

ШИРОКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФЕРЕЗА ДЛЯ АНАЛИЗА ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Комарова Н.В., Софронова С.С., Адамсон В.Г., Морозова О.В.
Группа компаний «Люмэкс», 192029, Санкт-Петербург,
пр. Обуховской обороны, 70, корп. 2
knv@lumex.ru

Катионы (аммоний, калий, натрий, литий, магний, стронций, барий, кальций) в питьевых, природных, сточных водах ПНДФ 14.1:2.4.167-2000, ГОСТ Р 53887-2010

- Увеличение концентрации винной кислоты в буферном растворе исключило мешающее влияние магния на количественное определение лития
- На электрофореграммах реальных проб могут наблюдаться дополнительные пики, принадлежащие в частности катионам рубидия, цезия, марганца, железа (II), не мешающие количественному определению целевых компонентов

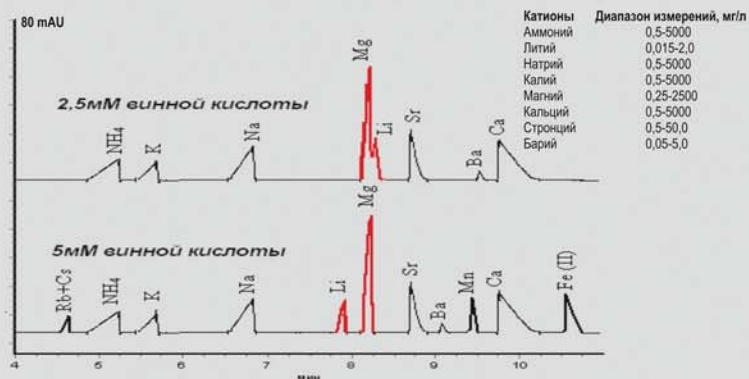


Рис.1 Разделение модельной смеси неорганических катионов
Капель[®]-105; буфер: БИА, винная кислота, с добавкой 18-краун-6; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 150 мбар*с; напряжение: +13 кВ; детектирование: 254 нм, косвенное

Анионы (хлориды, нитриты, сульфаты, нитраты, фториды, фосфаты) в природных, питьевых и очищенных сточных водах ПНДФ 14.1:2.4.157-99

- Определению анионов не мешают органические кислоты и нейтральные органические соединения
- Определению фосфатов не мешают катионы кальция и магния при соотношении концентраций 100:1, растворимые карбонаты при соотношении концентраций 1000:1
- Мешающее влияние алюминия и железа (III) устраняют добавлением в пробу раствора трилона Б
- Исключение из состава буферного раствора глюконата кальция снизило мешающее влияние карбонатов при определении фосфатов
- Замена модификатора ЭОП с ЦТАБ на ЦТАОН не только исключает системный пик, мешающий разметке нитрита, но и дает возможность в рамках методики определять бромиды

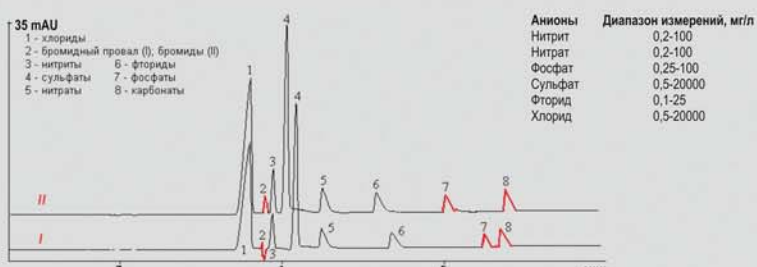


Рис.2 Разделение модельной смеси неорганических анионов
I - хроматный буфер с добавкой ЦТАБ и глюконата кальция
II - хроматный буфер с добавкой ЦТАОН, без глюконата кальция
Капель[®]-105; буфер: хроматный, с добавкой ДЭА и ЦТАОН; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 300 мбар*с; напряжение: -17 кВ; детектирование: 254 нм, косвенное

Гербициды (2,4-ДМ, 2,4-ДП, 2,4-Д, ФУК) в природных, питьевых, сточных водах М-01-34-2007, ГОСТ Р 52730 (2,4-Д в питьевых водах)

- Определению компонентов не мешают гуминовые кислоты при концентрации в пробе менее 250 мг/л и 2,4-дихлорфенол
- Диапазон измерений составляет 0,002-20 мг/л (* - с учетом концентрирования)

