

Протокол анализа

2018-10-30

Определение неорганических ионов в бутилированной воде

Условия анализа

Прибор: Инертная ионно-хроматографическая система Shimadzu Prominence состоящая из контроллера CMB-20A, двух насосов LC-20Ai, дегазатора DGU-20A3R, автосамплера SIL-20AC, термостата колонок CTO-20A, кондуктометрического детектора CDD-10Avp

Суппрессор: Xepoic™ XAMS с автоматическим регенератором ASUREX-A200, произведённым Diduco AB

Колонка: Shodex SI-50 4E, 4x250 мм, 5 мкм

Элюент: 1 mM NaHCO₃ + 3.2 mM NaHCO₃ в ультрачистой воде

Скорость потока: 0.7

мл/мин

Температура колонки: 30 °C

Объём вводимой

пробы: 50 мл

Детектирование:

Электропроводность

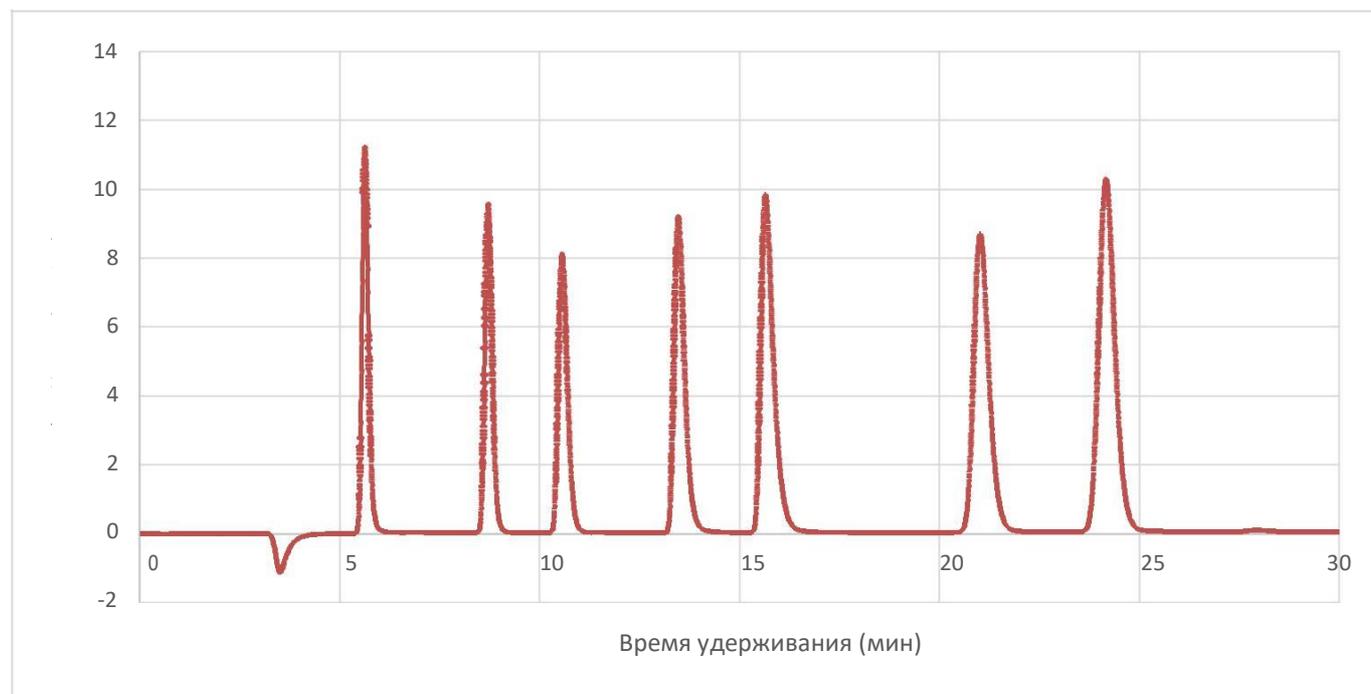
Температура

ячейки: 35 °C

Фоновый шум: 21 мкСм/см

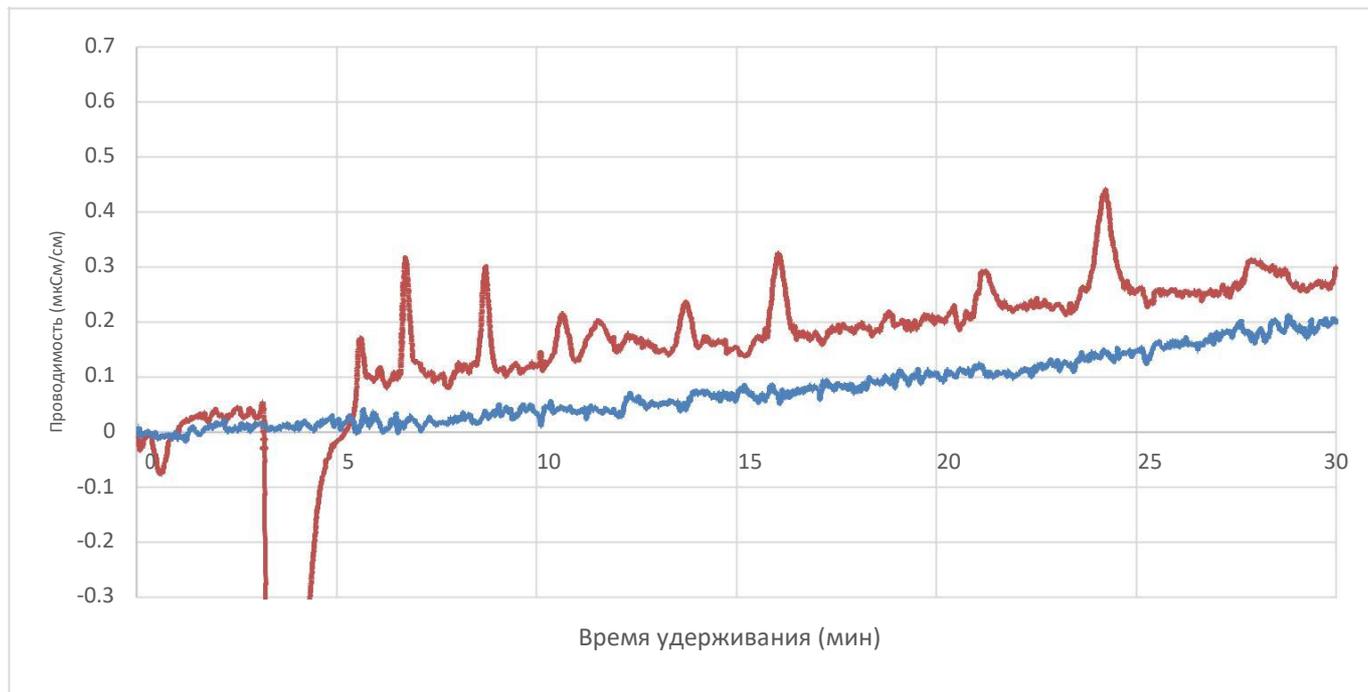
