

Гуляева Анна Борисовна, Богдан Михаил Михайлович, Лузин Александр Григорьевич
**ПОДГОТОВКА И АНАЛИЗ КАТИОНОВ В ГРУНТОВЫХ ВЫТЯЖКАХ МЕТОДОМ ИОННОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ**

Адрес статьи: www.gramota.net/materials/1/2012/4/18.html

Статья опубликована в авторской редакции и отражает точку зрения автора(ов) по данному вопросу.

Источник

Альманах современной науки и образования

Тамбов: Грамота, 2012. № 4 (59). С. 72-73. ISSN 1993-5552.

Адрес журнала: www.gramota.net/editions/1.html

Содержание данного номера журнала: www.gramota.net/materials/1/2012/4/

© Издательство "Грамота"

Информация о возможности публикации статей в журнале размещена на Интернет сайте издательства: www.gramota.net

Вопросы, связанные с публикациями научных материалов, редакция просит направлять на адрес: almanac@gramota.net

УДК 581.133:633.11+543.544.1

Биологические науки

Анна Борисовна Гуляева, Михаил Михайлович Богдан, Александр Григорьевич Лузин
Институт физиологии растений и генетики Национальной академии наук Украины

**ПОДГОТОВКА И АНАЛИЗ КАТИОНОВ В ГРУНТОВЫХ ВЫТЯЖКАХ
МЕТОДОМ ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ[©]**

Применение ионной хроматографии для анализа окружающей среды известно достаточно давно [1; 4]. За последнее десятилетие ионная хроматография сделала существенные шаги в повышении чувствительности и селективности колонок и детекторов, математического аппарата и программного обеспечения для идентификации отдельных ионов в многокомпонентных смесях. Современные ионные хроматографы отвечают требованиям *GLP*, имеют высокую селективность и эффективность разделения, а также быстро определяют содержание ионов в биологических образцах любой сложности.

Современное оборудование позволяет определять ионы с чувствительностью от долей микрограмма до нескольких процентов. При этом использование ионной хроматографии делает возможным определять содержание физиологически значимых анионов и катионов, в первую очередь, пул ионов в свободном состоянии, что позволяет оценивать величины активностей ионов в биологических системах. Разделение проводят на ионообменниках низкой емкости (менее 0,1 мМ/г) чаще всего поверхностно-модифицированных. Нижняя граница определяемых концентраций составляет 1-10 нг/л. Воспроизводимость по высотам и площадям: *S_r* не более 0,05. Следует отметить, что величина активности многих ионов в растениях или почве, в первую очередь зависит не от дозы или концентрации внесенного иона, а от особенностей взаимодействия ионов в многокомпонентных смесях [5].

Важным подготовительным этапом работы на ионном хроматографе является подготовка проб грунта и выбор оптимального экстрагента для определения обменного фонда ионов.

Способность почв к ионному обмену характеризуется специфическим набором показателей - емкостью катионного и анионного обмена, составом обменных катионов и пр. От уровней этих показателей зависят многие химические и физические свойства почв.

Поглотительная способность почв имеет большое значение в питании растений и процессов взаимодействия между почвой и вносимыми удобрениями. Результаты анализа почв содержат информацию о свойствах почв и почвенных процессах и на этой основе позволяют решить стоящую перед исследователем задачу. Приемы интерпретации уровней показателей зависят от методов их определения [2; 3].

Поэтому целью нашего исследования было разработка наиболее точного методологического инструментария подготовки вытяжек для анализа методом ионной хроматографии.

Материалы и методы исследований. Для определения ионного состава грунта пробы чернозема типичного, который отбирали в соответствии с ГОСТом 17.4.3.01 и 17.4.4.02. Для определения состава почвенного раствора использовали водные вытяжки, которые характеризуют содержание в почве легкорастворимых солей и наиболее легкодоступных для растений питательных элементов. Для определения состава обменных ионов в составе почвенного поглощающего комплекса использовали растворы 0,5 мМ лимонной кислоты, 0,5 мМ уксусной кислоты. Соотношение массы проб почвы и объема раствора 1:10. Приготовленные таким образом образцы взбалтывались на ротаторе 1 час и отстаивались 20 часов. Приготовленные таким образом грунтовые вытяжки вначале фильтровали через складчатый фильтр, а затем непосредственно перед анализом - через 0,45 мкм фильтр.

Содержание катионов Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} в грунтовых вытяжках определяли физико-химическим методом ионной хроматографии. Для анализа использовали ионный хроматограф 881 *Compact IC pro-Anion-MCS* (Metrohm, Швейцария) с кондуктометрическим детектором 850 *iDetector* (диапазон работы 0-15000 мкСм/см). Определение проводили на колонке *Metrosep A Supp 5*, длиной 250 мм и диаметром 4,0 мм, заполненной химически инертным поливиниловым спиртом (размер гранул 5 мкм) с ковалентно связанными группами четвертичного аммония. Как элюент использовали 2 мМ/л HNO_3 . Скорость элюции 1,0 мл/мин. Для подготовки воды с удельным сопротивлением 18,2 МОм/см и содержанием общего органического углерода (ТОС) < 5 мкг/л использовали систему подготовки ультрачистой воды *Ultra Pure Water System* (Human Corporation, Korea Lab.). Ионный хроматограф калибровали по аналитическим стандартным растворам ионов «Fluka». Расчеты проводили с помощью программного обеспечения *MagIC Net 1.1 Compact*. Хроматограмма модельной смеси 6 неорганических катионов концентрацией 1 мг/л приведена на Рис. 1.

