

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 мМ NaHCO<sub>3</sub> + 3.2 мМ NaHCO<sub>3</sub> в ультрачистой воде

**Скорость потока:** 0.7

мл/мин

**Температура колонки:** 30 °C

**Объём вводимой**

**пробы:** 50 мл

**Детектирование:**

Электропроводность

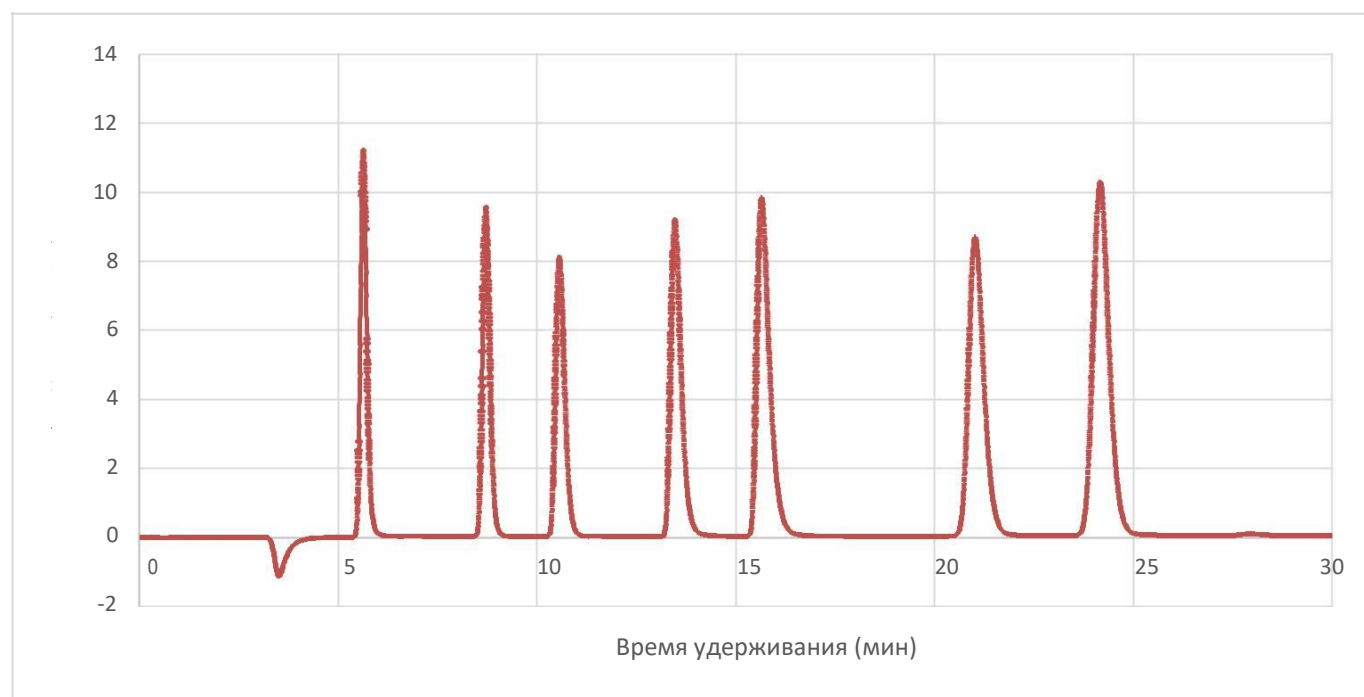
**Температура**

**ячейки:** 35 °C

**Фоновый шум:** 21 мкСм/см

**Образец:**

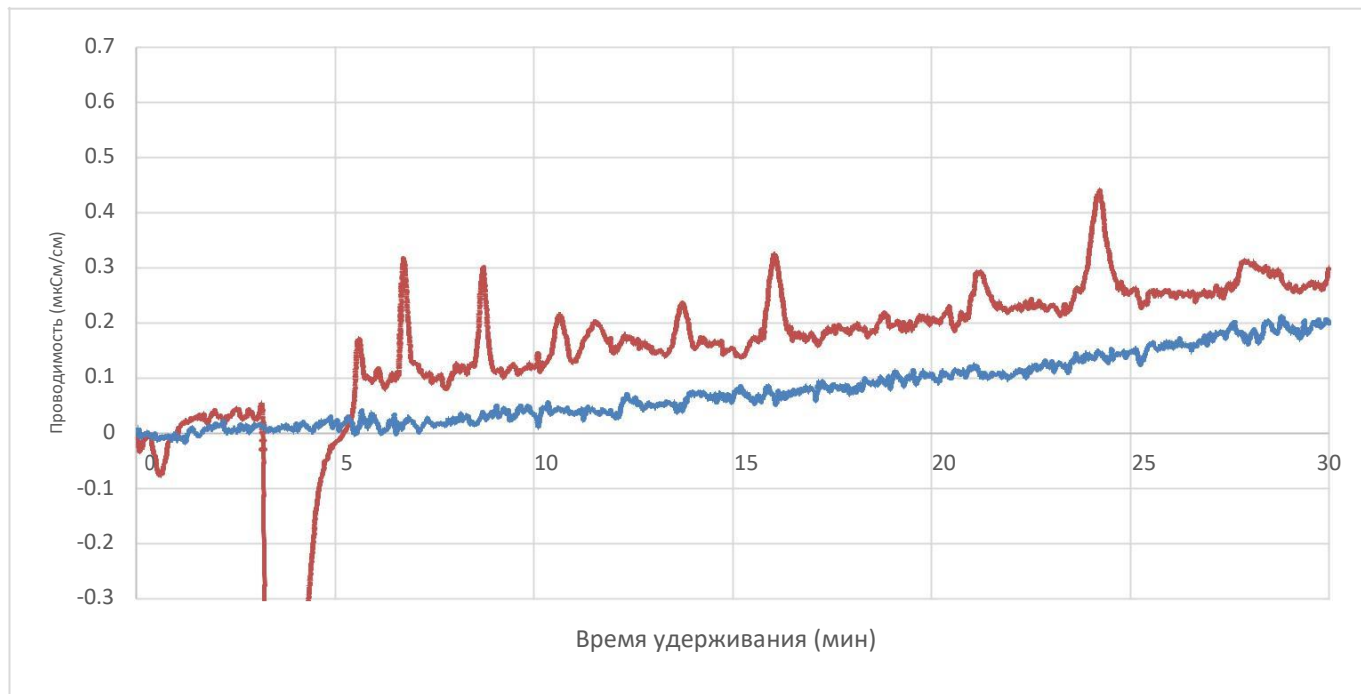
F<sup>-</sup> (2 ppm), Cl<sup>-</sup> (3 ppm), NO<sub>2</sub><sup>-</sup> (5 ppm), Br<sup>-</sup> (10 ppm), NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (10 ppm), HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (20 ppm), SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (10 ppm)



## 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 <sub>2</sub> O dip	3.51					
2	F <sup>-</sup>	5.62	0.17	1.2	5.3	25.2	9905
3	Cl <sup>-</sup>	8.71	0.20	1.2	9.7	14.7	16993
4	NO <sub>2</sub> .	10.59	0.25	1.3	4.8	15.3	16306
5	Br <sup>-</sup>	13.52	0.28	1.4	6.4	12.0	20809
6	NO <sub>3</sub> .	15.74	0.34	1.6	4.1	12.7	19666
7	HPO <sub>4</sub> 2-	21.06	0.41	1.3	8.4	10.4	23985
8	SO <sub>4</sub> 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 <sup>-</sup>	0.01 - 2	59966.6	-1091.7	0.9992	1.6	9.0
3	Cl <sup>-</sup>	0.015 - 3	38346.0	1041.7	0.9995	1.9	4.0
4	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.025 - 5	25621.8	-1271.4	0.9996	5.9	1.0
5	Br <sup>-</sup>	0.05 - 10	16986.1	-1761.6	0.9992	8.6	14.0
6	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.05 - 10	21634.8	-2409.4	0.9991	7.9	8.0
7	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.1 - 20	11570.7	-3746.4	0.9987	18.2	19.0
8	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	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

