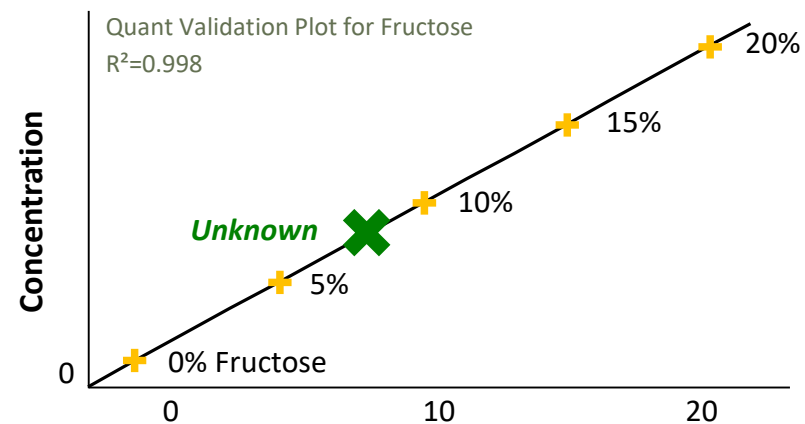
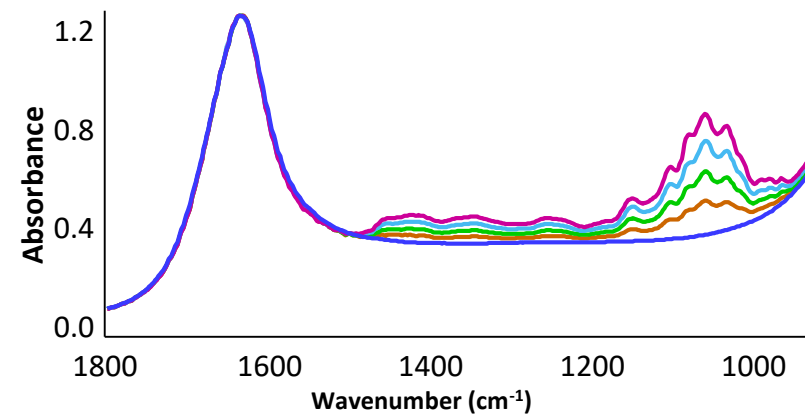


Kvantitativna analiza

Intenzitet signala zavisi od koncentracije.

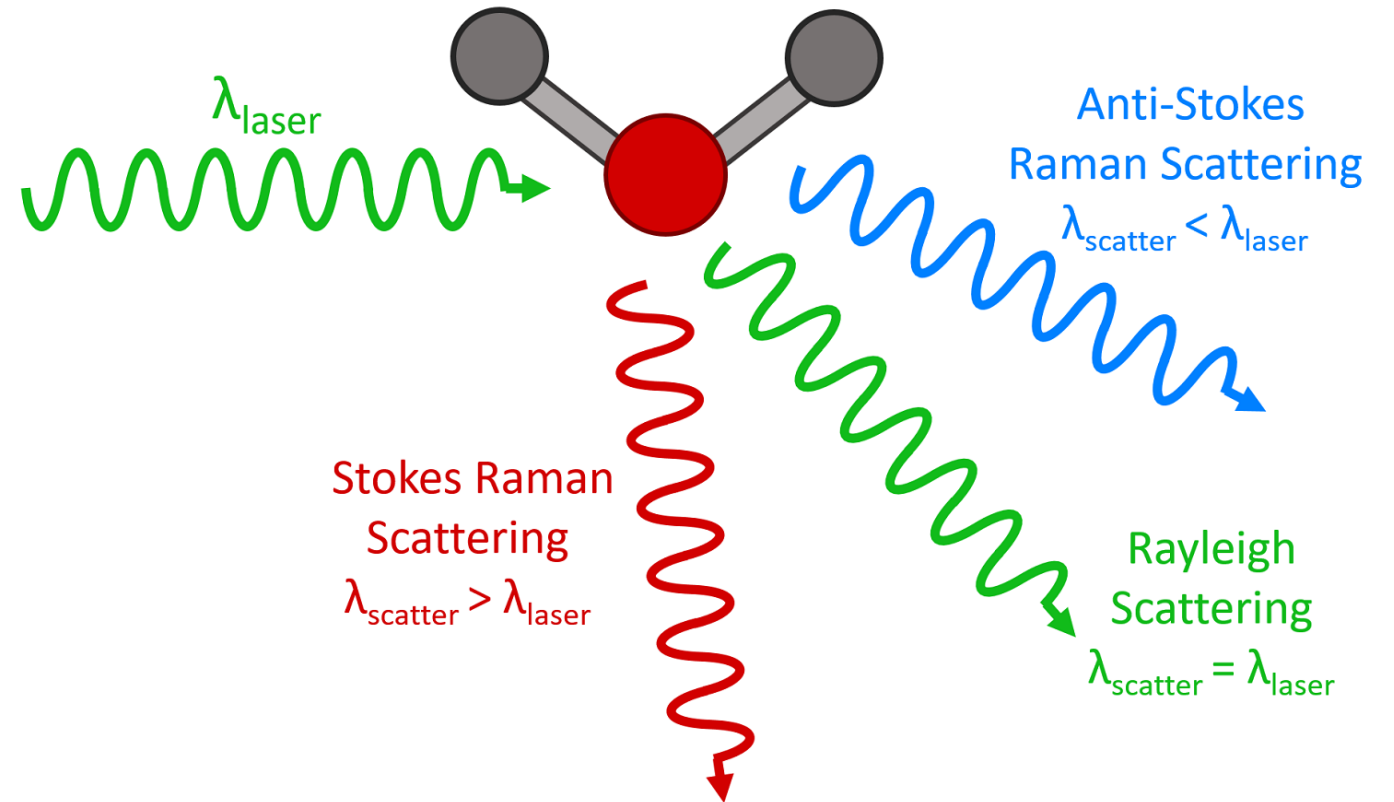
Na osnovu kalibracione krive je moguće odrediti koncentraciju.

Primenljivo i na smeše.

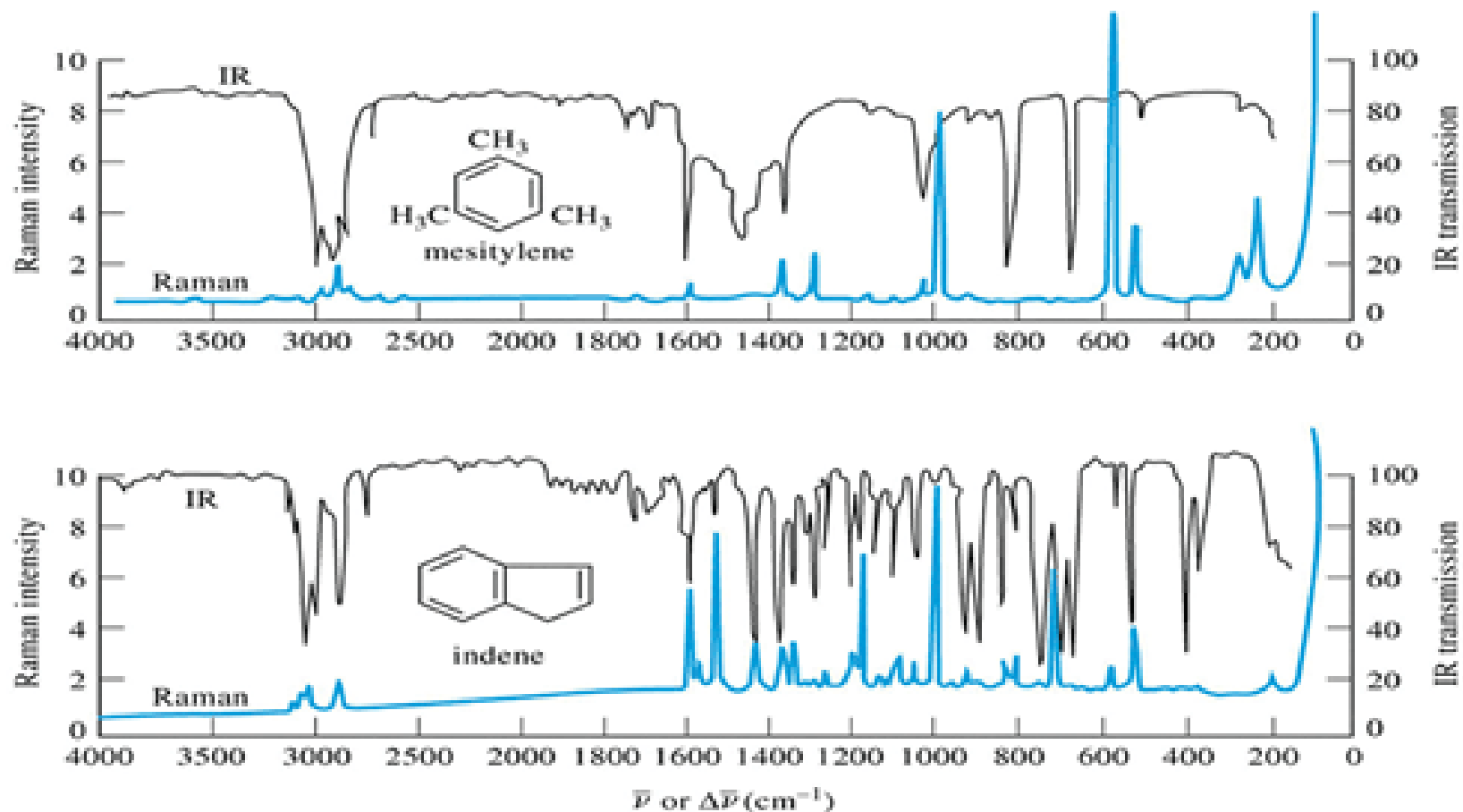


Ramanska spektroskopija

Ramanska spektroskopija je metoda vibracione analize koja se zasniva na rasejanju svetlosti.



IC i ramanska spektroskopija



© 2007 Thomson Higher Education

Primena ramanske spektroskopije u forenzici

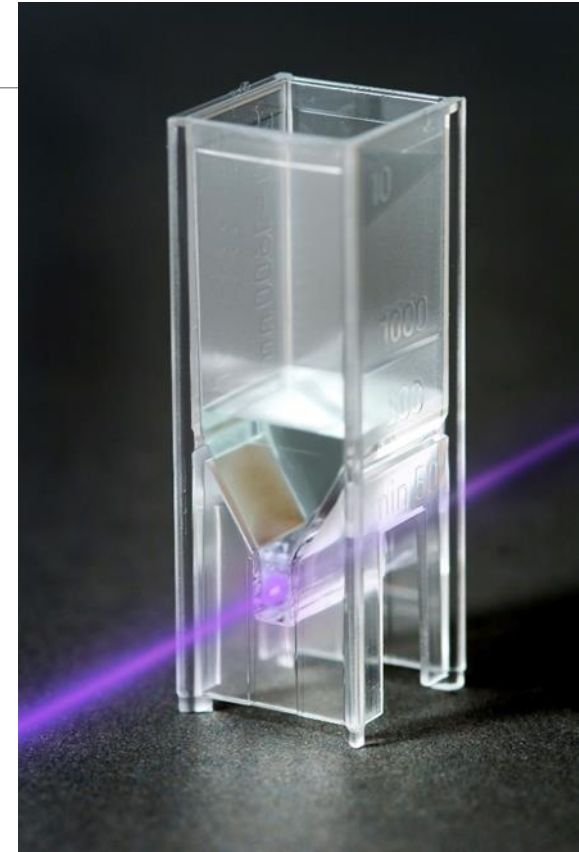
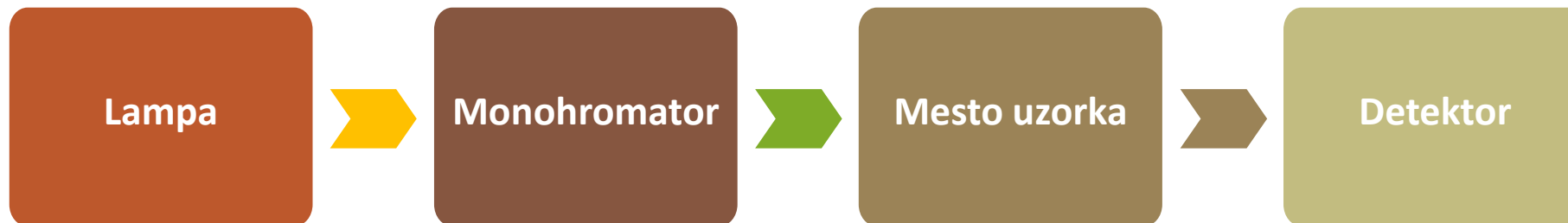


Elektronska spektroskopija

Ulj-vid oblast spektra od 190 do 800 nm, a moguće je i do 1000 nm (bliska infracrvena).

Spektrometar meri količinu propuštene svetlosti kroz uzorak i na osnovu toga računa apsorbanciju.

Apsorbancija je, uz određena ograničenja, linarna funkcija koncentracije.



Kiveta za Ulj-vid oblast.