Образец:

F⁻ (2 ppm), Cl⁻ (3 ppm), NO₂⁻ (5 ppm), Br⁻ (10 ppm), NO₃⁻ (10 ppm), HPO₄²⁻ (20 ppm), SO₄²⁻ (10 ppm)



1. Характеристики компонентов образца.

Определение времён удерживания компонентов стандартного образца							
№	Компоненты	Время уд. (мин)	½ ширины пика	Коэффициент "хвоста" пика	Разрешение	ВЭТТ(мкм)	Число теоретических тарелок
1	H ₂ O dip	3.51					
2	F ⁻	5.62	0.17	1.2	5.3	25.2	9905
3	Cl ⁻	8.71	0.20	1.2	9.7	14.7	16993
4	NO ₂ .	10.59	0.25	1.3	4.8	15.3	16306
5	Br ⁻	13.52	0.28	1.4	6.4	12.0	20809
6	NO ₃ .	15.74	0.34	1.6	4.1	12.7	19666
7	HPO ₄ 2-	21.06	0.41	1.3	8.4	10.4	23985
8	SO ₄ 2-	24.18	0.44	1.2	4.3	8.9	27936



2. Калибровка и предел обнаружения

Сводные характеристики калибровочных кривых и пределы обнаружения, рассчитанные из соотношения сигнал/шум при низких концентрациях.

