

УДК 631.41/.42.05

**Чикунова Анастасия Сергеевна

Студент

*Бабий Кирилл Александрович

Студент

**Брянский Борис Яковлевич

Канд.хим.наук, доцент кафедры аналитической хими

*Князев Станислав Юрьевич

Науч.сотрудник научно-исследовательской лаборатории

систематики и экологии беспозвоночных

*Омский государственный педагогический университет

**Омский государственный университет им. Ф. М. Достоевского

г. Омск

ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ НЕКОТОРЫХ КАТИОНОВ В ЛУГОВО- ЧЕРНОЗЕМНОЙ ПОЧВЕ ОМСКОЙ ОБЛАСТИ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА КАПИЛЛЯРНОГО ЗОННОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Аннотация: Получена информация о послойном распределении катионов Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ в лугово-черноземной почве Омской области с помощью метода капиллярного зонного электрофореза. Статистически показано, что катионы практически равномерно распределены в почве. С помощью метода капиллярного зонного электрофореза возможно одновременное и раздельное определение этих ионов в водных вытяжках из почвы на уровне 100 мг/л (в пересчете на почву 500 мг/кг).

Ключевые слова: экологический мониторинг, катионы, катионный состав почв, капиллярный зонный электрофорез.

Определение содержания катионов металлов в почвенных вытяжках необходимо для исчерпывающей оценки экологического состояния почв. Содержание катионов изменяется в очень широких пределах, поэтому необходимы комбинированные методы для полной характеристики почв [1]. В настоящее время в практику анализа почв активно внедряется метод капиллярного зонного электрофореза (КЗЭ), который позволяет одновременно определить содержание нескольких катионов в образце с высокой скоростью и точностью. Это перспективный метод определения катионного состава почв [3, 6].

В работе определено содержание катионов Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ и NH_4^+ в лугово-черноземной почве Омской области методом КЗЭ на разной глубине.

Методика экспериментов

Этапы проведения эксперимента:

- Послойный отбор проб почвы (территория Омской областной станции юных натуралистов) и подготовка проб для анализа согласно ГОСТ 17.4.4.02 [4].
- Количественное определение катионов методом КЗЭ с помощью компьютеризованного комплекса КЗЭ «Капель-104Т» по ПНД Ф 16.1:2:2.2:2.3.74-2012 [5].
- Сопоставление данных о содержании каждого катиона в почвах на разной глубине.

В качестве объектов анализа выступали:

1. Контрольные растворы, приготовленные из государственных стандартных образцов (ГСО).
2. Водные почвенные вытяжки.

КЗЭ. Капиллярный электрофорез – совокупность методов разделения и анализа, реализуемых под действием электрического поля в капиллярах в водных и неводных средах и основанных на различных сепарационных признаках. Аналиты разделяются в виде узких зон, в разное время достигая зоны детектирования. Время миграции является качественной характеристикой аналита, а площадь и высота пика, пропорциональная содержанию определяемого компонента – количественной [6]. На рисунке 1 представлена типичная электрофореграмма почвы (ЭФ).