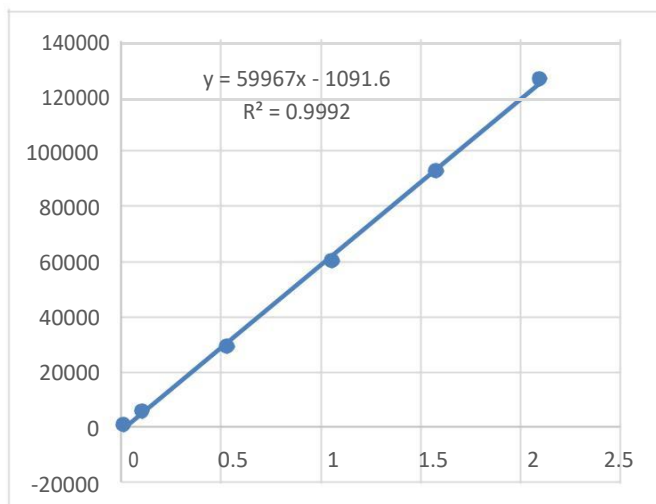
Для проверки сходимости времени удерживания пяти отдельных стандартов

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

#### 4. Линейность: F<sup>-</sup>

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

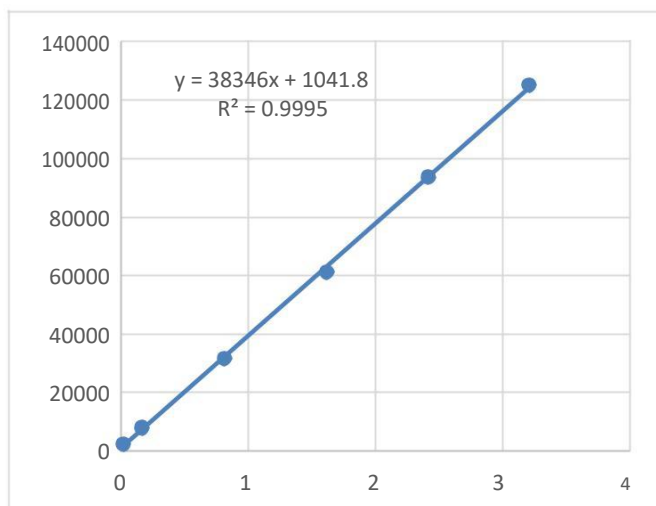
STEYEX	1613.945751
Наклон	59966.55882
LOD	0.088816518
LOQ	0.269140965



#### 5. Линейность: Cl<sup>-</sup>

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

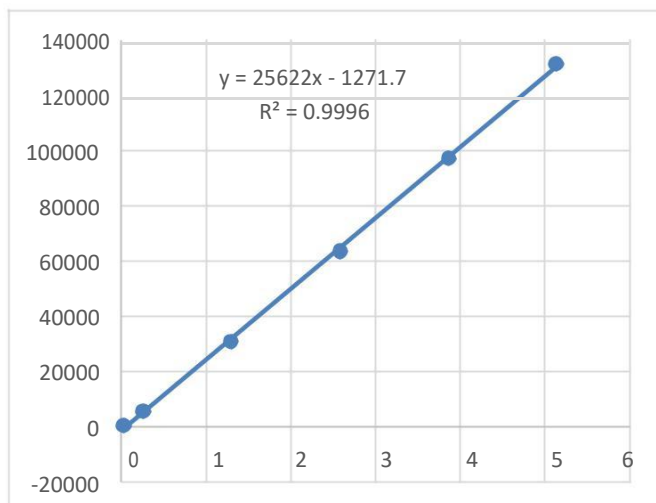
STEYEX	1183.585423
Наклон	38346.0242
LOD	0.101857545
LOQ	0.308659228



#### 6. Линейность: NO<sub>2</sub><sup>-</sup>

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

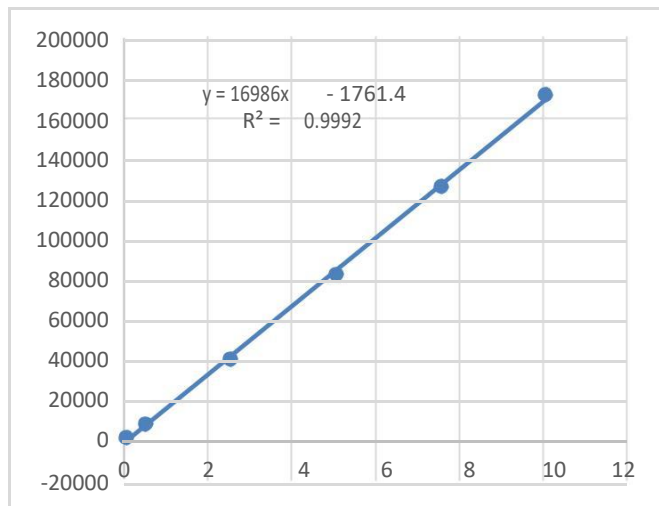
STEYEX	1187.574416
Наклон	25621.83873
LOD	0.152955282
LOQ	0.463500855