Dvoznačni spektroskop

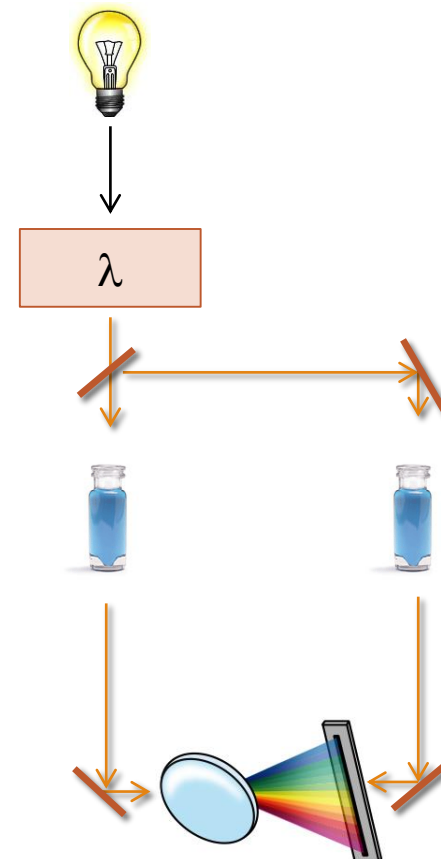


Izvor svetlosti

Monohromator

Uzorak

Detektor

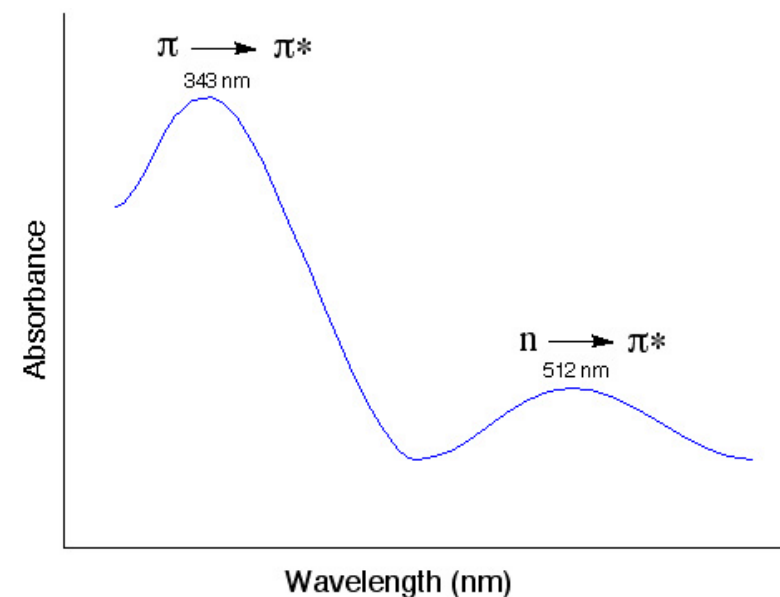


Kvalitativna analiza

Zbog velike širine traka kvalitativna analiza nije česta. Ova širina traka dovodi do relativne neosetljivosti položaja na strukturu molekula. Kod jednostavnijih molekula moguće je pratiti uticaje supstituenata. Ovo se odnosi na molekule koji u strukturi imaju π -veze.

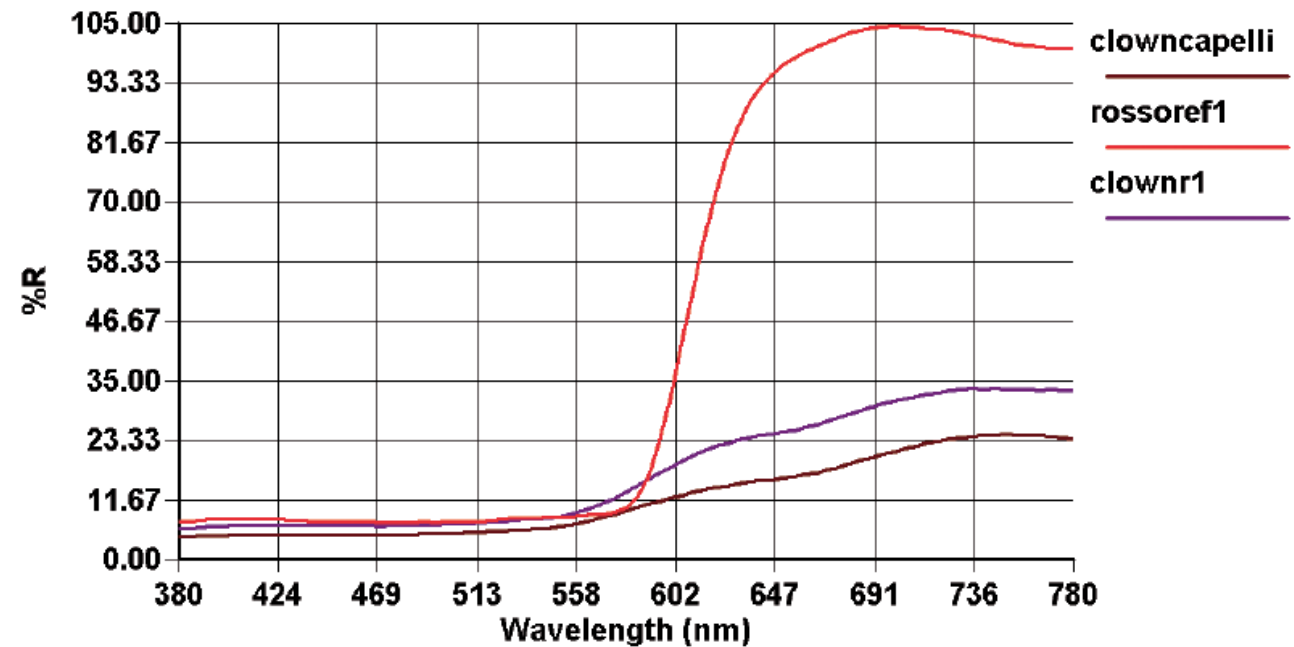
Odabrane hromofore i maksimumi apsorpcije

Hromofore	Formula	Primer	$\lambda_{\max}$ (nm)
Karbonil (ketoni)	$RR'C=O$	Aceton	271
Karbonil (aldehidi)	$RHC=O$	Acetaldehid	293
Karboksil	$RCOOH$	Sirćetna kiselina	204
Amidi	$RCONH_2$	Acetamid	208
Nitro	RNO_2	Nitrometan	271



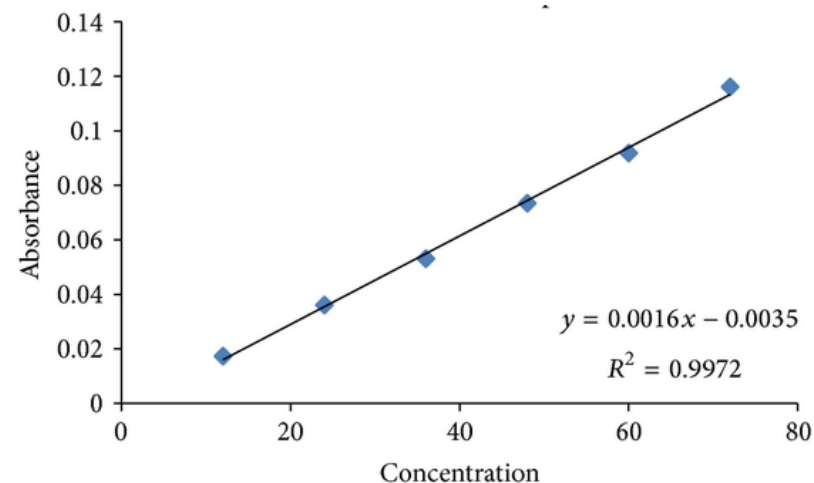
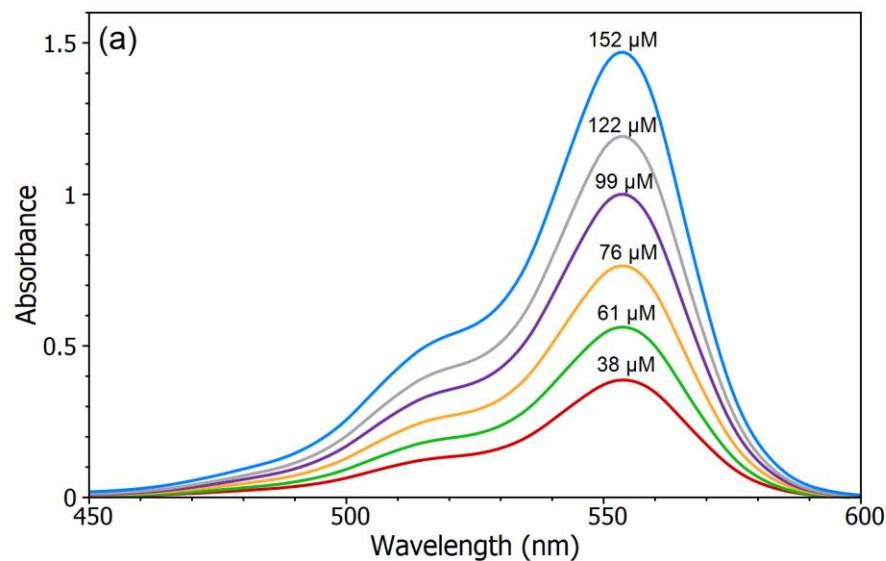
Elektronski spektar

Primena – određivanje boje na platnu



Kvantitativna analiza

Kvantitativna analiza korišćenjem Ulj-vid spektroskopije je omogućena zbog jednostavne zavisnosti apsorbcije od koncentracije. Zbog toga se ova metoda koristi za stotine metoda. Prednosti su brzina, jednostavnost, cena, primenljivost na veliki broj organskih i neorganskih supstanci. Ograničenja su visoka granica detekcije i mogućnost prekpapanja sa trakama drugih molekula.

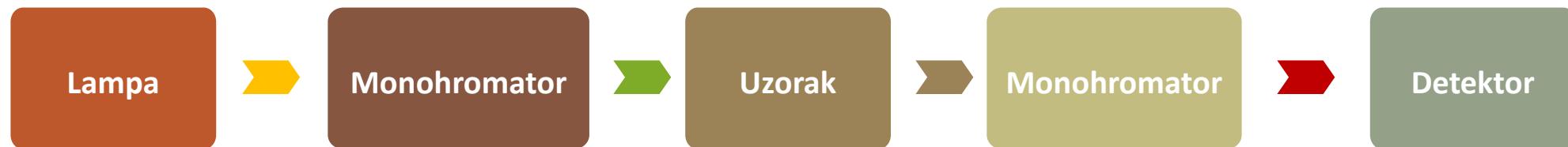


Grafici za primer kvantitativne analize.

Fluorescentna spektroskopija

Molekulska metoda zasnovana na emisiji fotona manje energije od energije upadnih fotona.

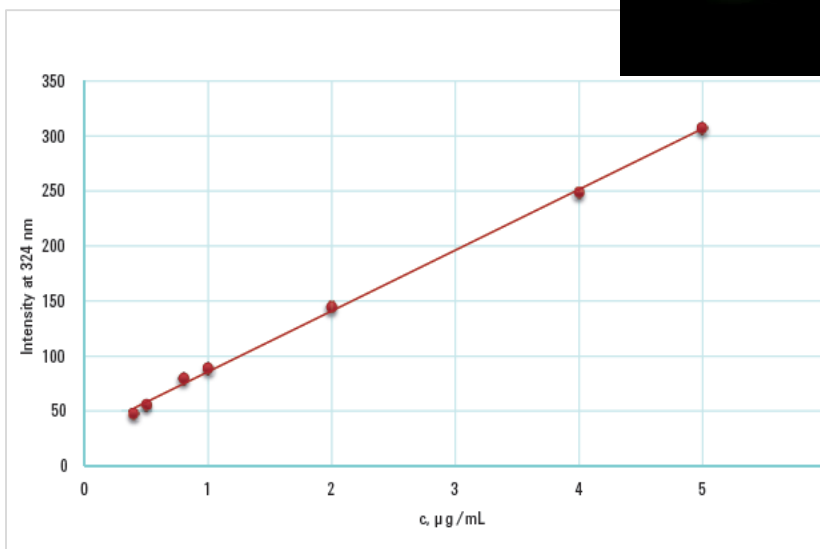
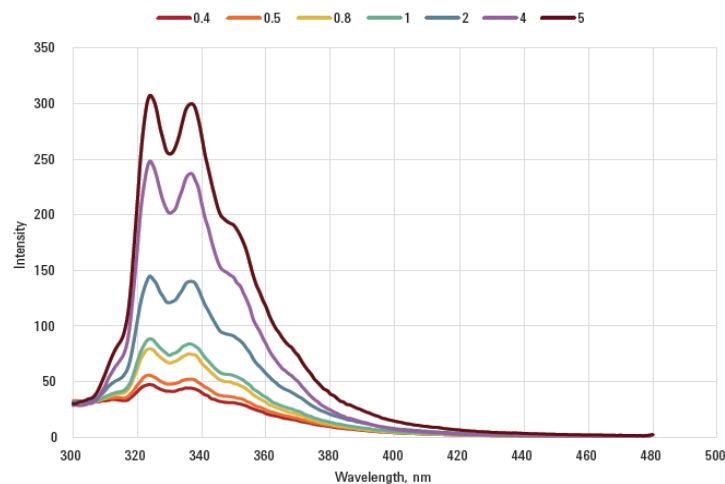
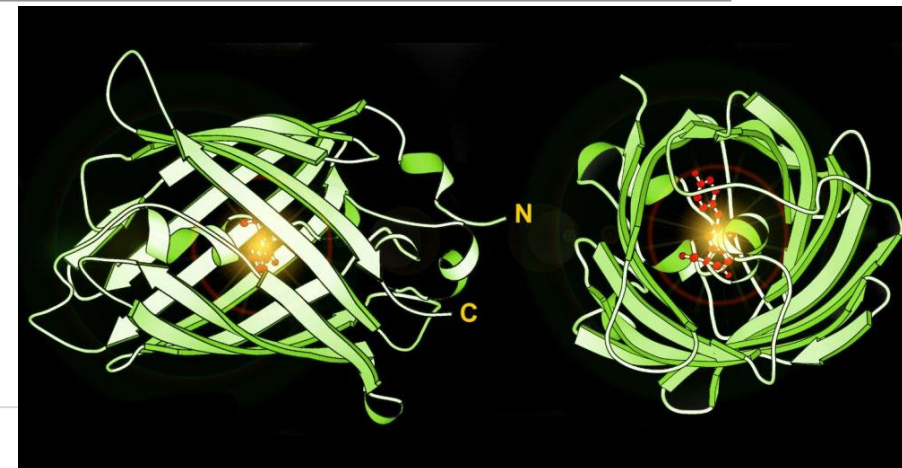
Ova metoda omogućava veću osetljivost zato što ograničeni broj molekula može florescirati.