Результаты и их обсуждение. Репродуктивная способность почв зависит от степени доступности элементов питания. Поэтому использование простых, быстрых, комплексных и эффективных методов диагностики состояния почвы имеет большое значение. В связи с этим нас интересовало исследование почвенного раствора и почвенного поглощающего комплекса (ППК).

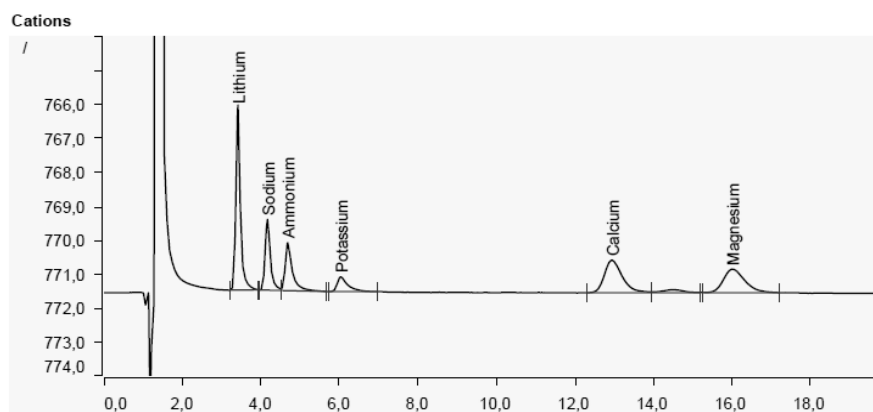


Рис. 1. Разделение модельной смеси 6 неорганических катионов концентрацией 1 мг/л (Fluka). Разделяющая колонка: Metrosep C 2 150/4.0, суммарной длиной 150 мм, внут. диам. 4 мм. Элюент: HNO_3 - 2 ммол/л, расход 1,0 мл/мин. Катионы: литий; натрий; аммоний; калий; магний; кальций

Применение метода ионной хроматографии для экспресс-анализа грунта при всей его комплексности точности и эффективности требует внимательного отношения к выбору экстрагента. Здесь мы сталкиваемся с методологической дилеммой. В данном методе, в пределах одной пробы, мы можем определить сразу 6 катионов (Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}), однако экстрагент не должен содержать ни одного из них. К примеру, использование ацетатно-аммонийного буферного раствора приводит к выходу перекрывающего пика и невозможности детектирования остальных компонентов смеси.

С учетом данного факта для анализа содержания обменных ионов в качестве экстрагентов мы использовали 0,5 мМ лимонной кислоты и 0,5 мМ уксусной кислоты. Полученные данные представлены в таблице.

Сравнительный анализ грунтовых вытяжек с 0,5 мМ лимонной кислоты и 0,5 мМ уксусной кислоты показал некоторые отличия в их экстрагирующей способности к катионам. Так, концентрация катионов в лимонной кислоте была выше Li^+ (в 6,5 р.), Na^+ (на 13,8%), NH_4^+ (на 13,8%), а в уксусной кислоте лучше концентрировались K^+ (в 2 р.) и Mg^{2+} (на 7 %), содержание же Ca^{2+} было сходным в пределах погрешности. Подобные отличия в экстрагировании можно объяснить отличиями в самой химической природе экстрагентов. Поскольку уксусная кислота является одноосновной карбоновой кислотой и растворяет многие металлы с образованием ацетатов, а лимонная - слабая 3-х основная кислота, является хелатирующим агентом и хорошо экстрагирует ионы металлов, образуя цитраты.

Таблица. Анализ содержания катионов в грунтовых вытяжках чернозема полученных экстракцией с различными экстрагентами (0,5 мМ лимонная к-та, 0,5 мМ уксусная к-та и деионизированная вода)

Экстрагент	Содержание катионов, мг/кг грунта					
	Li^+	Na^+	NH_4^+	K^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}
0,5 мМ лимонная к-та	5,9±0,05	43,8±0,01	75,7±0,16	7,3±0,02	288,3±0,03	1954,9±0,47
0,5 мМ уксусная к-та	0,9±0,01	38,5±0,04	48,0±0,04	20,9±0,62	308,8±4,72	1893,3±39,08
деионизированная вода	0,3±0,003	27,5±0,08	20,9±0,5	74,4±2,25	62,8±1,6	170,5±5,28

Однако, например, определение состава анионов в ацетатной вытяжке становится проблематичным из-за мешающего влияния ацетата (CH_3COO^-). Выбор определяемых показателей зависит от целей контроля. Если обследуемый участок является производственной площадкой, то необходимо контролировать те соединения, которые применялись при производстве. На рекультивируемых участках почвы кроме загрязнителей проверяют и обеспеченность почвы питательными веществами: калием, натрием, фосфором.

Учитывая все вышесказанное, наиболее оптимальным для определения катионного состава грунта с целью производственного контроля является использование вытяжки с 0,5 мМ уксусной кислотой.

Список литературы

1. Большова Т. А., Брыкина Г. Д., Шпигун О. А. Основы хроматографических методов анализа. М.: МГУ, 1992. 112 с.
2. Воробьева Л. А. Химический анализ почв. М.: МГУ, 1998.
3. Минеев В. Г., Сычев В. Г. и др. Практикум по агрохимии / под ред. В. Г. Минеева. М.: Изд-во МГУ, 2001. 689 с.
4. Шаповалова Е. Н., Пирогов А. В. Хроматографические методы анализа. М.: Изд-во МГУ, 2007.
5. Rengel Z. Physiological Responses of Wheat Genotypes Grown in Chelator-Buffered Nutrient Solutions with Increasing Concentrations of Excess HEDTA // Plant and Soil. 1999. Vol. 215.