**7. Линейность:**  $\text{Br}^-$

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

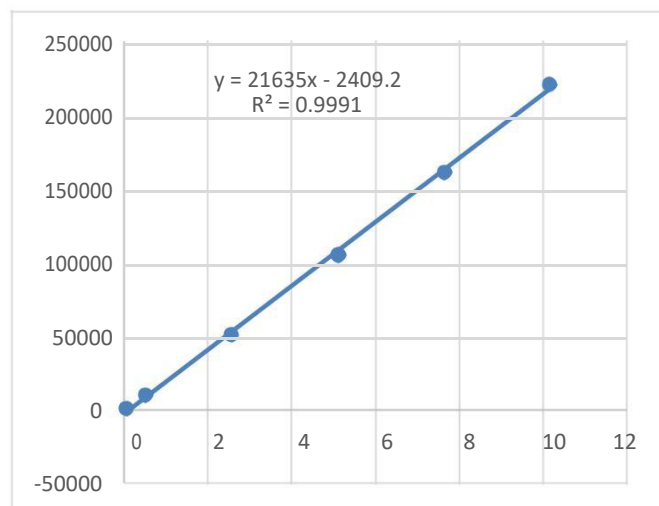
STEYEX	2084.101619
Наклон	16986.06471
LOD	0.404892803
LOQ	1.226947887



**8. Линейность:**  $\text{NO}_3^-$

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

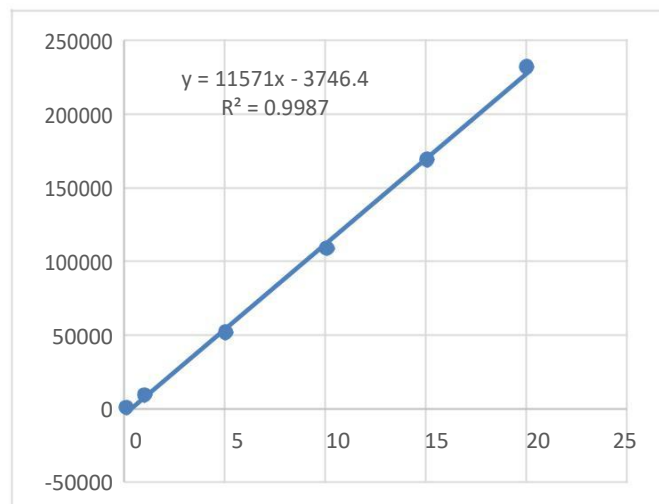
STEYEX	2953.270099
Наклон	21634.7748
LOD	0.450468813
LOQ	1.365057009



**9. Линейность:**  $\text{HPO}_4^{2-}$

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

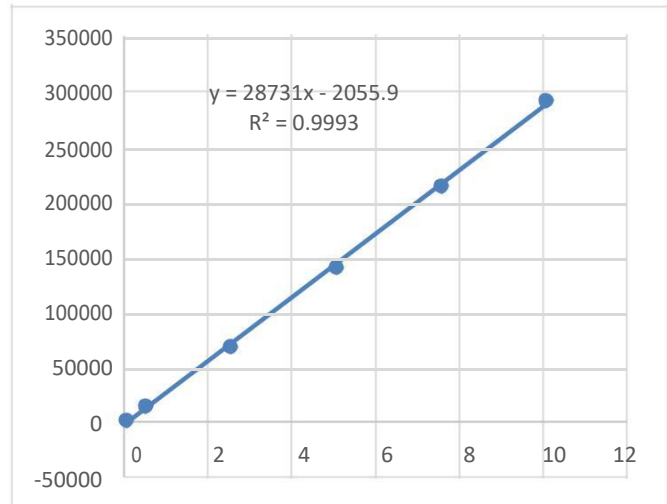
STEYEX	3761.503666
Наклон	11570.74203
LOD	1.072788769
LOQ	3.250875057



