



ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ АНИОНОВ В ВОДЕ

Методика М 01-58-2018

(ФР.1.31.2018.29956)

ПНД Ф 14.1:2:3:4.282-18

Методика М 01-30-2009 (Издание 2013 г.)

(ФР.1.31.2013.16684)

ПНД Ф 14.1:2:4.157-99 (Издание 2013 г.)

ВВЕДЕНИЕ

По многочисленным просьбам пользователей систем капиллярного электрофореза «КАПЕЛЬ®», анализирующих водные объекты, в 2018 г. группой компаний «ЛЮМЭКС» была разработана новая, более универсальная методика определения анионного состава вод ПНД Ф 14.1:2:3:4.282-18. Ранее разработанная методика ПНД Ф 14.1:2:4.157-99 (изд. 2013 г.) остается действующей без ограничения срока. Обе методики предназначены для измерений массовой концентрации неорганических анионов: хлорид-, нитрит-, сульфат-, нитрат-, фторид-, фосфат-ионов (в форме растворенных ортофосфатов) в пробах **природных, питьевых и сточных вод**.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на предварительной подготовке пробы (фильтрации, проверке значения рН, при необходимости разбавлении дистиллированной водой), дальнейшем разделении, идентификации и определении массовой концентрации анионов методом капиллярного электрофореза (КЭ).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ И ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

	ПНД Ф 14.1:2:3:4.282-18	ПНД Ф 14.1:2:4.157-99 (изд. 2013 г.)
Область применения	природные воды	природные воды
	питьевые воды, в том числе упакованные, включая природные минеральные воды	питьевые, в том числе расфасованные в емкости
	сточные воды	очищенные сточные воды
Ограничения	Методика не предназначена для определения: 1) полифосфатов, 2) нитрит-ионов в питьевых водах для детского питания	Методика не предназначена для определения: 1) полифосфатов, 2) нитрит-ионов в воде высшей категории
Диапазоны измерений, мг/л		
Хлорид-ионы	0,5–20 000	0,5–200*
Нитрит-ионы	0,2–100	0,2–50*
Сульфат-ионы	0,5–20 000	0,5–200*
Нитрат-ионы	0,2–500	0,2–50*
Фторид-ионы	0,1–25	0,1–10*
Фосфат-ионы	0,25–100	0,25–25*

* Для определения более высоких концентраций анионов пробу разбавляют дистиллированной водой так, чтобы в разбавленной пробе концентрации всех одновременно или индивидуально определяемых анионов соответствовали указанным в таблице значениям.

Органические кислоты (муравьиная, уксусная, лимонная и др.), неорганические анионы (бромид-, йодид- ионы и др.), нейтральные органические соединения не мешают определению анионов. Определению фосфат-ионов не мешают растворимые карбонаты вплоть до соотношения массовых концентраций 1000:1, катионы кальция, магния при соотношении массовых концентраций вплоть до 100:1. Для устранения мешающего влияния катионов алюминия, железа (III) при определении фосфат-ионов используют трилон Б. В присутствии оксалат-ионов при недостаточном разделении пиков оксалат- и нитрат-ионов проводят дополнительное разбавление пробы или используют модифицированный фоновый электролит.



ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- система КЭ «КАПЕЛЬ®» любой модификации;
- ГСО состава растворов анионов: хлорид-ионов (10 мг/мл), нитрит-ионов (1 мг/мл), сульфат-ионов (10 мг/мл), нитрат-ионов (1 мг/мл), фторид-ионов (1 мг/мл), фосфат-ионов (0,5 мг/мл);
- хрома (VI) оксид, ч.д.а.;
- цетилтриметиламмония гидроксид (ЦТА-ОН), 10%-ный водный раствор;
- диэтаноламин (бис(2-оксиэтил)амин, ДЭА), ≥98,5%;
- кислота соляная, х.ч.;
- натрия гидроксид, х.ч.

Сбор, обработку и вывод данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже «Windows® 7/8/10», на котором установлено специализированное программное обеспечение.

ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

УСЛОВИЯ РАЗДЕЛЕНИЯ:

Фоновый электролит: хроматный, с добавкой ДЭА и ЦТА-ОН

Капилляр: $L_{\text{общ}} = 60 \text{ см}$, $ID = 75 \text{ мкм}$

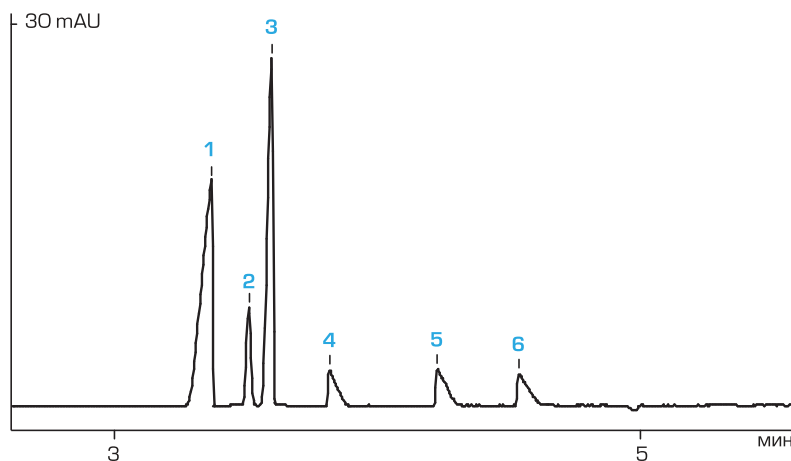
Ввод пробы: 300 мбар*с

Напряжение: -25 кВ

Детектирование: 254 нм, косвенное

Проба: градуировочная смесь,
мг/л:

- 1 – хлорид-ионы (200)
- 2 – нитрит-ионы (50)
- 3 – сульфат-ионы (200)
- 4 – нитрат-ионы (50)
- 5 – фторид-ионы (10)
- 6 – фосфат-ионы (25)



Проба: природная вода
Найдено, мг/л:

- 1 – хлорид-ионы (5,5)
- 2 – сульфат-ионы (11,2)
- 3 – нитрат-ионы (1,1)
- 4 – фторид-ионы (0,2)
- 5 – формиат-ионы
- 6 – фосфат-ионы (0,67)
- 7 – гидрокарбонат-ионы