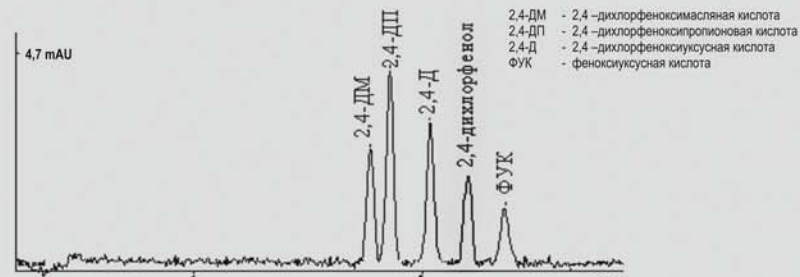


Рис.3 Разделение феноксикарбоновых кислот и 2,4-дихлорфенола методом капиллярного зонного электрофореза
Капель[®]-105; буфер: 10 мМ натрия тетраборат; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 450 мбар*с; напряжение: +25 кВ; детектирование: 205 нм

Бромид-, йодид-ионы в питьевых, природных, минеральных водах М-01-45-2009

- Диапазон измерений составляет: для бромид-ионов 0,05-100 мг/л, для йодид-ионов 0,1-100 мг/л
- Хлорид-ионы не мешают количественному определению бромидов при соотношении массовых концентраций вплоть до 4000:1

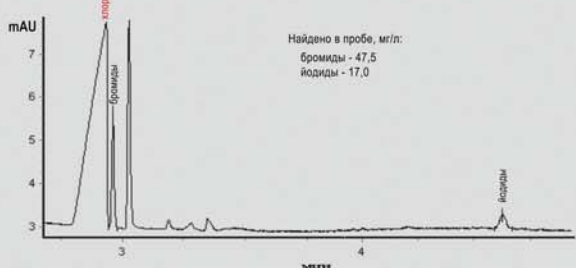


Рис.4 Электрофореграмма пробы природной воды
Капель[®]-105; буфер: 25 мМ сульфата натрия, 2 мМ ЦТАОН; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 600 мбар*с; напряжение: -25 кВ; детектирование: 200 нм

Уксусная кислота (в форме ацетат-ионов) в природных, питьевых и сточных водах Методика М 01-49-2011

- Диапазоны измеряемых значений массовой концентрации уксусной кислоты составляют: 0,1-10000 мг/л (при использовании любой системы КЭ "Капель"), 0,01-10000 мг/л (только при использовании системы КЭ "Капель"-105М).
- Карбонаты и другие неорганические анионы в концентрациях, характерных для данных типов проб, не мешают определению уксусной кислоты в диапазоне 0,1-10000 мг/л. При анализе проб с низким содержанием уксусной кислоты (менее 0,1 мг/л) общее содержание неорганических анионов в пробе не должно превышать 300 мг/л.

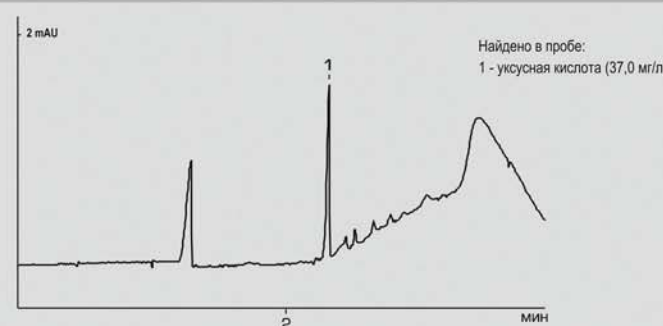


Рис.5 Электрофореграмма пробы частично очищенной сточной воды (разбавл. в 20 раз)
Капель[®]-105М; буфер: пара-аминобензойная кислота, ДЭА, ЦТАОН; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 300 мбар*с; напряжение: -25 кВ; детектирование: 266 нм, косвенное

Хлориты, хлораты, перхлораты в питьевых водах, в том числе расфасованных в емкости Проект методики

- Хлориды и сульфаты не мешают определению перхлорат- и хлорит-ионов
- Хлориды до массовой концентрации 150 мг/л и сульфаты до концентрации 100 мг/л (суммарно до концентрации 150 мг/л) не мешают определению хлорат-ионов
- Другие неорганические и органические анионы не мешают определению хлорат-, перхлорат- и хлорит-ионов

