



Вода. Определение концентрации анионов методом ионной хроматографии

Аннотация

Для анализа неорганических и некоторых органических анионов в воде широко используется метод ионной хроматографии. Ионная хроматография – разновидность высокоэффективной жидкостной хроматографии, сочетающая ионообменное разделение ионов и кондуктометрическое детектирование.

Введение

Количественное определение анионов в воде широко используется для контроля качества природных, питьевых, сточных вод. Для контроля технологических потоков на производстве. Для определения микропримесей при контроле качества продукции, криминалистических исследованиях.



Методы анализа

Существует множество методик, описывающих определение различных анионов методом ионной хроматографии.

1. ГОСТ Р 52181-2003 Вода питьевая. Определение содержания анионов методами ионной хроматографии.
2. ПНД Ф 14.1:2:4.132-98 Методика выполнения измерения массовых концентраций ионов нитритов, нитратов, хлоридов, фторидов, сульфатов, фосфатов в пробах питьевой, природной и сточной воды методом ионной хроматографии
3. ПНД Ф 14.1:2:4.169-2000 (издание 2007 г.) Методика выполнения измерений массовой концентрации анионов: фторидов, хлоридов, фосфатов, нитратов, сульфатов в питьевых, природных и сточных водах методом ионной хроматографии
4. ASTM D4327 Стандартный метод определения анионов в воде с помощью ионной хроматографии.
5. ASTM D5542 Стандартный метод определения следовых количеств анионов в высокочистой воде с помощью ионной хроматографии
6. ASTM D6581 Стандартный метод определения бромата, бромидов, хлората и хлорита в питьевой воде с помощью ионной хроматографии с подавлением

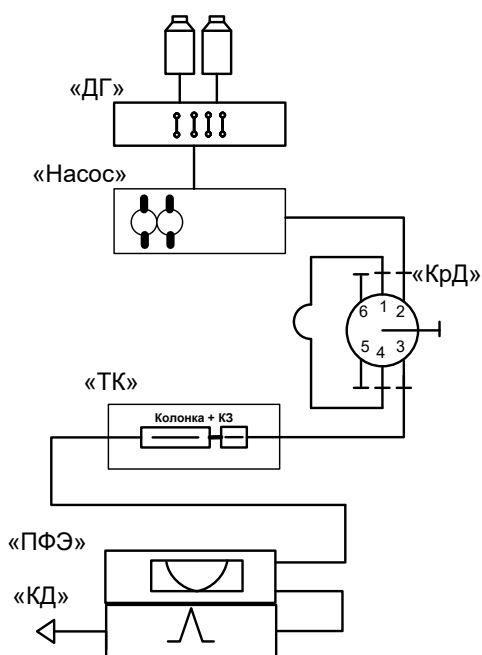
И т.д.

Оборудование и материалы

Жидкостный хроматограф Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014 в составе:

- Вакуумный дегазатор;
- Изократический или градиентный со смешением по низкому давлению насос;
- Ручной или автоматический дозатор;
- Термостат колонок;
- Подавитель проводимости элюента анионный,
- Детектор кондуктометрический.
- Хроматографическая колонка, заполненная анионообменной смолой, например Shodex SI – 90 4E 250мм x 4,6мм. Подвижная фаза – раствор карбоната и гидрокарбоната в деионизованной воде.

На рисунке 1 приведена схема комплекса:



ДГ – дегазатор; Насос – насос изократический или градиентный; КрД – кран-дозатор; ТК – термостат колонок; ПФЭ – подавитель фоновой электропроводности элюента; КД – детектор кондуктометрический; Колонка +КЗ – последовательно соединённые защитная и рабочая хроматографические колонки.

Рисунок 1 – Схема хроматографа

Режим анализа

Хроматограф	
Время анализа	20 – 60 мин
Насос	
Поток элюента	1 мл/мин
Термостат колонок	
Температура	25 – 40 °С
Детектор	
Температура ячейки	35 °С

Проведение анализа

Анализируются растворы различных неорганических (в первую очередь наиболее востребованных для определения фторид-, хлорид-, нитрит-, нитрат-, ортофосфат- и сульфат ионов) и некоторых органических анионов с концентрациями 10 – 20 мг/л и менее 1мг/л. Для анализа использовались различные колонки и элюенты. Подавление фоновой проводимости элюента осуществлялось при помощи подавителя с ионообменной мембраной в форме капилляра, позволяющей заменять ионы Na⁺ в элюенте на H⁺.

Результаты и их обсуждение

На рисунке 2 представлена хроматограмма смеси 8 различных неорганических ионов с концентрацией 10 – 20 мг/л. Показывается возможность разделения ионов

На рисунке 3 представлена хроматограмма смеси 5 различных неорганических ионов с концентрацией менее 1 мг/л. Хроматограмма показывает высокую чувствительность хроматографической системы для анализа анионов

На рисунках 4 и 5 приведены хроматограммы смеси ацетат- и формиат- и неорганических анионов. Показана возможность определения органических анионов. На рисунке 4 продемонстрирована возможность обеспечения хорошего разделения анионов сочетанием различных анионитов.