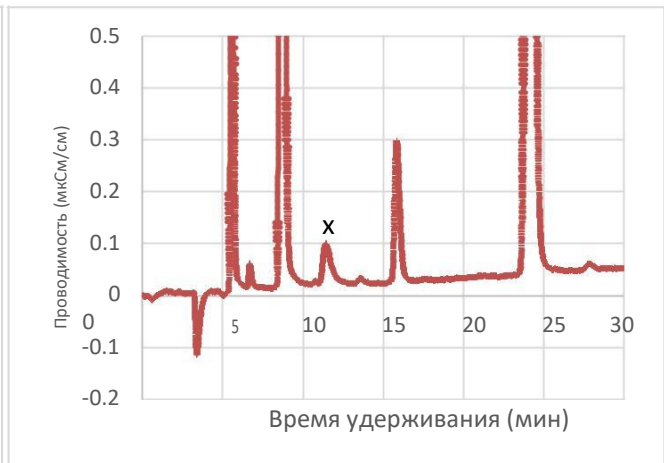
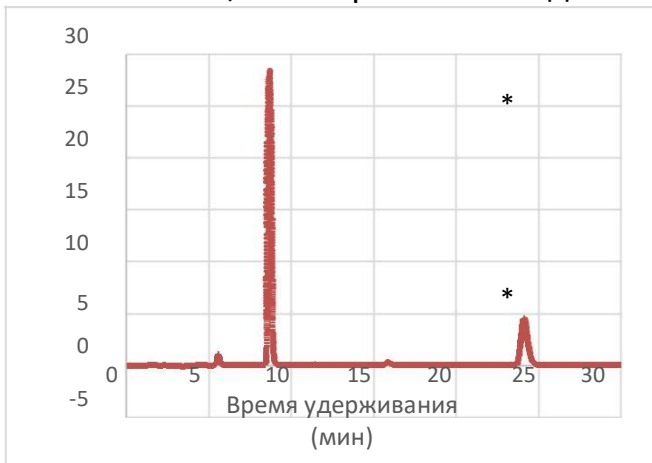
# 10. Линейность: $\text{SO}_4^{2-}$

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

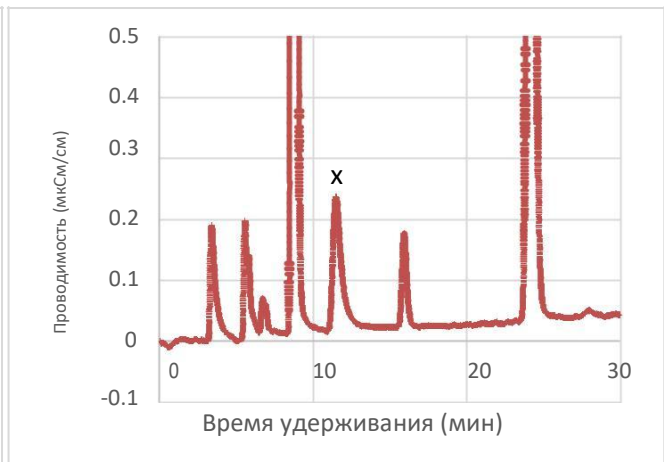
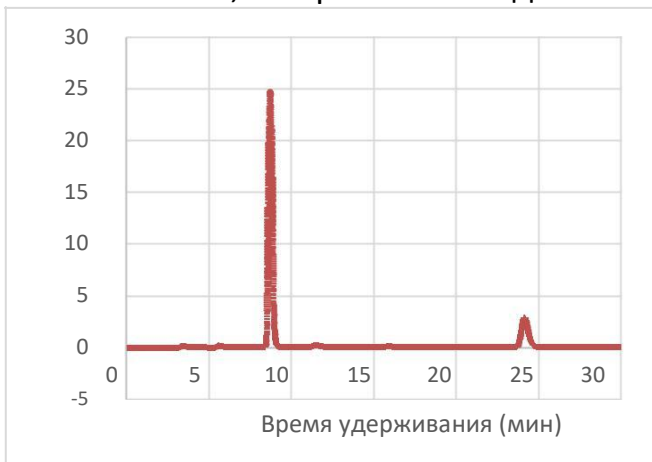
STEYEX	3495.15919
Наклон	28731.24373
LOD	0.401445389
LOQ	1.21650118