№	Компоненты	Диапазон конц. (мг/л)	Наклон	Пересечение	Коэффициент корреляции	Предел обн. (ПО). (мг/л)	EPA ПО* (мг/л)
2	F ⁻	0.01 - 2	59966.6	-1091.7	0.9992	1.6	9.0
3	Cl ⁻	0.015 - 3	38346.0	1041.7	0.9995	1.9	4.0
4	NO ₂ ⁻	0.025 - 5	25621.8	-1271.4	0.9996	5.9	1.0
5	Br ⁻	0.05 - 10	16986.1	-1761.6	0.9992	8.6	14.0
6	NO ₃ ⁻	0.05 - 10	21634.8	-2409.4	0.9991	7.9	8.0
7	HPO ₄ ²⁻	0.1 - 20	11570.7	-3746.4	0.9987	18.2	19.0
8	SO ₄ ²⁻	0.05 - 10	28731.3	-2055.9	0.9993	11.2	19.0

*Предел Обнаружения для метода US EPA 300.1A для определения неорганических ионов в воде

3. Сходимость

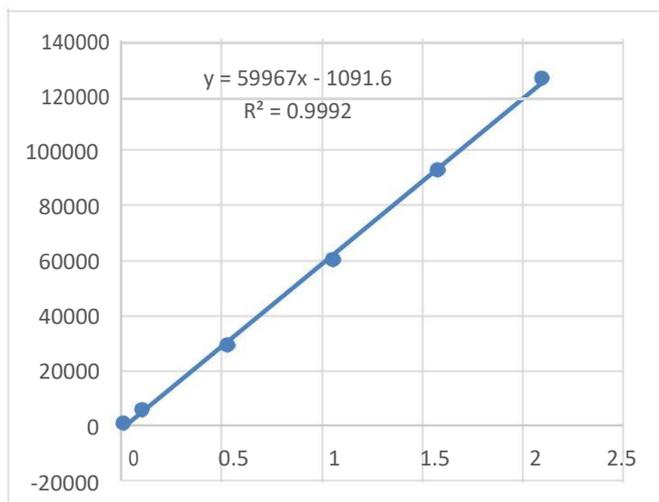
Для проверки сходимости времени удерживания пяти отдельных стандартов

№	Компонент Na	Ввод 1	Ввод 2	Ввод 3	Ввод 4	Ввод 5	Среднее	CO
1	H ₂ O dip	3.502	3.506	3.514	3.514	3.516	3.510	0.005
2	F ⁻	5.627	5.624	5.625	5.620	5.62	5.623	0.003
3	Cl ⁻	8.707	8.709	8.715	8.716	8.721	8.714	0.005
4	NO ₂	10.559	10.570	10.585	10.597	10.62	10.586	0.021
5	Br ⁻	13.466	13.479	13.503	13.532	13.595	13.515	0.046
6	NO ₃	15.645	15.676	15.721	15.778	15.882	15.740	0.084
7	HPO ₄	21.016	21.034	21.057	21.074	21.095	21.055	0.028
8	SO ₄	24.162	24.168	24.179	24.184	24.192	24.177	0.011

4. Линейность: F⁻

Конц. (ppm)	Площадь
0.01050257	890
0.1049031	5900
0.5276836	29276
1.054103	60310
1.575627	92755
2.093862	126141

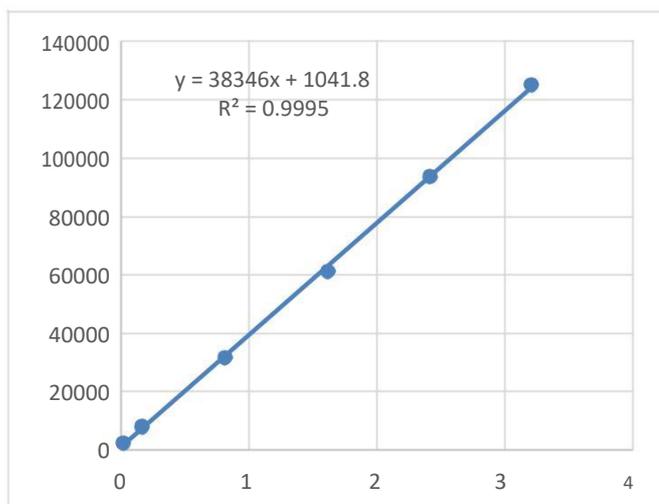
STEYEX	1613.945751
Наклон	59966.55882
LOD	0.088816518
LOQ	0.269140965