Primena fluorescentne spektroskopije

Koristi se u analitičkoj hemiji i fotohemiji, karakterizaciju nanočestica, obeleženih proteina, enzimologiji. Moguća je i kvalitativna i kvantitativna analiza.

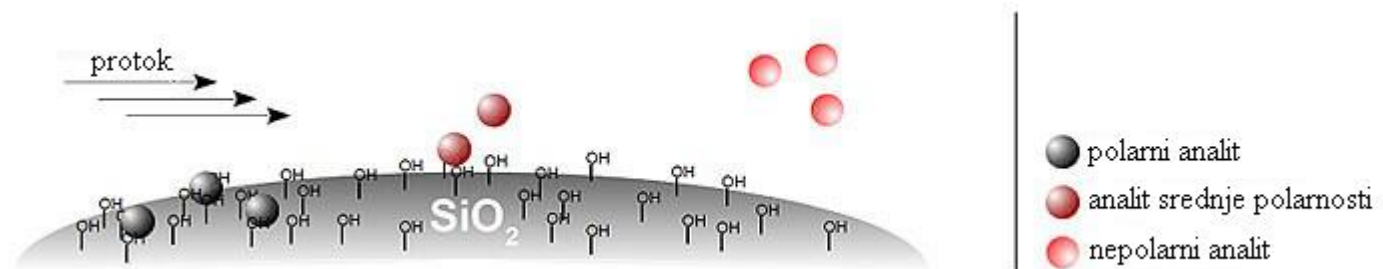
Pri nižim koncentracijama intenzitet emitovanog zračenja je proporcionalan koncentraciji.



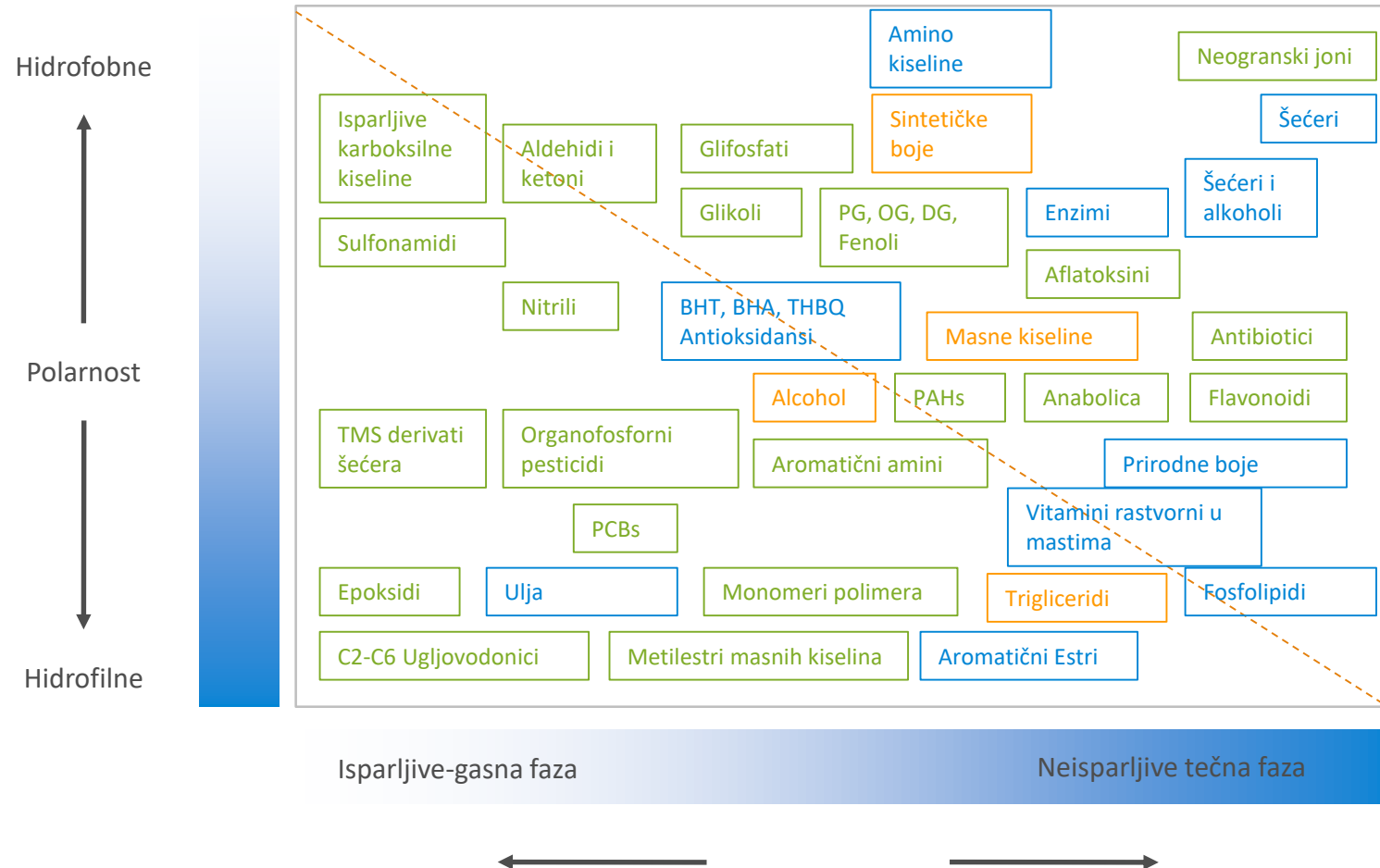
Teorijske osnove hromatografije

Prednosti tečne hromatografije:

- Osetljivost
- Mogućnost tačne kvantifikacije
- Automatizacija procesa
- Mogućnost razdvajanja neisparljivih ili termolabilnih vrsta (tečna hromatografija)
- Korišćenje standardnih rastvarača
- Primenljivost na uzorke koji su od značaja za forenziku



Molekulski prikaz razdvajanja u tečnoj hromatografiji.

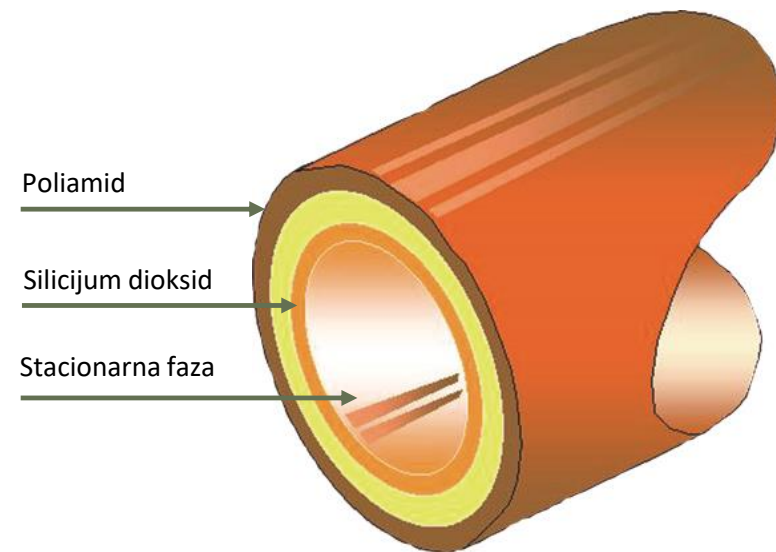
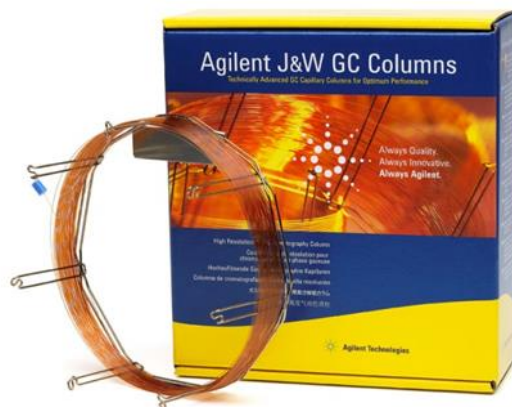
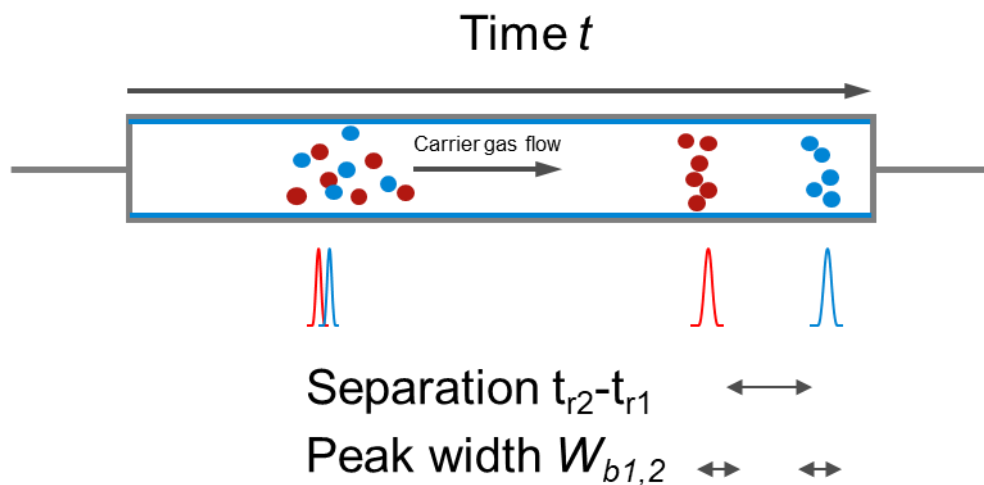


Gasna hromatografija

U analitičkoj hemiji, gasnom hromatografijom se analiziraju i razdvajaju komponente koje mogu da pređu u gasovito stanje a da pri tome ne dođe do dekompozicije.

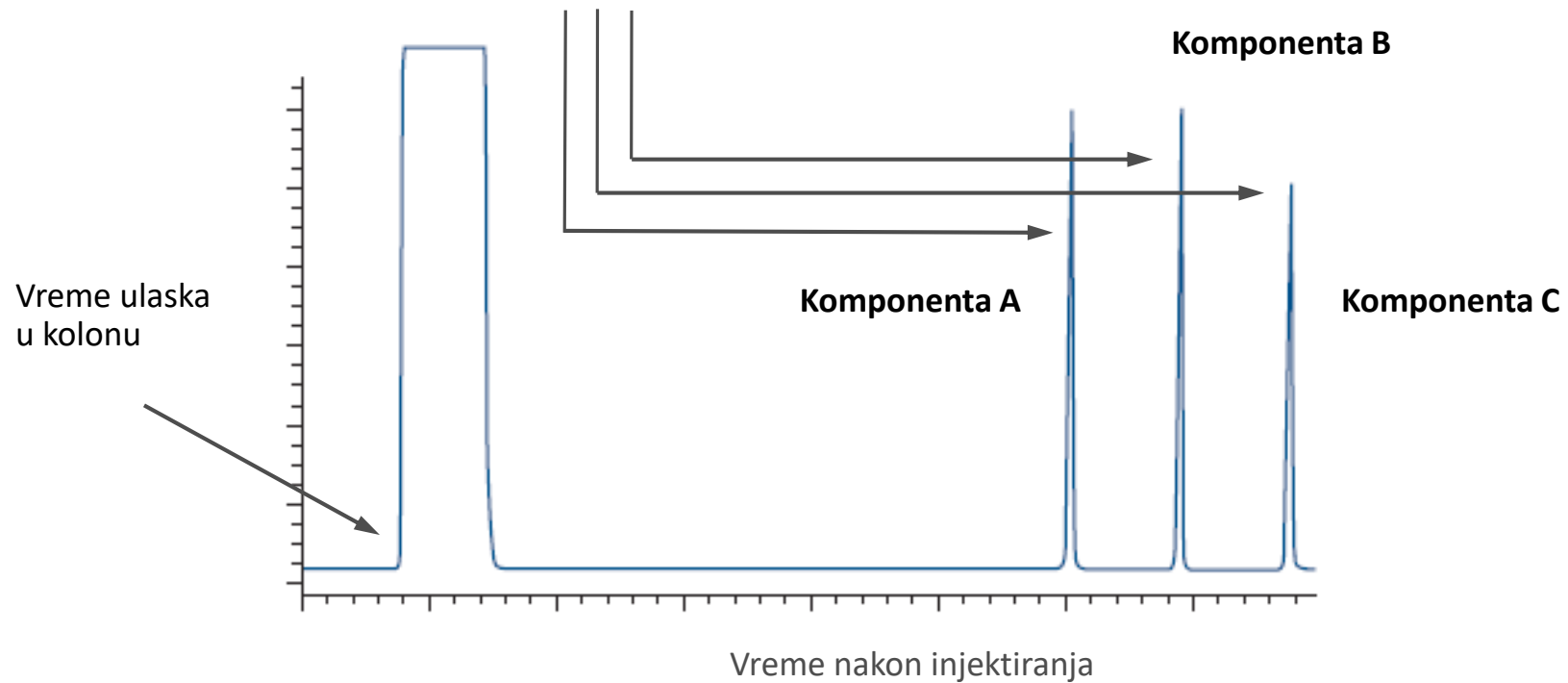
Isparljivi analiti se kvalitativno i kvantitativno mogu analizirati. Mobilna faza je gas, a stacionarna tečnost ili čvrsta supstanca. Supstanca mora da bude isparljiva na 400°C.