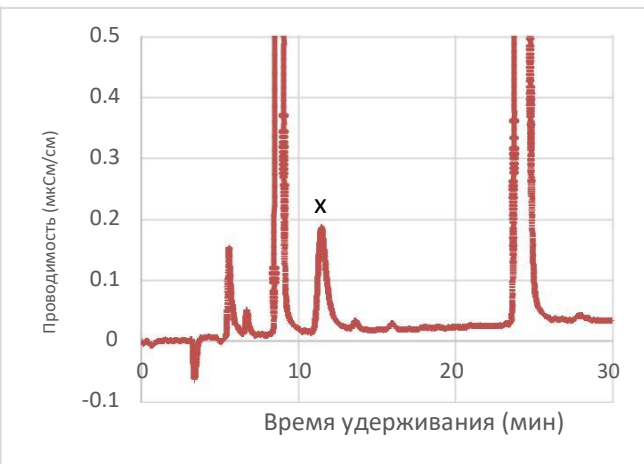
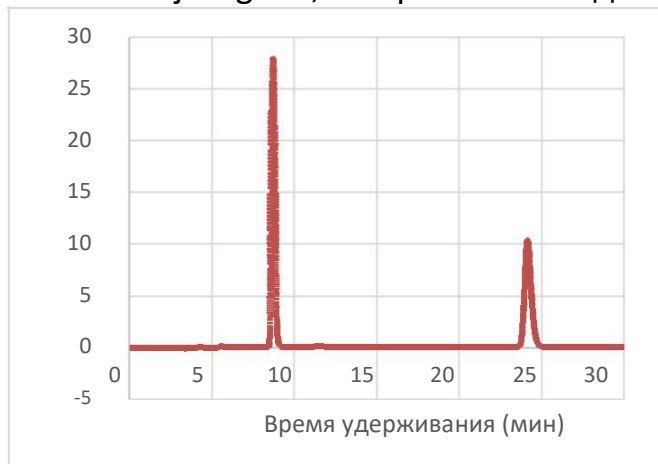
## Guttsta Källa, негазированная вода



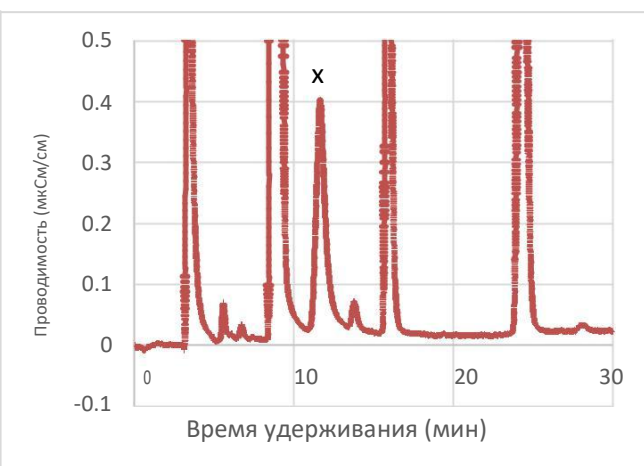
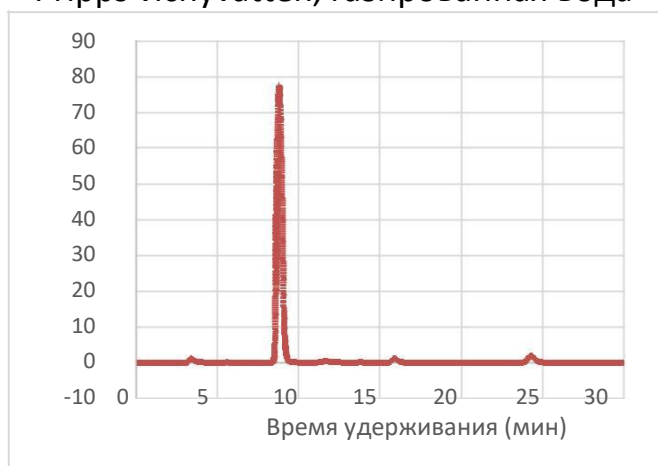
## Loka naturell, газированная вода



## 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 <sup>-</sup>	5.6	1.1	0.40	0.28	0.16
3	Cl <sup>-</sup>	8.7	46	49*	49*	220**
4	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	10.6	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025
x	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	11.7	-	-	-	-
5	Br <sup>-</sup>	13.5	0.59	<0.05	0.60	<0.05
6	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	15.7	2.0	1.3	0.59	1.6
7	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	21.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
8	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	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)