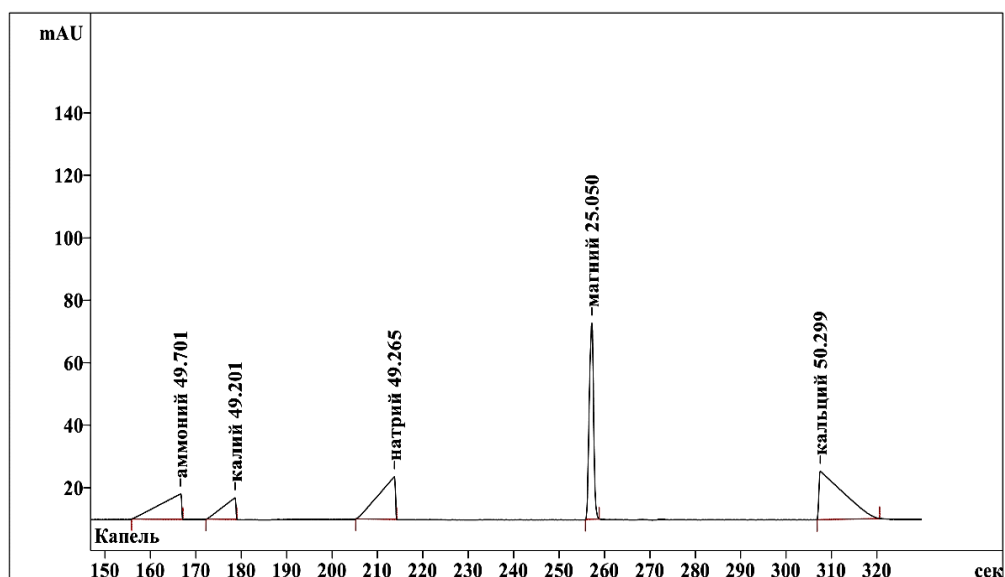


Рис. 1 Типичная электрофореграмма почвы

Результаты и их обсуждение

Для определения катионов в водных вытяжках сначала строили градуировочные зависимости (ГЗ) – это зависимость площади пика катиона на ЭФ от концентрации этого катиона. Градуировочные растворы готовили из государственных стандартных образцов. Для нахождения вида градуировочной характеристики были приготовлены градуировочные растворы с разными концентрациями определяемых ионов, затем проанализированы, а также зарегистрированы по три ЭФ для каждого раствора [5]. Из данных ЭФ с помощью ПО "МультиХром" строили ГЗ для соответствующих катионов. Для всех катионов ГЗ линейны: коэффициенты корреляции превышают 0,999, а значения относительного стандартного квадратичного отклонения меньше 4 %. Пределы обнаружения в пересчёте на почву равны (мг/кг почвы): 0,25 (Mg^{2+}), 0,5 (Ca^{2+} , K^+ , NH_4^+), 1,25 (Na^+). На рисунке 2 представлена ГЗ для катиона аммония.

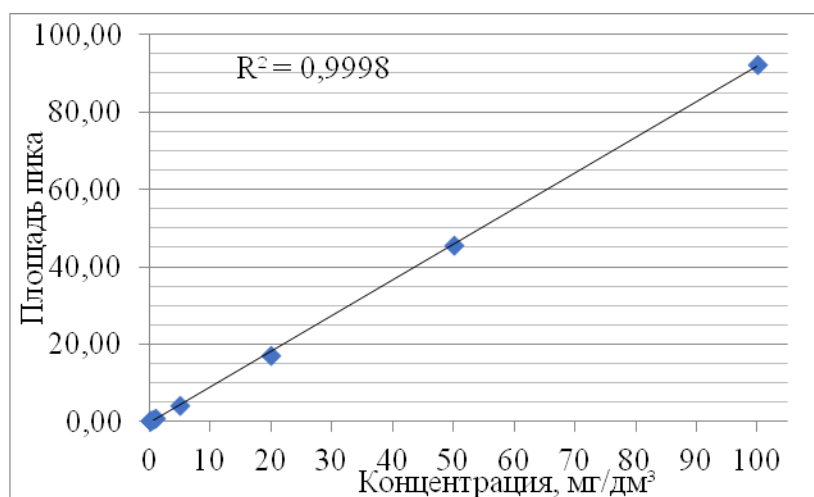


Рис. 2. Зависимость площади пика от концентрации иона аммония.

