



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ФОРМ НЕОРГАНИЧЕСКИХ И ОРГАНИЧЕСКИХ АНИОНОВ В ПОЧВАХ, ГРУНТАХ ТЕПЛИЧНЫХ, ГЛИНАХ, ТОРФЕ, ОСАДКАХ СТОЧНЫХ ВОД, АКТИВНОМ ИЛЕ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ

Методика М 03-06-2010

ПНД Ф 16.1:2.2.3:2.2.69-10

(ФР.1.31.2010.07916)

### ВВЕДЕНИЕ

Содержание водорастворимых форм неорганических анионов (хлоридов, сульфатов, нитратов, фторидов, фосфатов) и органических анионов (ацетатов, оксалатов, формиатов) является одной из характеристик в агрохимической, мелиоративной и гигиенической оценке почв, тепличных грунтов. Уровень этих анионов также необходимо контролировать для оценки антропогенного воздействия при экологическом мониторинге почв, грунтов, торфа, осадков сточных вод и донных отложений и пр. Методика, разработанная специалистами Группы компаний «ЛЮМЭК», предназначена для определения массовой доли водорастворимых форм хлорид-, сульфат-, оксалат-, нитрат-, фторид-, формиат-, фосфат- (в форме растворенных ортофосфатов) и ацетат-ионов **в почвах, грунтах тепличных, глинах, торфе, осадках сточных вод, активном иле, донных отложениях** методом капиллярного электрофореза (КЭ).

### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на извлечении водорастворимых форм неорганических и органических анионов дистиллированной водой из проб; дальнейшем разделении и количественном определении методом КЭ с косвенным детектированием при длине волны 254 нм или 374 нм в зависимости от модификации системы КЭ «КАПЕЛЬ®».

### ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измерений массовых долей анионов приведены в таблице.

| Компонент    | Диапазон измерений*, мг/кг |
|--------------|----------------------------|
| Ацетат-ионы  | 3,0–1000                   |
| Нитрат-ионы  | 3,0–10000                  |
| Оксалат-ионы | 3,0–100                    |
| Сульфат-ионы | 3,0–20000                  |
| Формиат-ионы | 1,0–500                    |
| Фосфат-ионы  | 3,0–5000                   |
| Фторид-ионы  | 1,0–100                    |
| Хлорид-ионы  | 3,0–20000                  |

\* – При соотношении массы навески пробы и дистиллированной воды 1:5

В подготовленных пробах растворенные карбонаты вплоть до массовой концентрации 100 мг/л не мешают определению ацетат-ионов и при соотношении массовых концентраций 1000:1 не мешают определению остальных анализируемых анионов. Формиат-ионы не мешают определению фторид-ионов при соотношении массовых концентраций 20:1. Другие неорганические и органические анионы не мешают определению анализируемых анионов.

### ПРЕИМУЩЕСТВА МЕТОДА КЭ

- Метод КЭ позволяет одновременно определять все ионы в ходе одного анализа, что недоступно фотометрическим, титриметрическим и ионометрическим методам определения ионного состава.
- Время измерения одной пробы в КЭ не превышает 5 минут; сведены к минимуму расходы всех реактивов и пробы.
- По сравнению с ионной хроматографией, метод КЭ не требует использования дорогостоящих хроматографических колонок, характеризуется существенно большей эффективностью разделения и в целом гораздо меньшей стоимостью одного определения.



## ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- система КЭ «КАПЕЛЬ®» любой модификации;
- ГСО состава растворов анионов: хлорид-ионов (1 мг/мл), сульфат-ионов (1 мг/мл), нитрат-ионов (1 мг/мл), фторид-ионов (1 мг/мл), фосфат-ионов (0,5 мг/мл), уксусной кислоты (1 мг/мл формиат-ионов);
- кислота щавелевая, 2-водная, ≥99%;
- 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 добавками ДЭА и ЦТА-ОН

**Капилляр:**  $L_{эфф}/L_{общ} = 50/60$  см, ID= 75 мкм

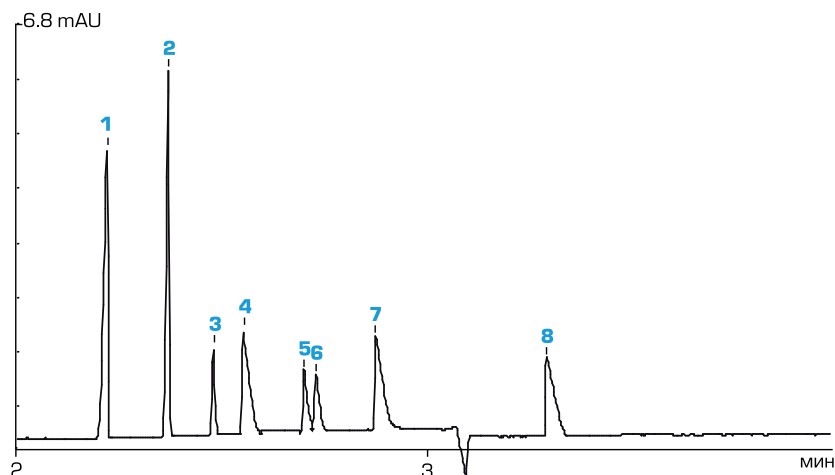
**Ввод пробы:** 150 мбар\*с

**Напряжение:** -25 кВ

**Детектирование:** 374 нм, косвенное

**Проба:** градуировочная смесь (мг/л)

- 1 – хлорид-ионы (25)
- 2 – сульфат-ионы (25)
- 3 – оксалат-ионы (5)
- 4 – нитрат-ионы (25)
- 5 – фторид-ионы (2,5)
- 6 – формиат-ионы (5,3)
- 7 – фосфат-ионы (12,5)
- 8 – ацетат-ионы (12,3)



**Проба:** водная вытяжка образца почвы типичного чернозема

**Найдено, мг/кг:**

- 1 – хлорид-ионы (5,6)
- 2 – сульфат-ионы (58)
- 3 – оксалат-ионы (26)
- 4 – нитрат-ионы (420)
- 5 – формиат-ионы (110)
- 6 – фосфат-ионы (4,6)
- 7 – ацетат-ионы (300)