5. Линейность: Cl⁻

Конц. (ppm)	Площадь
0.01610478	2320
0.1608598	7862
0.8091567	31602
1.616375	61159
2.416087	93685
3.210756	125185

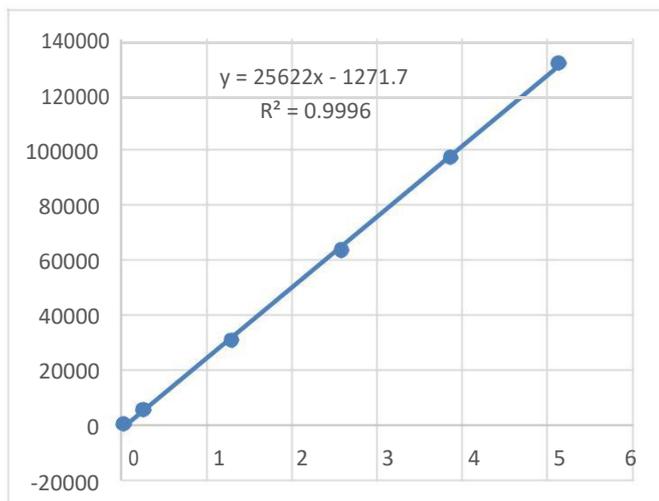
STEYEX	1183.585423
Наклон	38346.0242
LOD	0.101857545
LOQ	0.308659228



6. Линейность: NO₂⁻

Конц. (ppm)	Площадь
0.02575093	444
0.2572087	5707
1.293811	31046
2.584523	63615
3.863232	97165
5.133877	131535

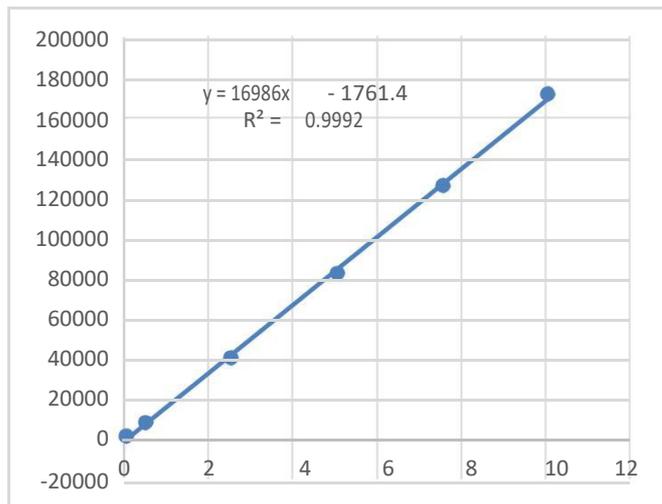
STEYEX	1187.574416
Наклон	25621.83873
LOD	0.152955282
LOQ	0.463500855



7. Линейность: Br^-

Конц. (ppm)	Площадь
0.05051176	809
0.504528	7630
2.537877	39915
5.069673	82047
7.577926	125875
10.07036	171581

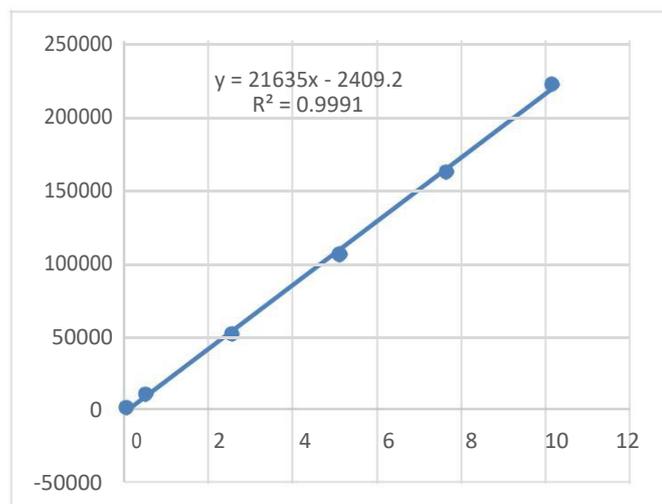
STEYEX	2084.101619
Наклон	16986.06471
LOD	0.404892803
LOQ	1.226947887