После градуировки прибора, проверки правильности и сходимости результатов измерений, проводился анализ лугово-черноземной почвы Омской области. Катионы идентифицировали по совпадению времён их миграции в пробе и в контрольном растворе. Затем рассчитывали массовую концентрацию катионов с помощью ПО "Мультихром". Содержание катионов выражено в пересчете на почву в мг/кг . Статистическая обработка результатов осуществлялась посредством программ Statistica и Microsoft Office. Для сравнения выборок использовали критерий Стьюдента (t). При сравнении средних число степеней свободы равно: $df = n_1 + n_2 - 2$ ($n_1 = n_2 = 5$ - число вариантов в каждой выборке). Табличное значение $t_{\text{табл.}} = 2,31$ ($P = 0,95$, $df = n_1 + n_2 - 2 = 8$) [2, с. 203].

Экспериментальные значения $t_{\text{эсп.}}$ при сравнении средних, соответствующих разным слоям почвы, представлены в таблице 1. Если $t_{\text{эсп.}} > t_{\text{табл.}}$, то выборки статистически различаются (такие выборки выделены в таблице жирным шрифтом).

Таблица 1. Концентрации катионов в слоях контрольных мезокосмов и коэффициенты Стьюдента при сравнении средних концентраций, соответствующих разным слоям этих мезокосмов

Слой почвы	Концентрация катионов в контрольных мезокосмах (мг/кг почвы)/ коэффициенты Стьюдента				
	NH_4^+	K^+	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Na^+
Верхний	1,0±0,4/0,1	50,1±14,5/1,9	92,1±16,9/1,1	16,1±2,9/1,2	10,1±1,3/0,4

Средний	1,0±0,3/2,8	38,7±8,1/1,5	83,5±14,1/0,4	14,4±2,6/0,4	9,8±1,5/0,6
Нижний	0,65±0,15/2,4	29,2±16,1/2,7	81,1±11,8/1,5	14,0±2,2/1,6	10,3±2,0/0,3

Из табл.1 видно, что различие концентрации в контрольной почве для ионов Ca^{2+} , Mg^{2+} и Na^+ на разных слоях статистически не доказано. Таким образом, катионы распределены в почве по слоям равномерно за исключением катионов аммония и калия.

Выводы

1. Проверка метрологических характеристик методики одновременного и раздельного определения указанных катионов в водных растворах методом капиллярного электрофореза с использованием системы капиллярного электрофореза «Капель 104Т» показала, что градуировочные зависимости линейны достаточно в широком диапазоне, коэффициенты корреляции больше 0,9990, относительное стандартное квадратичное отклонение (СКО) не превышает 4%.

2. Определяемые катионы равномерно распределены в лугово-черноземной почве, за исключением катионов калия и аммония. Данными катионами обогащен верхний слой почвы.

Список литературы

1. Application of capillary electrophoresis to the analysis of inorganic ions in environmental samples-Review [Text] / Keiichi Fukushi, Sahori Takeda, Kenji Chayama, Shin-Ichi Wakida // Journal of Chromatography A. – 1999. – V. 834. – P. 349–362.

2. Вершинин, В. И. Планирование и математическая обработка результатов химического эксперимента [Текст] : учебное пособие / В. И. Вершинин, Н. В. Перцев. – Омск : Издательство ОмГУ, 2005. – 216 с.

3. Ганжара Н. Ф. Почвоведение [Текст] / Н. Ф. Ганжара. – Москва : Агроконсалт, 2001. – 392 с.

4. ГОСТ 17.4.4.02. Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

[Электронный ресурс]. – Москва : Стандартиформ, 2008. – 7 с. – Режим доступа: <http://inter-net-law.ru/gosts/gost/29438/>.

5. ПНД Ф 16.1:2.2:2.3.74–2012. Определение водорастворимых форм неорганических катионов в почвах, грунтах тепличных, глинах, торфе, осадках сточных вод, активном иле, донных отложениях [Текст]. – Москва, 2012. – 33 с.

6. Проблемы аналитической химии [Текст]. В 20 т. Т. 18. Капиллярный электрофорез / [Л. А. Карцова и др.] ; под ред. Л. А. Карцовой. – Москва : Наука, 2014. – 438 с.