

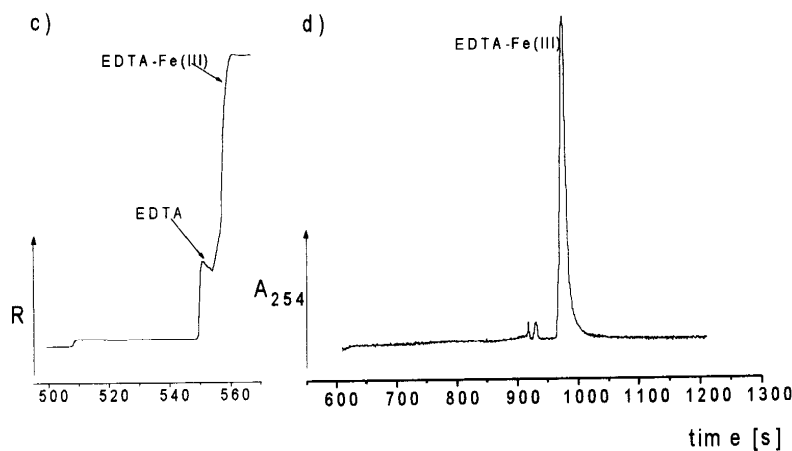
I T P + C Z E

APLIKAČNÝ LIST č. 20

STANOVENIE NÍZKYCH KONCENTRÁCIÍ ŽELEZA VO VODE

CHARAKTERISTIKA:

Železo je bežne prítomné v povrchovej aj pitnej vode. Jeho obsah kolíše od jednotiek g/l až po desiatky mg/l. Z hygienického hľadiska nie je prítomnosť železa vo vode významná, avšak jeho prítomnosť výrazne ovplyvňuje organoleptické vlastnosti vody. Preto je obsah železa jedným z kvalitatívnych parametrov pitnej vody a WHO doporučuje maximálne 0,3 mg/l. Existujú tiež koncentračné limity pre odpadné vody z rôznych odvetví priemyslu, napr. pre SR sa maximálne hodnoty pohybujú medzi 5 až 10 mg Fe/l. Pre stanovenie železa sa používajú spektrofotometrické, elektrochemické alebo separačné metódy (AAS, ICP-MS, FIA, HPLC, ITP). Alternatívnou metódou je stanovenie železa ako komplexu s EDTA kapilárnou izotachoforézou spojenou so zónovou elektroforézou s využitím UV detekcie.



Obr. 1 : Záznam analýzy 25-krát zriedenej vzorky minerálnej vody po okyslení 1 ml 65% HNO₃ na 250 ml
c - záznam z predseparačnej kolóny, krok ITP

d - záznam z UV detektor analytickej kolóny, CZE krok

Koncentrácia Fe na zázname (po 25-násobnom zriedení) je cca 200 µg/l

Podmienky: vodiaci elektrolyt :
10 mM HCl + 20 mM histidín + 0,1% hydroxypropylmethyl celulóza
zakončujúci elektrolyt :
5 mM MES + 2 mM histidín
nosný elektrolyt
25 mM MES + 10 mM BTP
V=30 µl; I₁=250 µA; I₂=150 µA; doba analýzy : 15 -20 minút.

Úprava vzorky :

Okyslená vzorka vody (1 až 4 ml 65% HNO₃ na liter vzorky) sa na 5 minút umiestni do ultrazvuku. Po prípadnej filtrácii sa zriedi (2 až 50-krát), pridá sa EDTA na konečnú koncentráciu 10⁻⁴ mol/l a zmes sa priamo analyzuje.

Výsledky :

Závislosť plochy píku EDTA-Fe(III) (UV záznam z analytickej kapiláry CZE kroku) na koncentrácii je lineárny v intervale 0 až 500 µg Fe/l.

Opakovateľnosť metódy vyjadrená ako relatívna smerodatná odchýlka na koncentračnej úrovni 400 µg/l je 3%. Spätný nález na úrovni 80 až 11 000 µg/l sa pohyboval od 80 do 115%. Detekčný limit je 10 µg/l a je limitovaný čistotou použitých chemikálií.

Literatúra :

1. Blatný P., Kvasnička F., Kendler E.: Trace determination of iron in water on the ppb level by UV detection of the Fe(III)-EDTA complex with on-line coupling of capillary isotachopheresis and capillary zone electrophoresis, *J. Chromatogr. A*, 757, 297-302(1997)

Prístroje pre izotachofórezu a kapilárnu zónovú elektroforézu vyrába:
Villa Labeco s.r.o., Chrapčiakova 1, 052 01 Spišská Nová Ves
www.villalabeco.sk