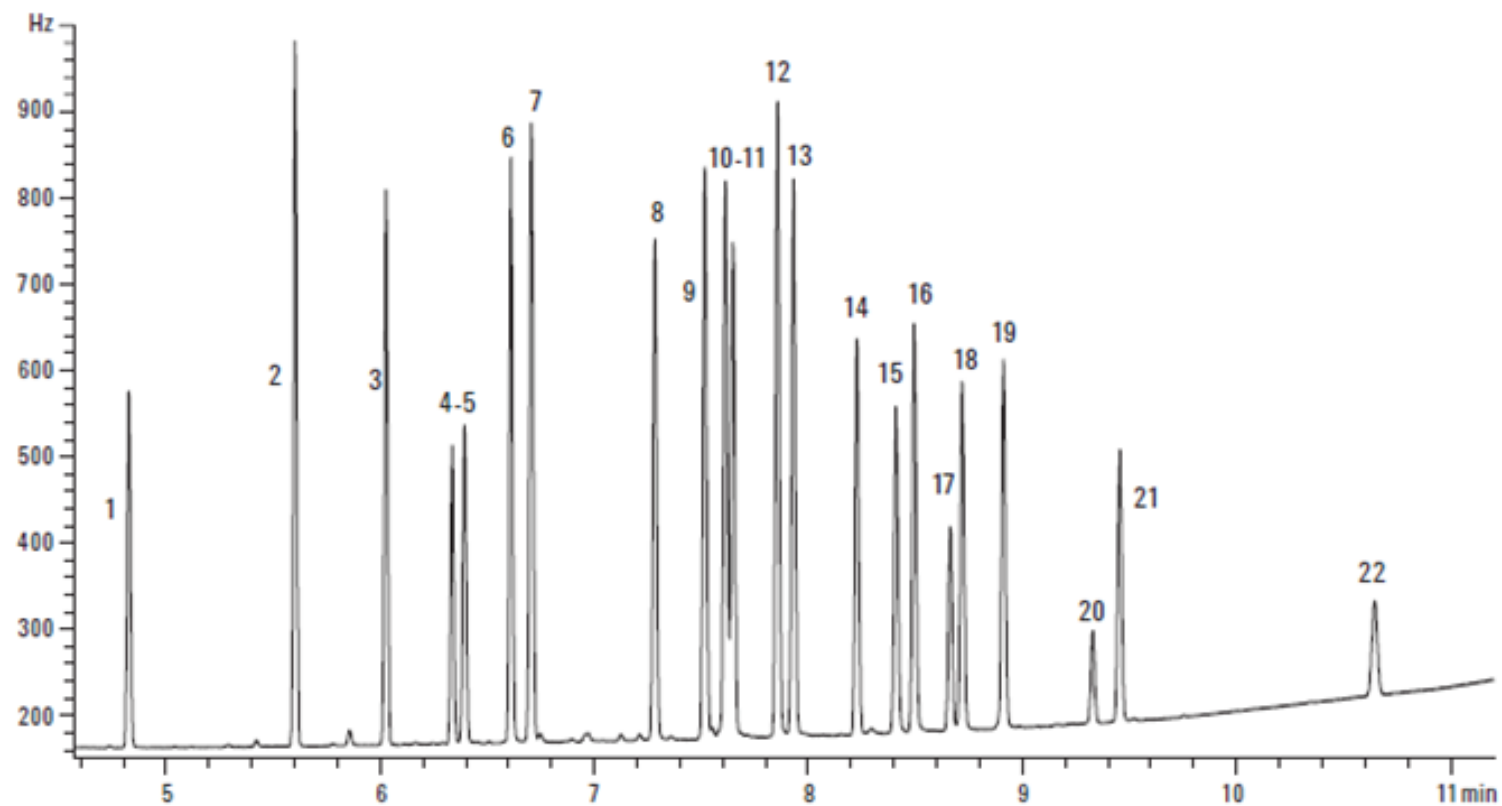
Koristi se za ispitivanje hrane, u zaštiti životne sredine, industrijskih hemikalija, nafte.



Izgled hromatograma

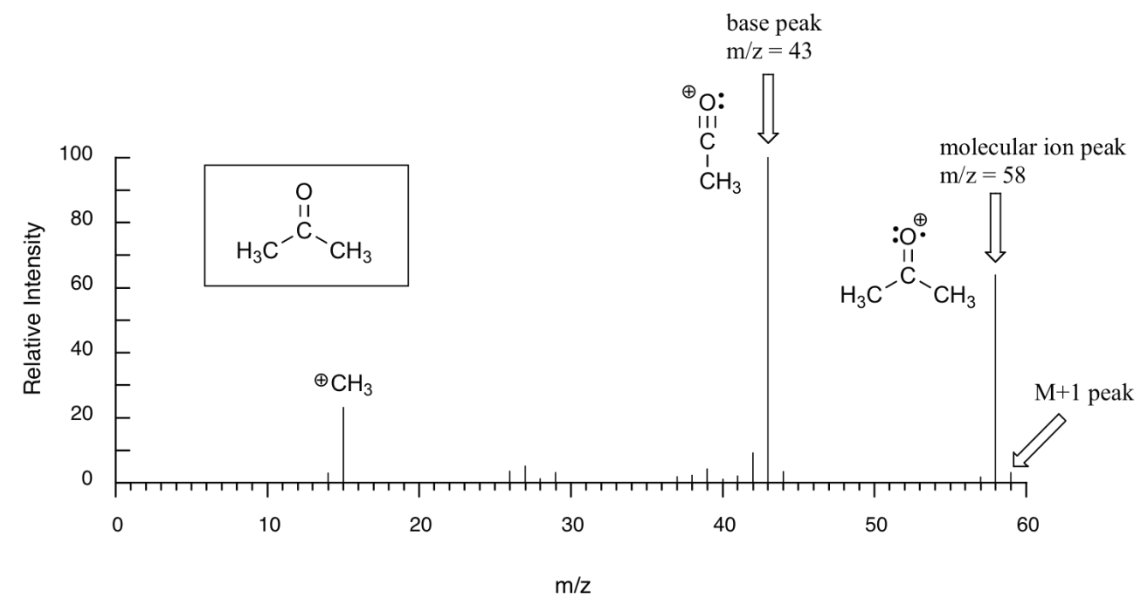
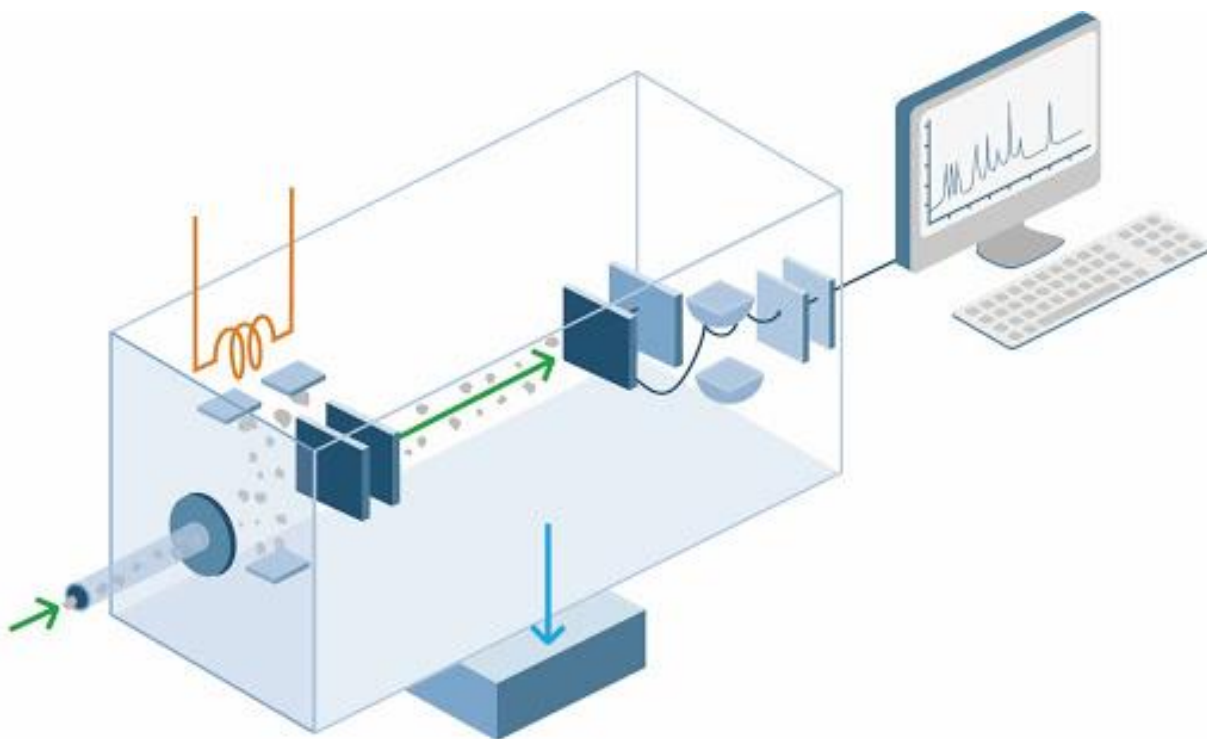
Hromatografski pikovi ili maksimumi, svaki predstavlja po jednu supstancu.



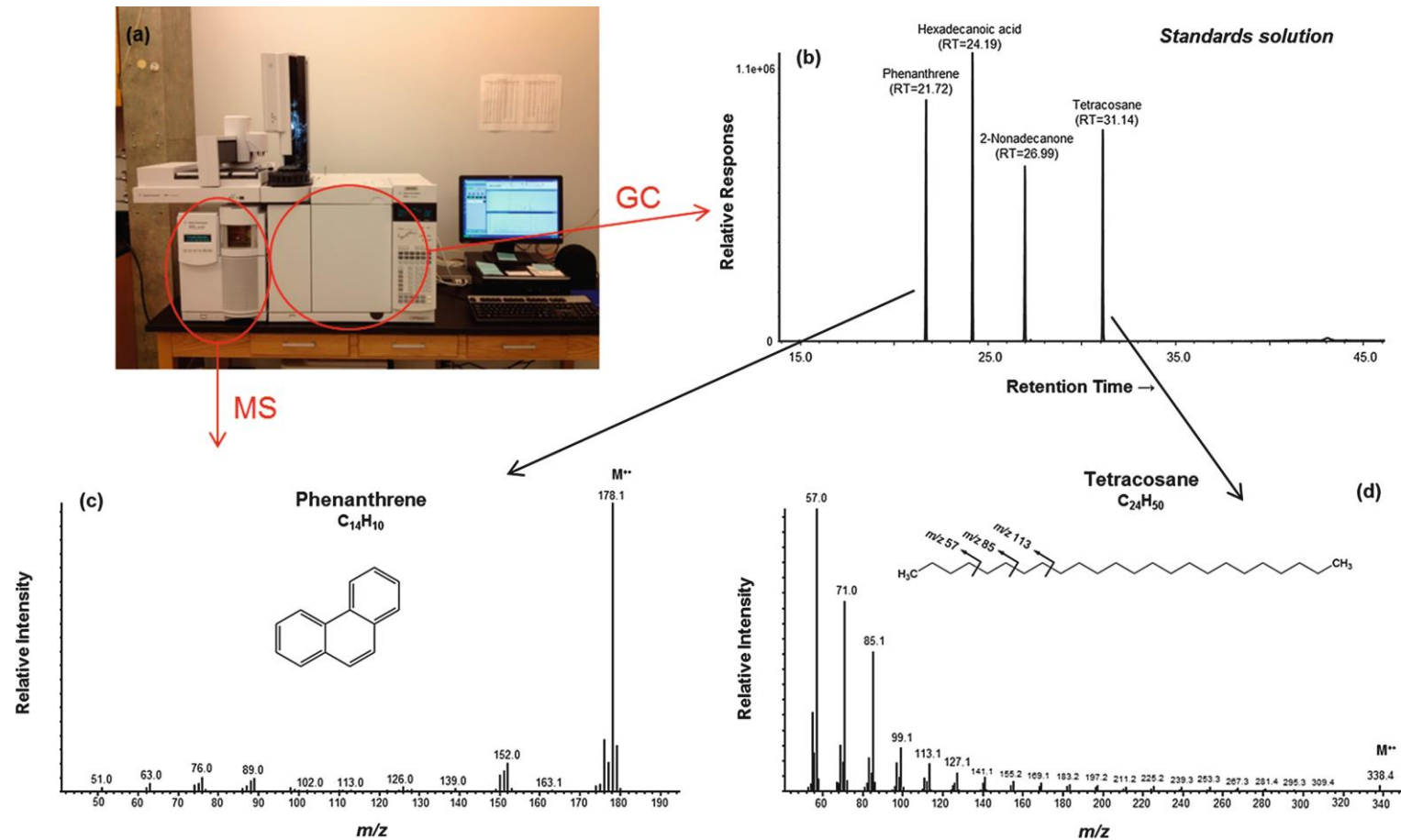


- | | |
|--|---|
| 1. Tetrachloro-m-xylene (surrogate standard) | 12. Dieldrin |
| 2. α -BHC | 13. p,p-DDE |
| 3. γ -BHC | 14. Endrin |
| 4. β -BHC | 15. p,p-DDD |
| 5. Heptachlor | 16. Endosulfan II |
| 6. δ -BHC | 17. p,p-DDT |
| 7. Aldrin | 18. Endrin aldehyde |
| 8. Heptachlor epoxide | 19. Endosulfan sulfate |
| 9. γ -chlordane | 20. Methoxychlor |
| 10. α -chlordane | 21. Endrin ketone |
| 11. Endosulfan I | 22. Decachlorobiphenyl (surrogate standard) |