На рисунке 6 представлена хроматограмма смеси неорганических анионов, в том числе хлорат- и перхлорат- ионов. Показана возможность использования программирования элюента для оптимизации анализа смеси, содержащей сильно удерживаемые ионы.

Хроматограммы

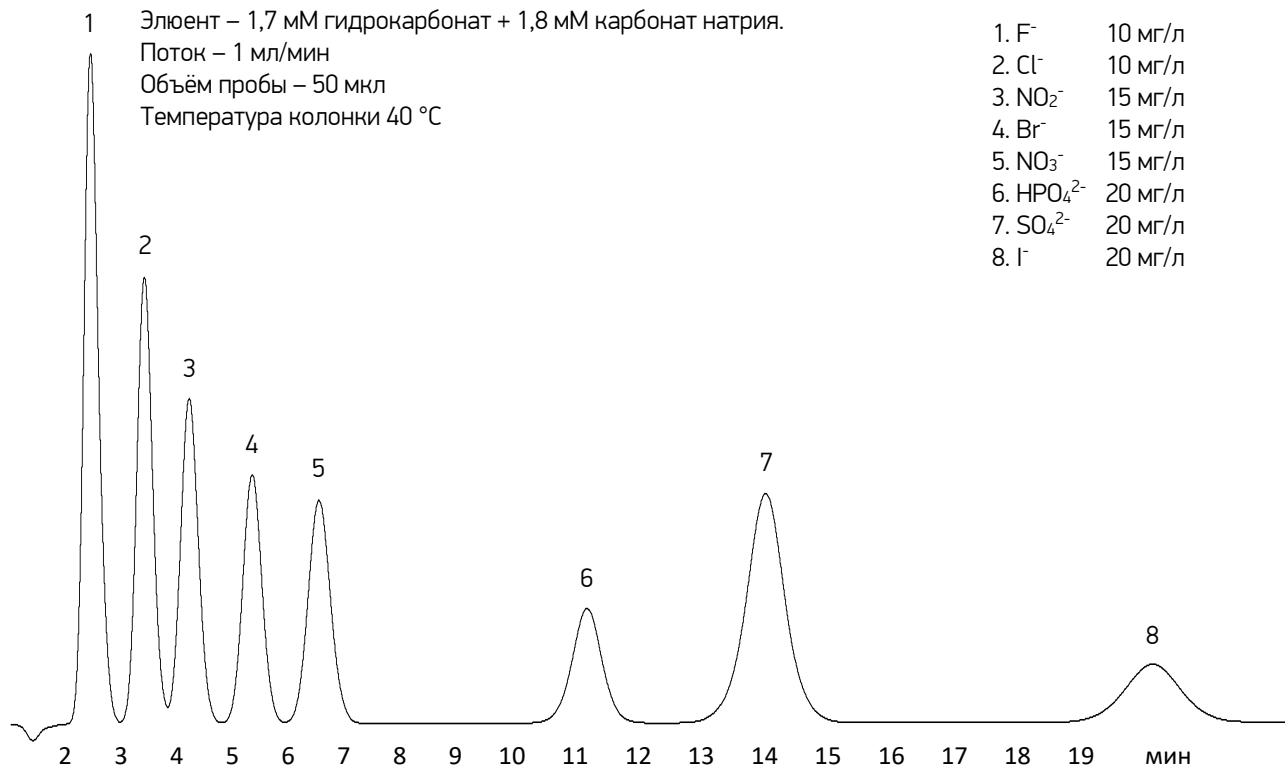


Рисунок 2 – Смесь 8-ми анионов на колонке Phenomenex Star-Ion-300A



Рисунок 3 – Смесь анионов с малой концентрацией на колонке Phenomenex Star-Ion-300A