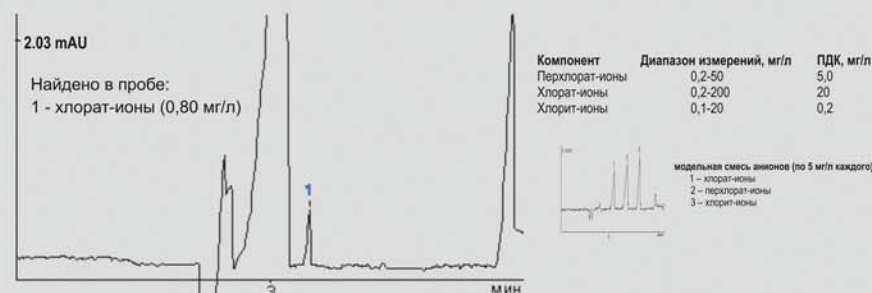


Рис.6 Электрофореграмма водопроводной воды с добавкой хлоратов
Капель[®]-105; буфер: 3-нитробензойная кислота, ТРИС, ЦТАБ; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 300 мбар*с; напряжение: -20 кВ; детектирование: 254 нм, косвенное

Анионы (хлориды, сульфаты, оксалаты, нитраты, фториды, формиаты, фосфаты, ацетаты) в почвах, грунтах тепличных, глинах, торфе, осадках сточных вод, активном иле, донных отложениях М 03-06-2010, ПНД Ф 16.1:2.3:2.2.69-10

- С учетом компонентного состава, характерного для данного типа проб, расширен список определяемых компонентов за счет органических ионов
- В подготовленных пробах карбонаты вплоть до концентрации 100 мг/л не мешают определению ацетатов и при соотношении концентраций 1000:1 - всех остальных анионов
- Формиат-ионы не мешают определению фторид-ионов до соотношения концентраций 20:1
- Показана возможность определения бромид-, нитрит-, цитрат-ионов

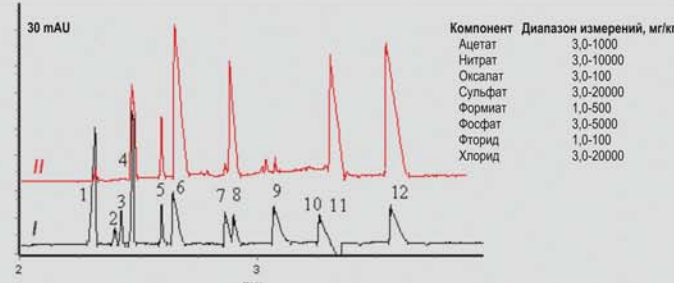


Рис.7 Электрофореграмма модельной смеси анионов (I) и водной вытяжки образца чернозема типичного (II)
1 - хлорид, 2 - бромид, 3 - нитрит, 4 - сульфат, 5 - оксалат, 6 - нитрат, 7 - фторид, 8 - формиат, 9 - фосфат, 10 - цитрат, 11 - карбонат, 12 - ацетат-ионы
Капель[®]-105; буфер: хроматный, с добавкой ДЭА и ЦТАОН; капилляр: L_{эф}/L_{общ}=50/60 см, ID=75 мкм; ввод пробы: 150 мбар*с; напряжение: -25 кВ; детектирование: 374 нм, косвенное

- На стадии подготовки пробы получают водную вытяжку в течение 30 минут при соотношении навески пробы и дистиллированной воды 1:5
- Сравнение описанных в различных нормативных документах схем пробоподготовки в ряде случаев показывает противоречивые результаты

Таблица 1 – Влияние соотношения массы навески и объема воды на извлечение водорастворимых форм анионов (результаты в мг/кг)

Анион	Грунт тепличный			Стандартный образец почвы		
	Соотношение массы навески и объема дистиллированной воды					
	1:5	1:10	1:50	1:5	1:10	1:50
Хлорид	48	49	50	36	35	37
Сульфат	1850	1790	1880	6530	6450	6620
Нитрат	2040	1990	2020	68	65	68
Фторид	Не обнаружено			12	21	42
Фосфат	640	790	960	Не обнаружено		

Таблица 2 – Влияние времени получения водной вытяжки на извлечение водорастворимых форм анионов (результаты в мг/кг)

Анион	Стандартный образец СЧТ-1			Стандартный образец САДП 072		
	Время извлечения					
	10 мин	30 мин	18 ч	10 мин	30 мин	18 ч
Хлорид	5,7	5,7	5,4	12,3	12,0	11,7
Нитрит	Не обнаружено			69	Не обнаружено	
Сульфат	54	55	59	24,5	25,3	23,3
Нитрат	448	459	303	13,0	12,1	11,8
Фторид				1,8	1,8	2,0
Формиат	Не обнаружено			12,1	12,7	<1
Фосфат				7,1	7,7	7,2