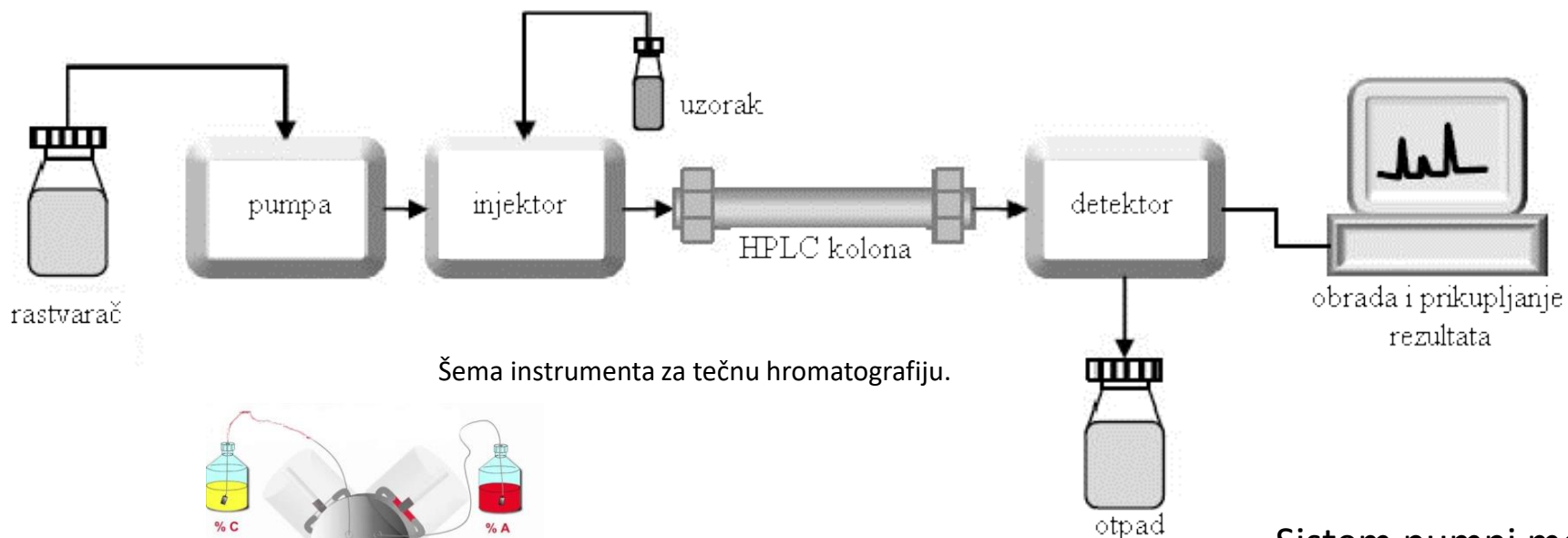
Masena spektrometrija u analizi molekula



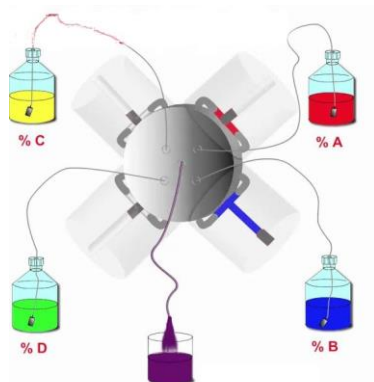
GS-MS



Prikaz aparature za tečnu hromatografiju



Izgled kolona za tečnu hromatografiju (5-25 cm, prečnik od 3 do 5 mm).



Ventil za doziranje rastvarača.,

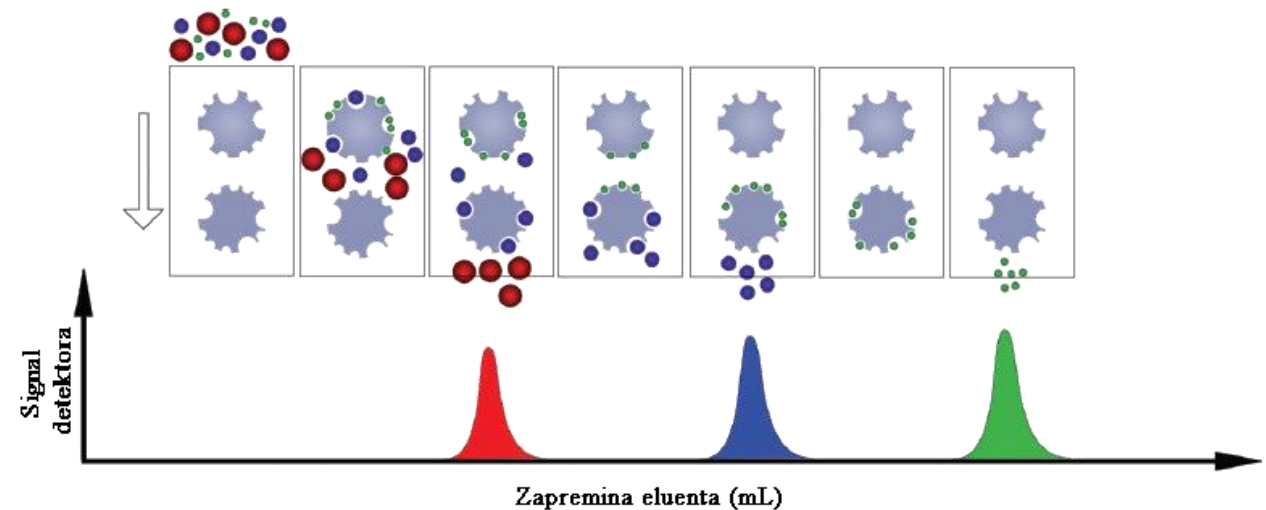
Sistem pumpi mora da ispuni sledeće uslove:

- da je otporan na koroziju
- Pritisak 414 bar, protok 0,1 do 10 mL/min,
- Reproductivnost protoka do 0,5 % i da ne postoje pulsevi rastvarača

<https://laboratoryinfo.com/hplc/>
https://www.youtube.com/watch?v=axrHZR_SNd4
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/c4044?lang=en®ion=SK>

Podela tehnika tečne hromatografije

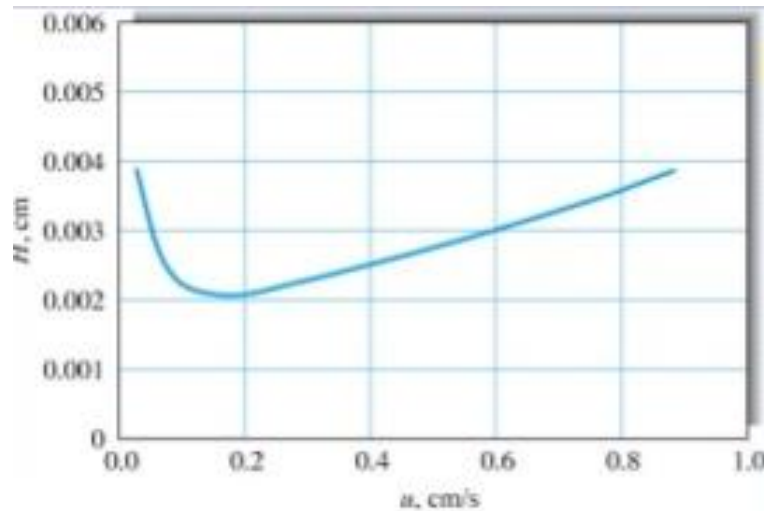
- ❖ Particiona (tečno-tečna) hromatografija
- ❖ Adsorpciona (tečno-čvrsta) hromatografija
- ❖ Jonoizmenjivačka (jonska) hromatografija
- ❖ Gel hromatografija (size-exclusion, SEC)
- ❖ Afinitetna hromatografija
- ❖ Hiralna hromatografija



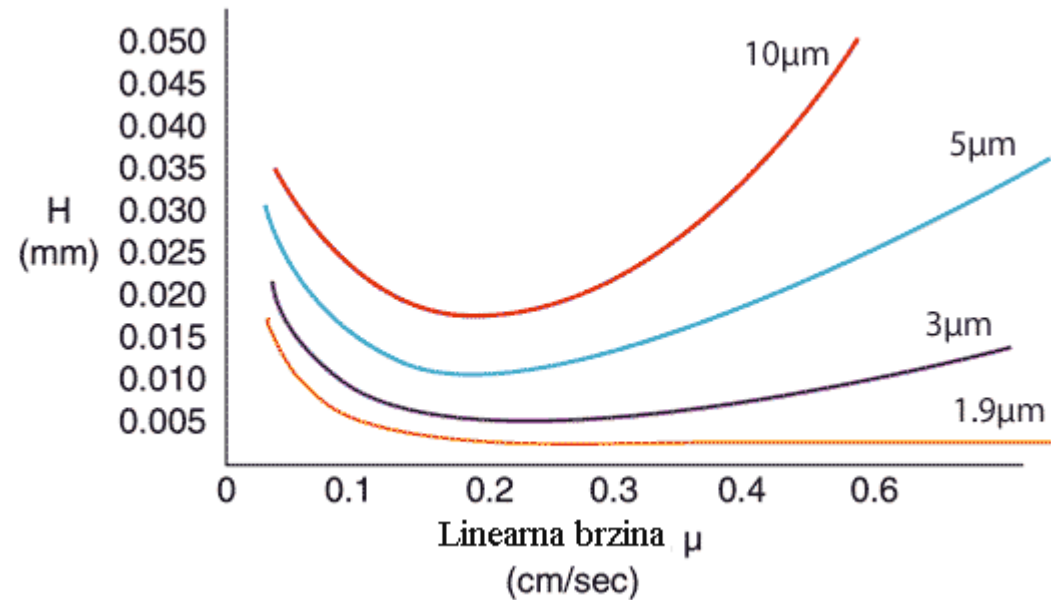
Princip rada SEC.

Osnovni parameteri u eksperimentalnom radu

- ❖ Odabir kolone i veličina čestica stacionarne faze
- ❖ Odabir tečne faze – uticaj jačine rastvarača na retenciono vreme, uticaj mobilne faze na selektivnost
- ❖ Derivatizacija



Uticaj brzine protoka mobilne faze na efikasnost razdvajanja.



Uticaj veličine čestica stacionarne faze na efikasnost razdvajanja.

Detektori u tečnoj hromatografiji

❖ Idealni detektor:

- Adekvatna osetljivost (između 10^{-8} i 10^{-15} g rastvorka/s).
 - Dobra stabilnost i reproduktivnost.
 - Linearni odgovor na analit kroz nekoliko redova veličine.
 - Kratko vreme odgovora koje ne zavisi od brzine protoka.
 - Velika pouzdanost i jednostavnost korišćenja.
 - Sličnost u odgovoru za veći broj analita, alternativno velika osetljivost prema određenoj grupi analita.
 - Nedestruktivan.
- ❖ Ultraljubičasti-vidljivi detektor
 - ❖ Fluorescentni detektor
 - ❖ FT-IC detektor
 - ❖ Detektor zasnovan na merenju indeksa prelamanja
 - ❖ Elektrohemijski detektori
 - ❖ Maseni detektor

Tipovi uzoraka u forenzičkoj fizičko-hemijskoj analizi



Forenzička ekologija



Ispitivanje dokumenata



Forenzička entomologija



Ispitivanje oružija



Ispitivanje boja i mastila



Forenzička toksikologija, analiza psihioaktivnih supstanci i ostataka telesnih tečnosti

<https://phys.org/news/2016-04-microscopic-algae-forensic-teams-criminals.html>
<https://www.facebook.com/ForensicCOE/photos/a.1876017879325139/2197456373847953/?type=1&theater>
<https://www.msnbc.com/stephanie-ruhle/watch/cohen-document-release-sheds-new-light-on-timeline-of-investigation-1460846659746>
<https://toronto.citynews.ca/2020/01/07/firearm-investigation-yonge-eglinton/>
<https://www.pinterest.com/pin/194569646380273403/>
<https://www.principalforensicservices.com/drugs-toxicology-analysis/>

„Vikend“ droge i njihovo određivanje



Marihuana (THC)



Heroin



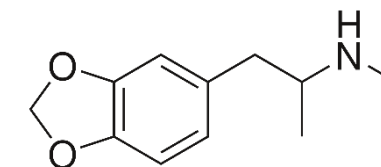
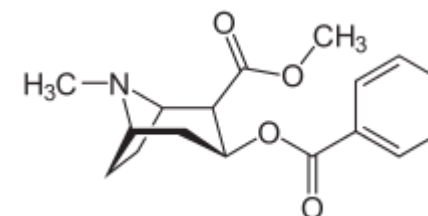
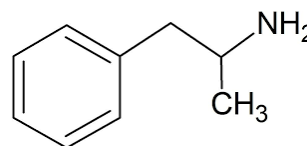
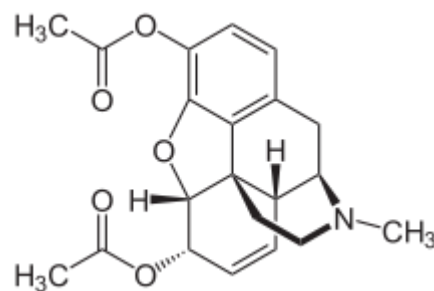
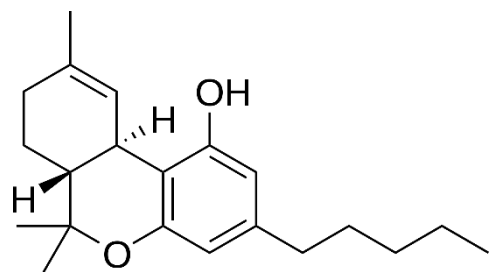
Amfetamin