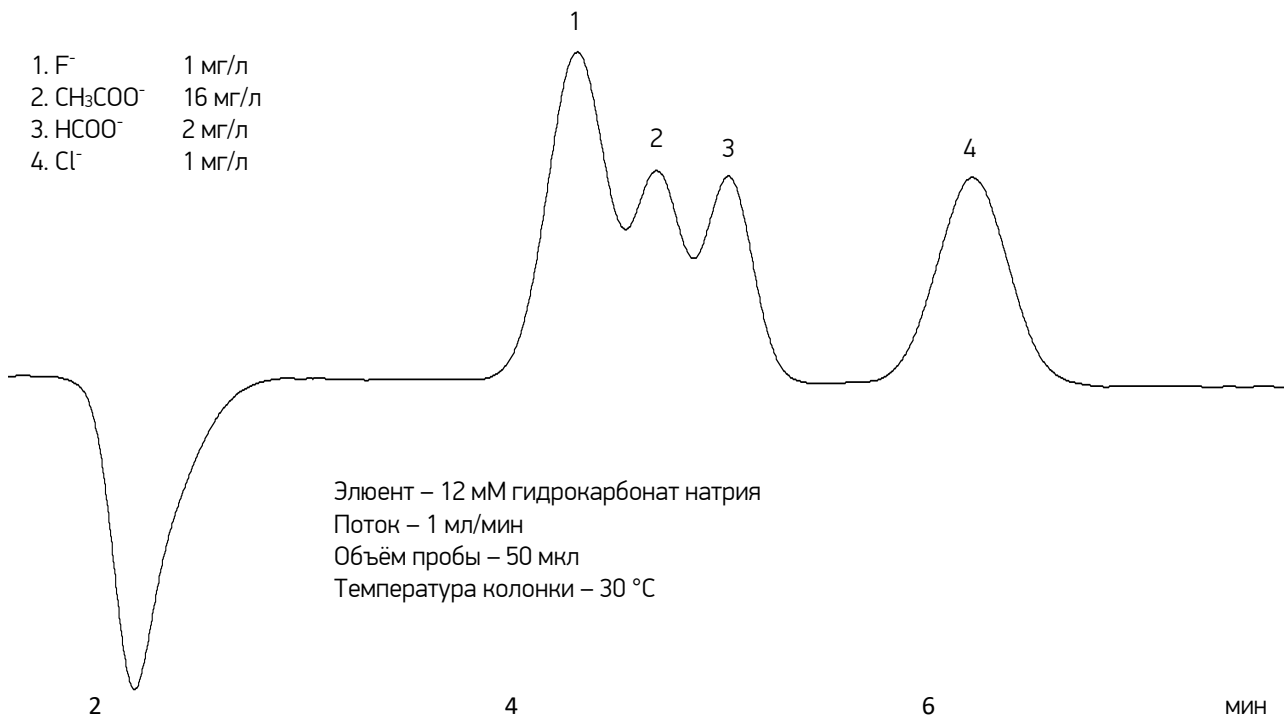


Рисунок 4 – Анализ фторид-, ацетат-, формиат- и хлорид- анионов на колонке Shodex SI – 90 4E