8. Линейность: NO_3^-

Конц. (ppm)	Площадь
0.05096295	853
0.5090346	10059
2.560545	50946
5.114957	105047
7.645614	161334
10.16031	220706

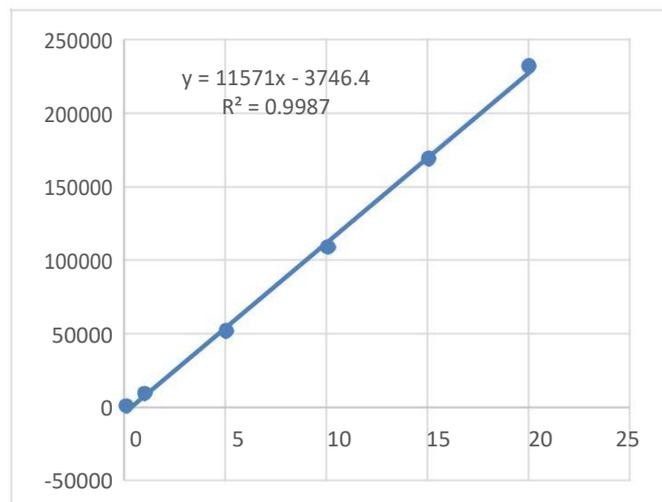
STEYEX	2953.270099
Наклон	21634.7748
LOD	0.450468813
LOQ	1.365057009



9. Линейность: HPO_4^{2-}

Конц. (ppm)	Площадь
0.1004721	710
1.003548	9277
5.048047	51784
10.084	108772
15.07312	169051
20.03078	231969

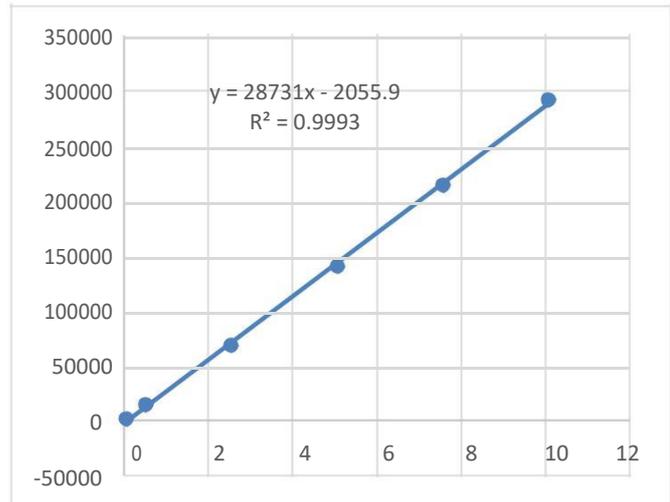
STEYEX	3761.503666
Наклон	11570.74203
LOD	1.072788769
LOQ	3.250875057



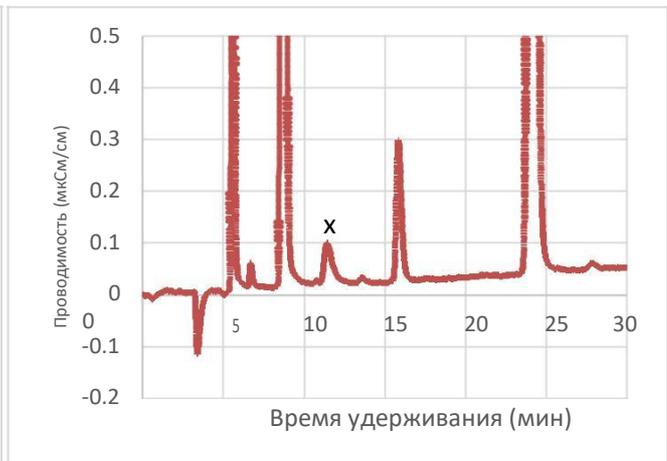
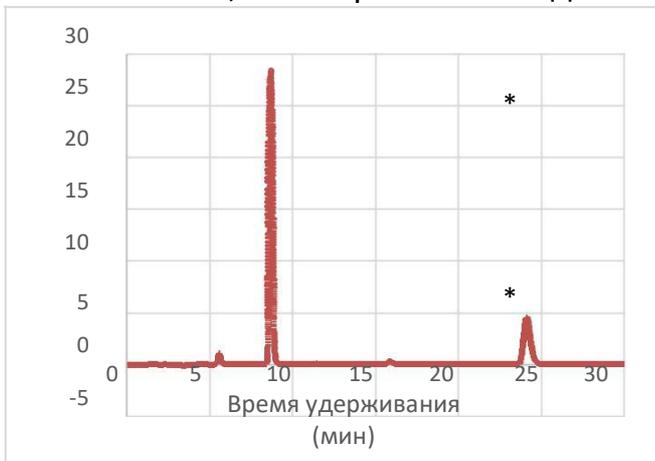
10. Линейность: SO_4^{2-}