Kokain

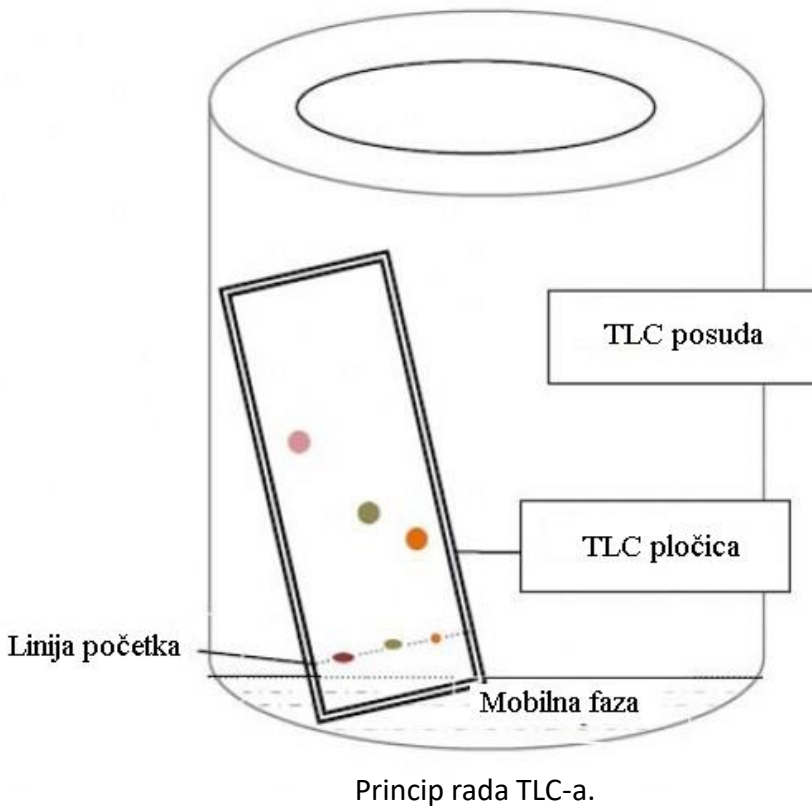


MDMA



<https://twitter.com/hashtag/marihuan>
<https://nypost.com/2019/09/22/connecticut-nursing-home-fined-for-cocaine-use-officials/>
<https://www.medicalnewstoday.com/articles/221211.php>
<https://www.discovermagazine.com/mind/trip-therapy-scientists-pin-down-how-mdma-works-in-the-brain>

Tankoslojna hromatografija



Primeri tečne faze:

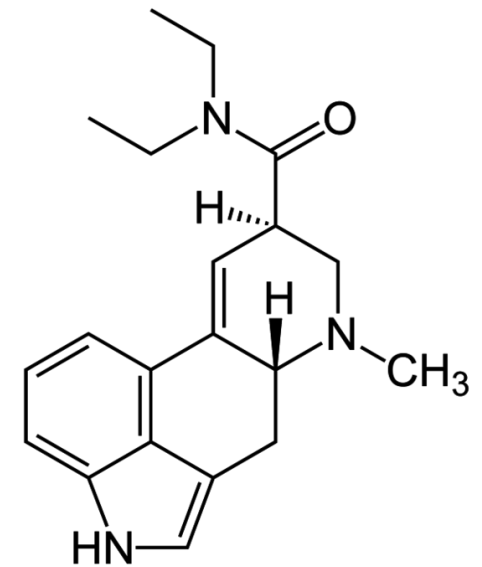
- cikloheksan:toluen:etilamin (75:15:10)

Kvalitativna analiza je zasnovana na retencionom faktoru:

$$R_f = \frac{D_x}{D_s - D_o}$$

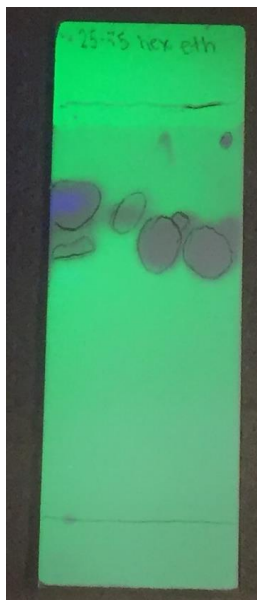


Fluorescencija LSD-a.

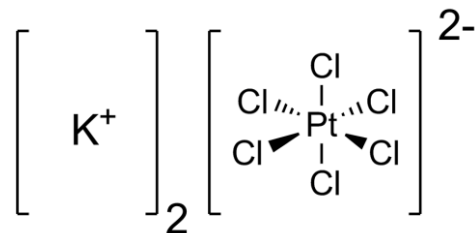


Struktura LSD-a.

Metode dokazivanja psihoaktivnih supstanci



TLC pločica sa fluorescentnim agensom.



Zakišljeni jodoplatinat (kalijum heksakloroplatinat + kalijum jodid u HCL).

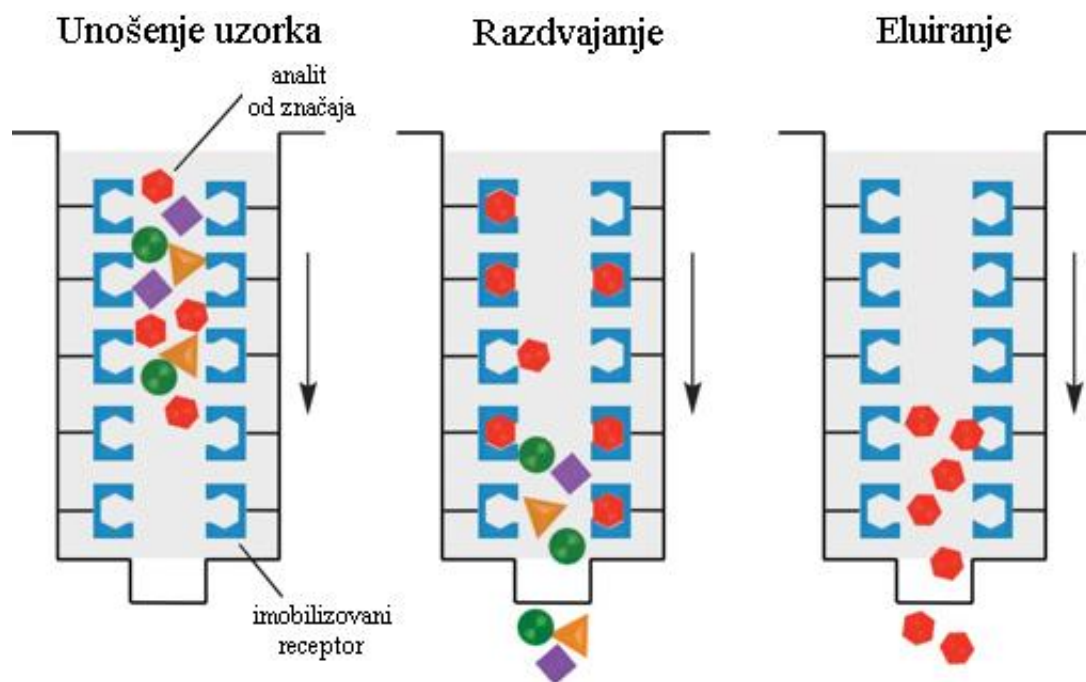
Dokazna reakcija za alkaloidne i amfetamine



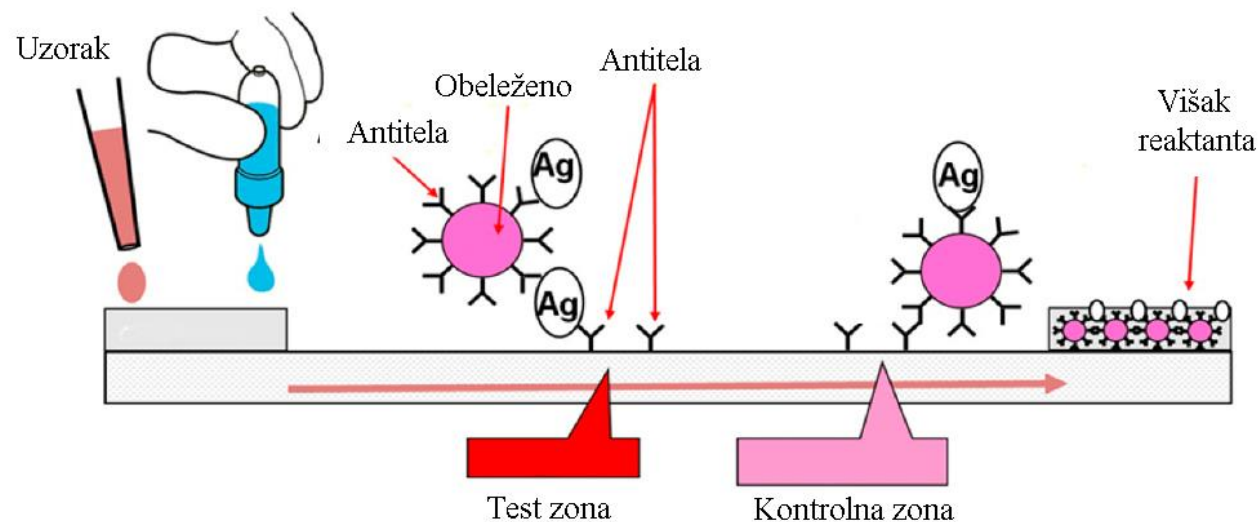
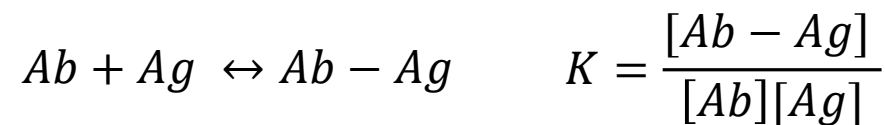
HEROIN	
MORFIN	
KODEIN	
OKSIKODON	
MDMA/MDA	

Primena Mecke-ovog reagensa.

Imunoeseji i imunohromatografske trake



Princip rada afinitetne hromatografije.



Princip rada imunohromatografske trake.

Značaj ostataka telesnih tečnosti i dlake u forenzičkoj fizičkohemijskoj analizi



Uzorak urina.



shutterstock.com • 1297430470

Uzorak krvi.



Uzorak tečnosti staklastog tela.



Uzorak plazme.



Segmentna analiza dlake.

<https://www.forumhealthcentre.nhs.uk/your-health/urine-test-msu>
<https://www.shutterstock.com/search/blood+sample+test+tubes>
<https://laboratoryinfo.com/serum-vs-plasma/>
<https://vitrectomyforfloaters.com/what-replaces-the-vitreous-humor-after-vitrectomy/>

LC-MS/LC-MS-MS

Prednosti:

- jednostavna priprema uzorka (potrebna je deproteinizacija uzroka tečno-tečnom ekstrakcijom ili čvrsto-tečnom ekstrakcijom i centrifugiranje)

Mane:

- proces jonizacije pod atmosferskim pritiskom daje manje informacija nego jonizacija eltkronima.
- zavisno od instrumenta razlikovaće se fragmenti koji nastaju
- jonizacija uzorka zavisi dodatno od prisutnih vrsta (ion suppression effect)

Nakon postavljanja metode potrebno je odrediti: osetljivost, linearnost, detekcioni limit, limit kvantifikacije, osetljivost, preciznost, kao i mogućnost korišćenja metode ako je uzorak zamrznut.

Primer primene

U radu Vaiano-a i saradnika je razvijena metoda LC-MS za 64 psihoaktivne supstance i 5 amfetamina:

- 28 sintetičkih kanabinoida
- 19 sinetičkih katinona
- 5 fenetilamina
- amfetmin, metamfetamin i ostali

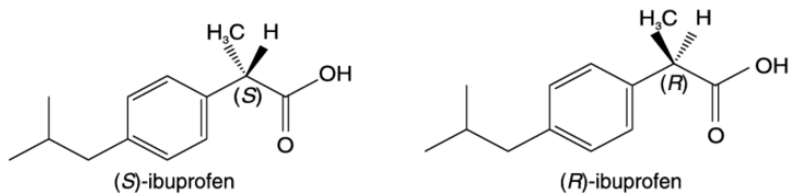
Mobilna faza: 5 mM vodeni rastvor mravlje kiseline i acetonitril (99:1), gradijentno eluiranje do 30% ACN za 6 min, do 50% za 2 min, do 100% za 4 min i onda izokratsko još 3 min, protok 0,4 mL/min prvih osam min pa 0,6 mL/min još dva min.



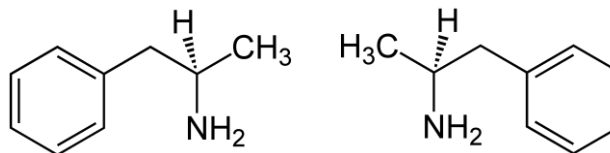
Primer hromatograma.

•F. Vaiano, F.P. Busardo, D. Palumbo, C. Kyriakou, A. Fioravanti, V. Catalani, F. Mari, E. Bertol, A novel screening method for 64 new psychoactive substances and 5 amphetamines in blood by LC-MS/MS and application to real cases, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 129 (2016), 441-449

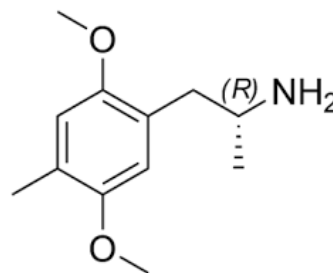
Enantiomeri u forenzici



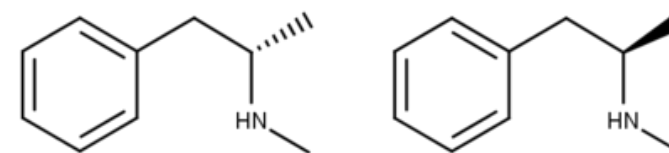
S-ibuprofen je lek protiv bolova, dok je R neaktivan.