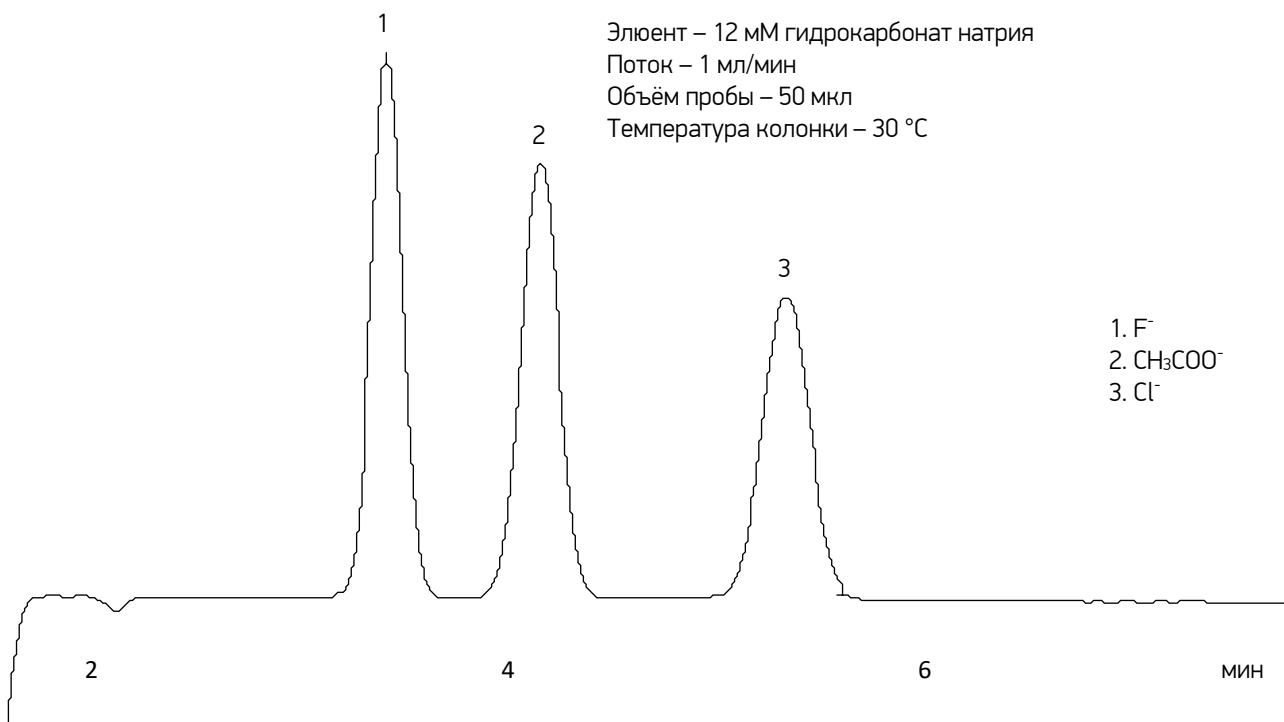


Рисунок 5 – Анализ фторид-, ацетат-, хлорид- анионов на последовательно соединённых анионообменных колонках с разной фазой (анионитом)

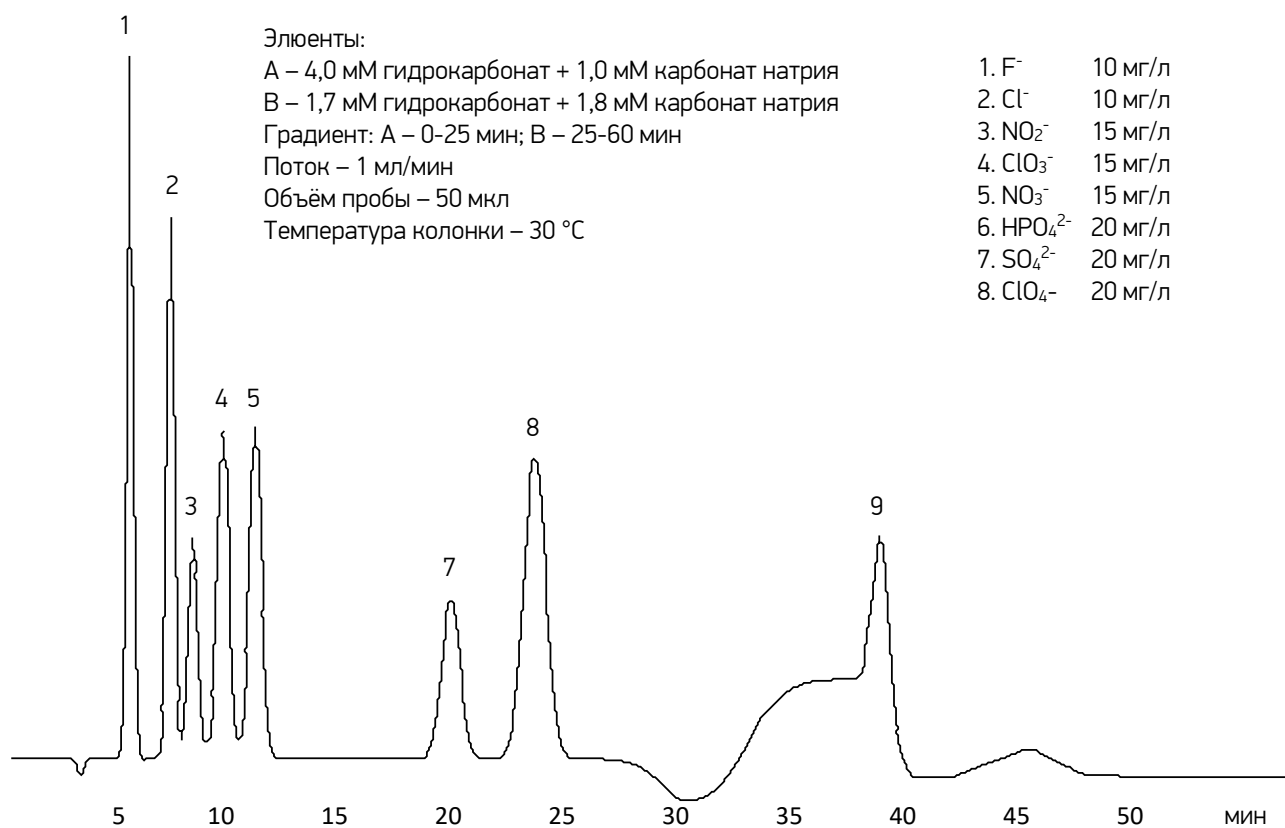


Рисунок 6 – Смесь 8-ми анионов на колонке Shodex SI – 90 4E

Заключение

Эффективность системы Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014 в конфигурации ионного хроматографа соответствует требованиям стандартов и позволяет использовать ее для анализа различных анионов в широком диапазоне концентраций. Использование колонок с различными свойствами параметрами фаз и возможности хроматографической системы позволяют эффективно разделять и определять широкий спектр как неорганических, так и органических анионов. Идентификация и расчёт концентрации компонентов осуществляется с помощью программы "Хроматэк Аналитик".