Конц. (ppm)	Площадь
0.05054519	1712
0.5048618	14598
2.539556	68199
5.073028	139858
7.58294	214151
10.07702	291216

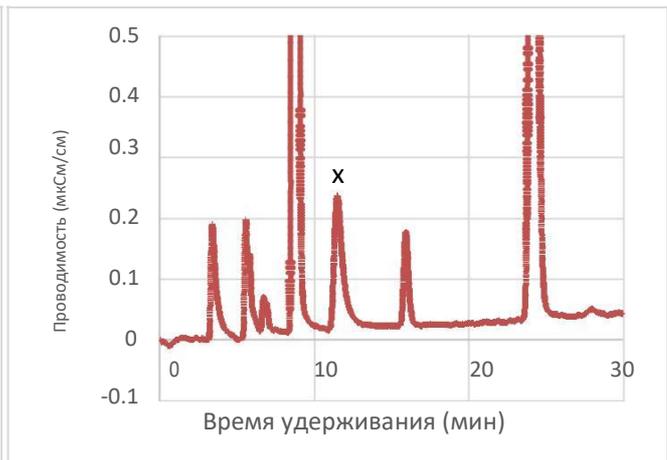
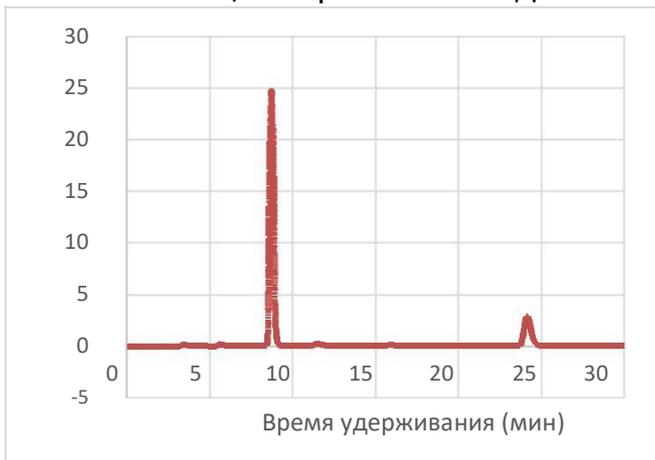
STEYEX	3495.15919
Наклон	28731.24373
LOD	0.401445389
LOQ	1.21650118