S-amfetamin (desno) ima jači efekat kao lokomotorni stimulans i hipertermički agens.

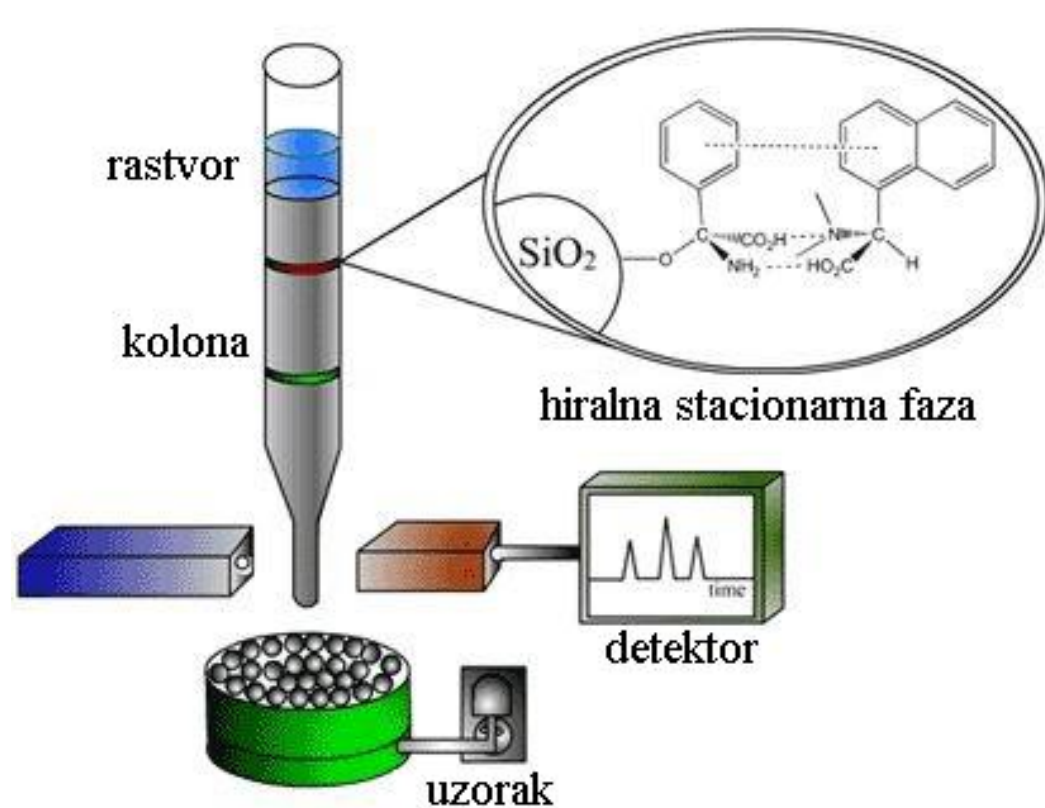


R-izomer 1-(2,5-dimetoksi-4-metil)fenil-2-aminopropan (DOM) ima dva puta veću halucinogenu aktivnost nego racemska smeša.

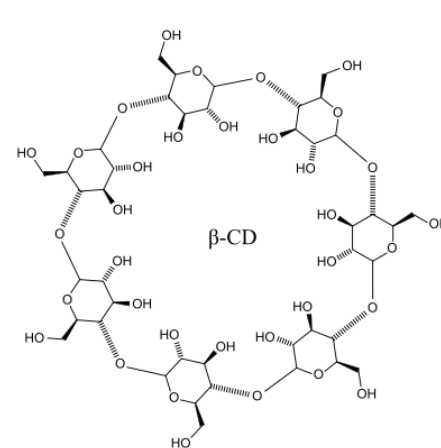
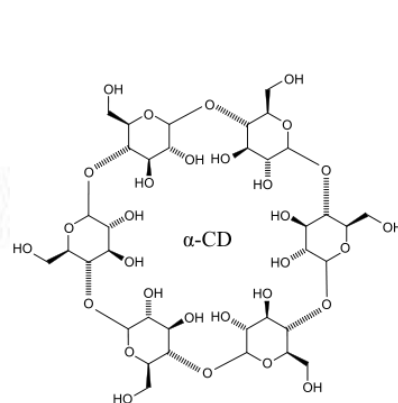


S-metamfetamin (levo) je „vikend“ droga, dok se L-metamfetamin (desno) prodaje kao lek za kijavicu.

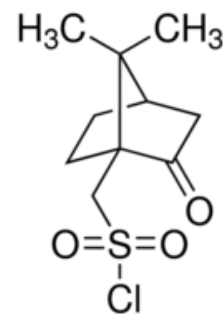
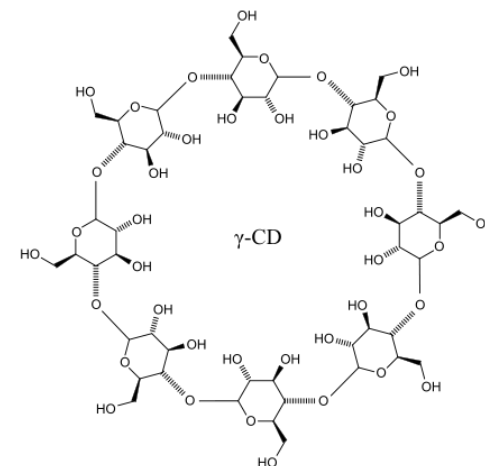
Hiralna hromatografija



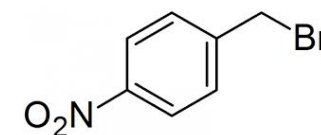
Princip rada hiralne hromatografije.



Ciklodekstrini.

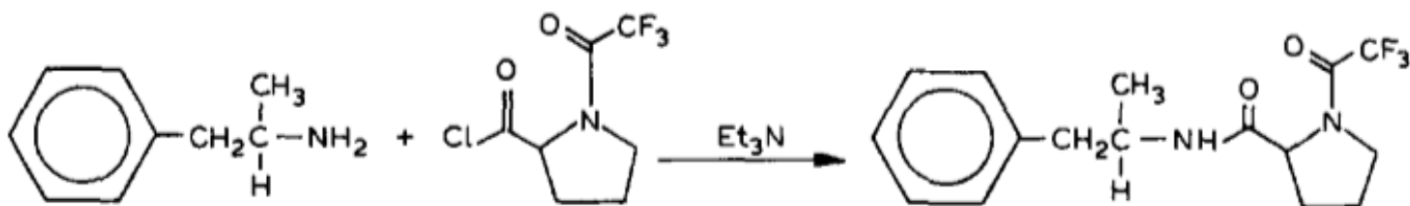


Kamforsulfonil hlorid.



p-nitrobenzilbromid.

Primer primene hiralne hromatografije

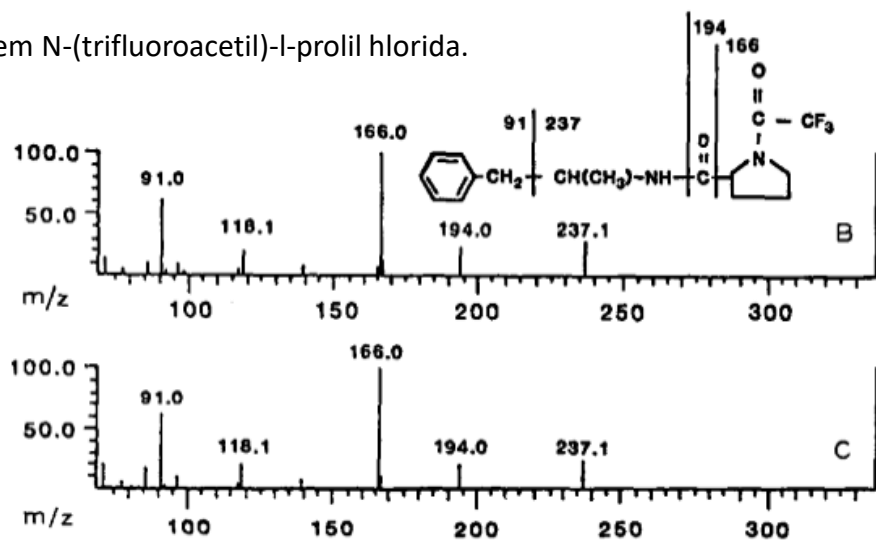


Derivatizacija amfetamina korišćenjem N-(trifluoroacetil)-l-prolin hlorida.

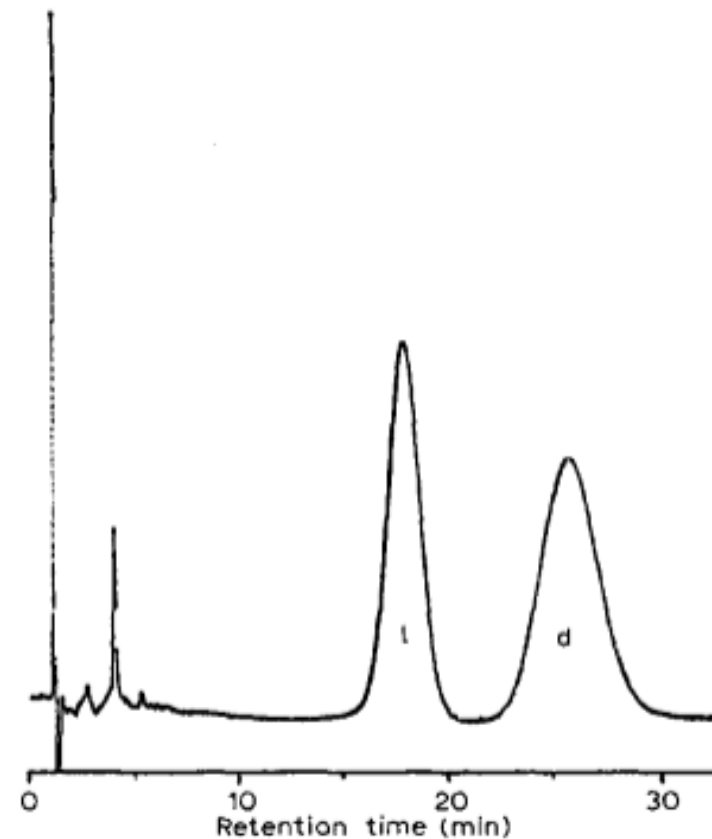
U radu su korišćene i kovalentna i jonska fenilglicin kolona.

Mobilna faza 2-propanol:heksan (1:99)

Dobijena je maksimalna rezolucija od 3,8 i faktor razdvajanja od 1,52.



Maseni spektri derivata amfetamina (R je spektar B).

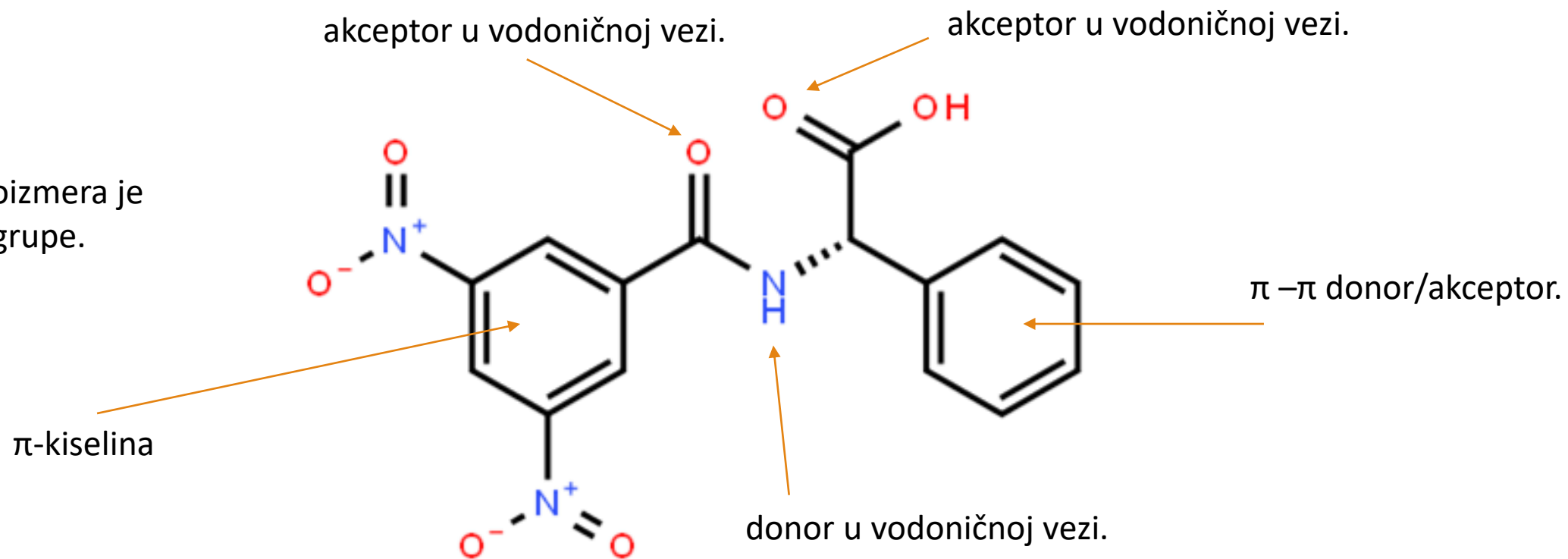


Hromatogram sa razdvojenim enantiomerima.