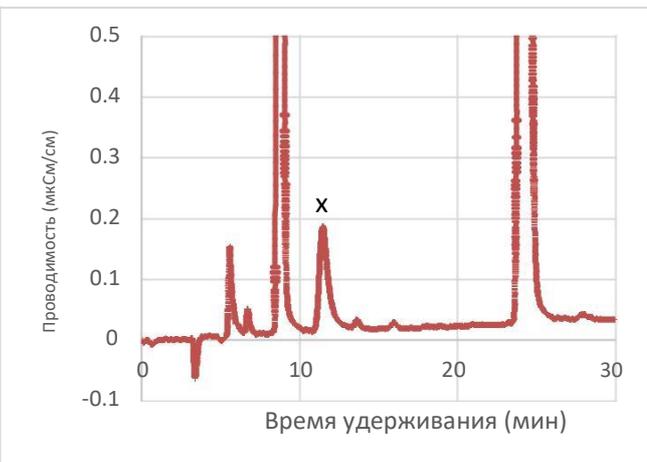
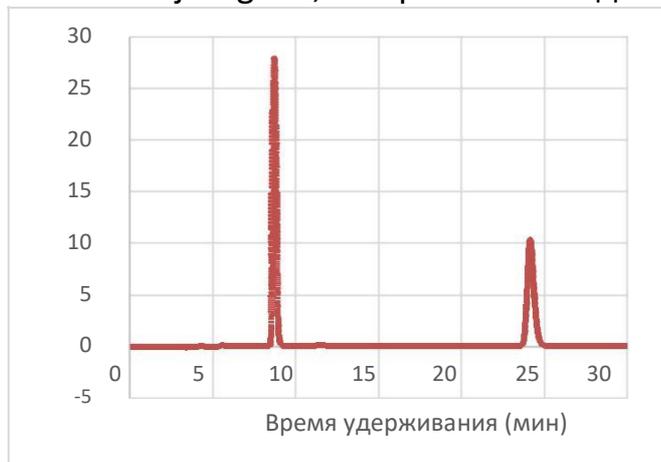
Guttsta Källa, негазированная вода



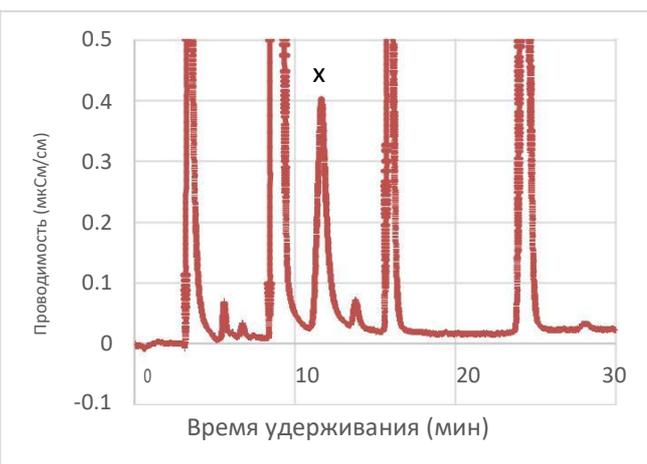
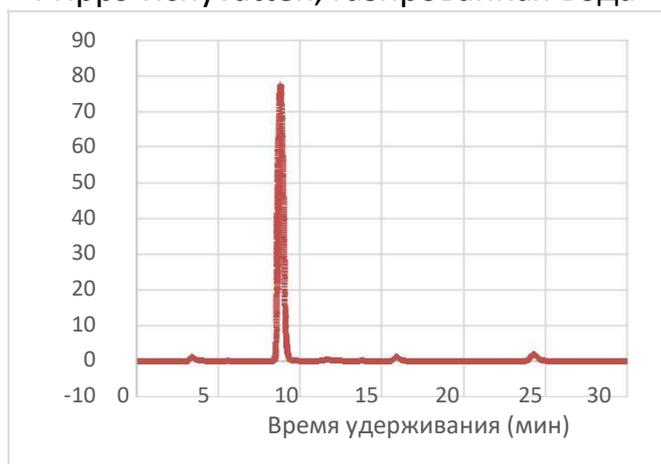
Loka naturell, газированная вода



Ramlösa jordgubb, газированная вода



Pripps vichyvatten, газированная вода



11. Количественный анализ

Концентрации в образцах, рассчитанные с учётом уравнений калибровочных кривых

№	Компоненты	Время удерживания (мин)	Guttsta (ppm)	Loka (ppm)	Ramlösa (ppm)	Pripps (ppm)
2	F ⁻	5.6	1.1	0.40	0.28	0.16
3	Cl ⁻	8.7	46	49*	49*	220**
4	NO ₂ ⁻	10.6	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025
x	HCO ₃ ⁻	11.7	-	-	-	-
5	Br ⁻	13.5	0.59	<0.05	0.60	<0.05
6	NO ₃ ⁻	15.7	2.0	1.3	0.59	1.6
7	PO ₄ ³⁻	21.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
8	SO ₄ ²⁻	24.2	23	15*	52**	11*

*Значения попадают в калибровочный диапазон при объёме ввода, меньшего в 5 раз (10 мкл)

**Значения находятся вне диапазона калибровки при объёме ввода, меньшего в 5 раз (10 мкл)