*S. Hayes, R. Liu, Enantiomeric composition analysis of amphetamine and methamphetamine by chiral phase high-performance liquid chromatography-mass spectrometry, Journal of Chromatography, 398 (1987), 239-246

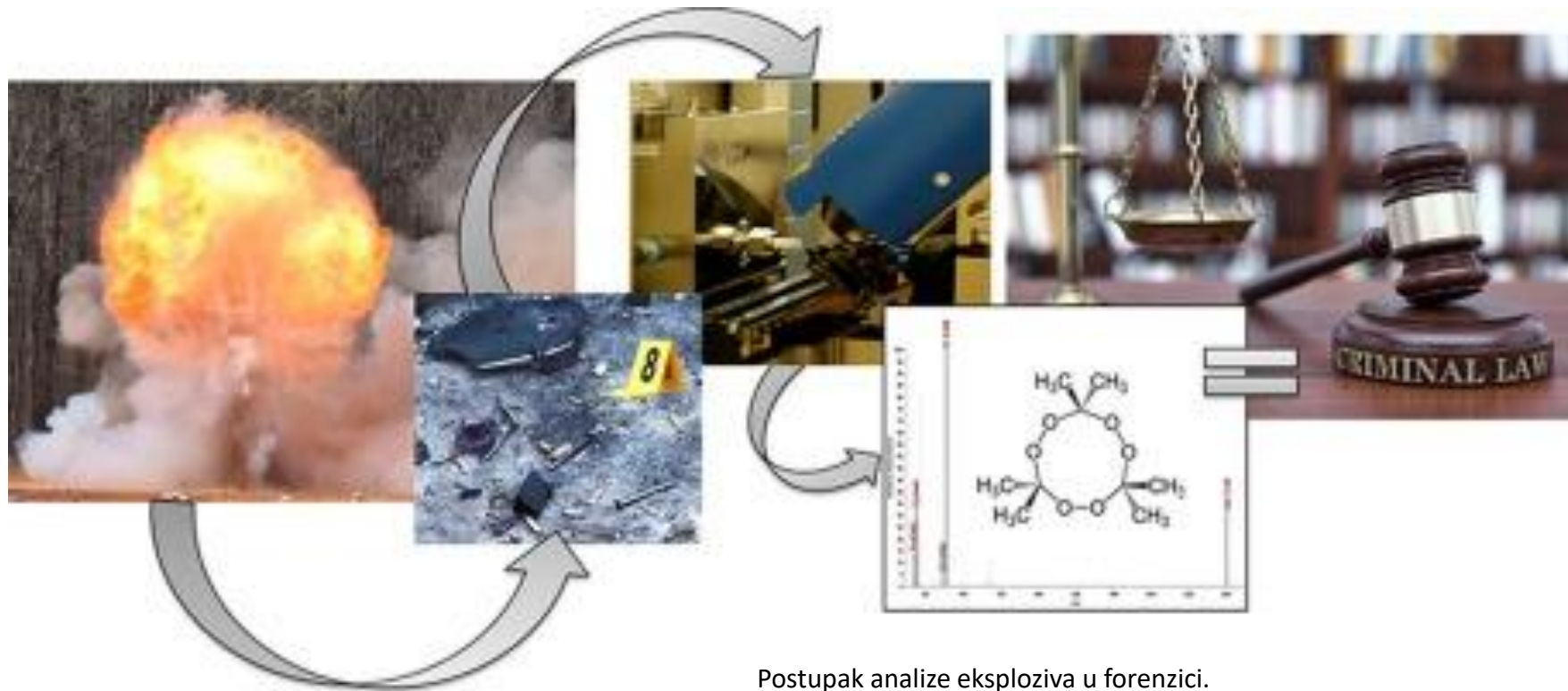
Mehanizam razdvajanja diastereoizomera

Razlika diastereoizmera je u položaju CH₃ grupe.

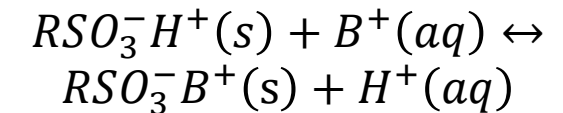
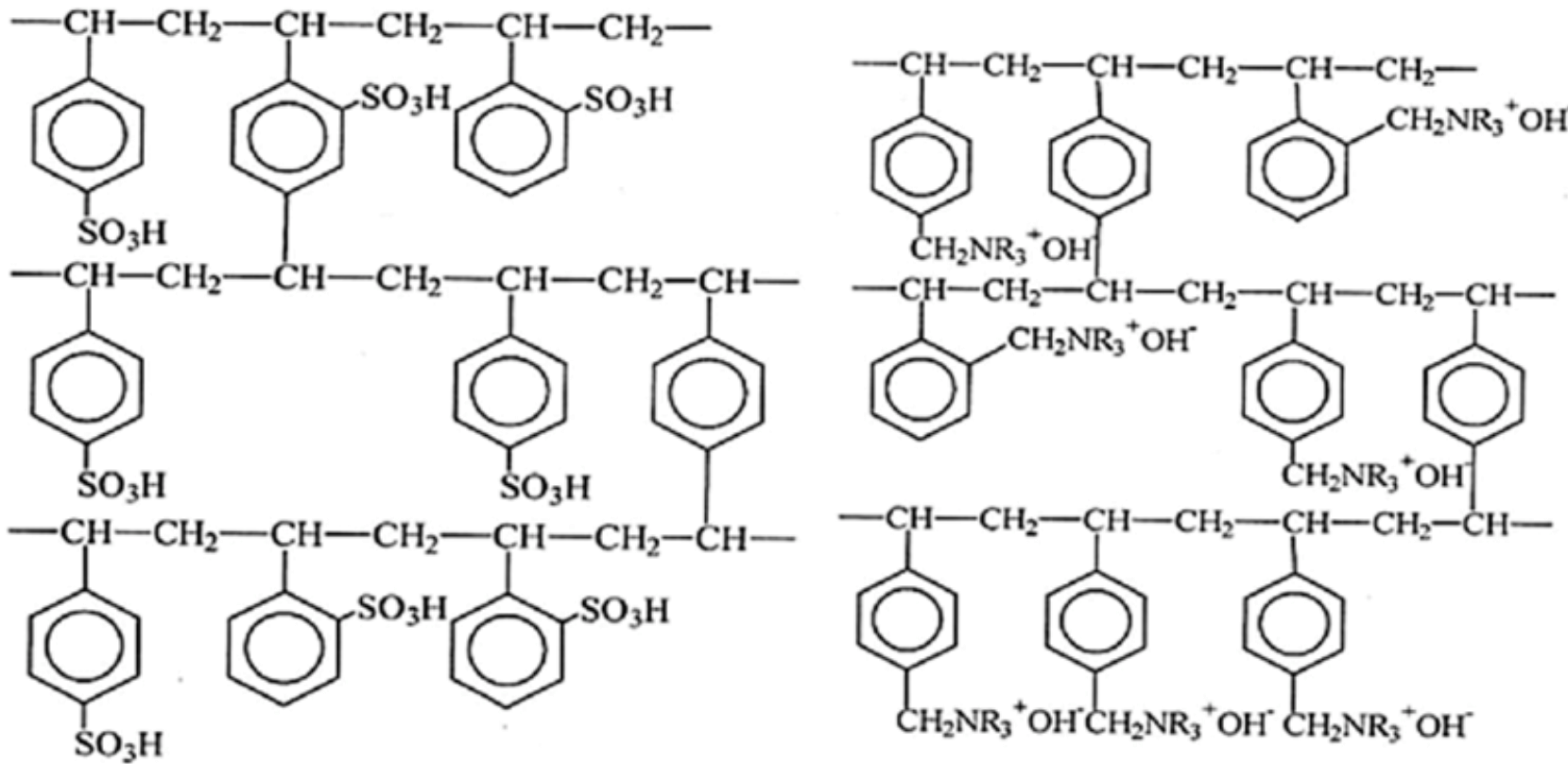


Struktura molekula u stacionarnoj fazi – 3,5-(dinitrobenzoil)fenilglicina.

Značaj analize eksploziva u forenzici



Jonoizmenjivačka hromatografija



$$K_{ex} = \frac{[RSO_3^- B^+]_s [H^+]_{aq}}{[RSO_3^- H^+]_s [B^+]_{aq}}$$

$$\frac{[RSO_3^- B^+]_s}{[B^+]_{aq}} = \frac{[RSO_3^- H^+]_s}{[H^+]_{aq}} K_{ex}$$

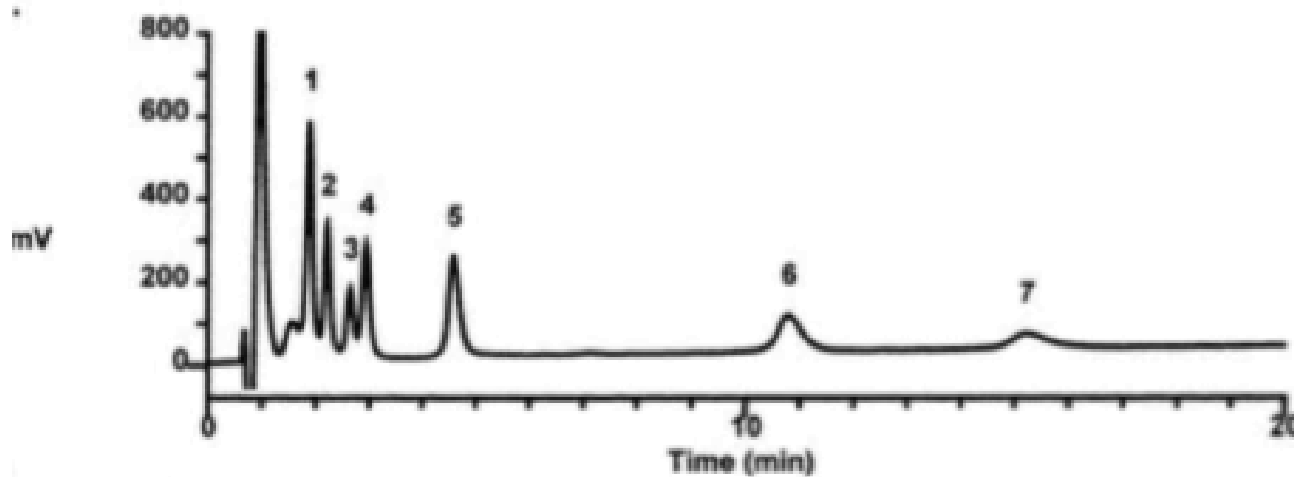
$$\frac{[RSO_3^- B^+]_s}{[B^+]_{aq}} = K_{ex} = \frac{c_s}{c_m}$$

Struktura kolona za izmenu katjona (levo) i anjona (desno).

https://www.researchgate.net/publication/271712076_FTIR_spectroscopy_in_the_characterization_of_the_mixture_of_nuclear_grade_cation_and_anion_exchange_resins/figures?lo=1&utm_source=google&utm_medium=organic

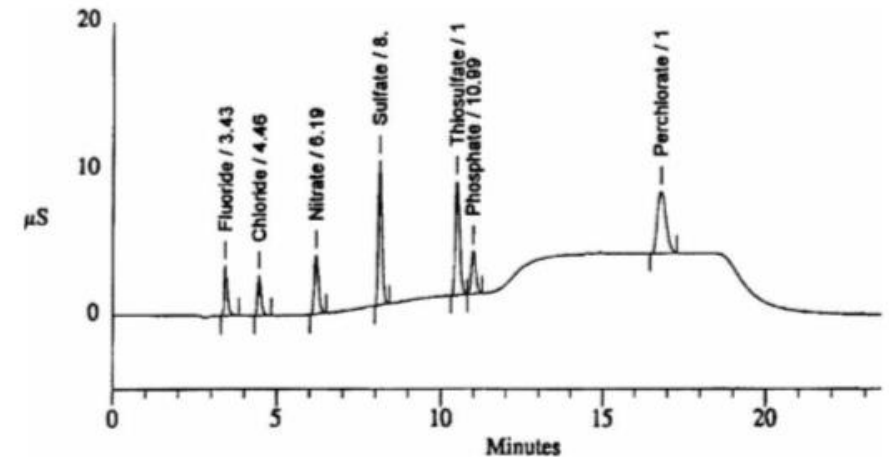
Ispitivanje ostataka eksploziva jonoizmenjivačkom hromatografijom

Cl^- , NO_2^- , ClO_3^- , NO_3^- , SCN^- i ClO_4^- su eluirani 4 mM oktansulfonskom kiselinom, ali naknadnim ispitivanjem dobijen je sledeći eluent 2,75 mM borna kiselina, 0,37 mM D-glukonska kiselina, 1,05 mM litijum-hidroksid, 1,25 mM glicerol, 5,5 mM oktansulfonska kiselina, 5% acetonitril i 0,6 mM tetrapropilamonijum hidroksid koja razdvaja jone za manje od 20 min.



Jonski hromatogram sa sledećim jonima: 1. Cl^- , 2. NO_2^- , 3. ClO_3^- , 4. NO_3^- , 5. SO_4^{2-} , 6. SCN^- , 7. ClO_4^- .

F^- , Cl^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , SCN^- i ClO_4^- su eluirani gradijentno od 15 do 70 mM natrijum-hidroksidom za manje od 20 min.



Jonski hromatogram ispitivane jone.

• B.R. Cord, K.A. Hargadon, K.E. Hall, S.G. Buremeister, Forensic analysis of explosives using chromatographic methods, *Analytica Chimica Acta*, 288 (1994), 43-56
• G.W. Dicinoski, R.A. Shelle, R.R. Haddad, Forensic Identification of inorganic explosives by ion chromatography, *Analytical Letters*, 39 (2006), 639-657



Hvala na pažnji
