

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СЕРЫ В ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ МЕТОДОМ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ В СОЧЕТАНИИ С ТВЕРДОФАЗНОЙ МИКРОЭКСТРАКЦИЕЙ

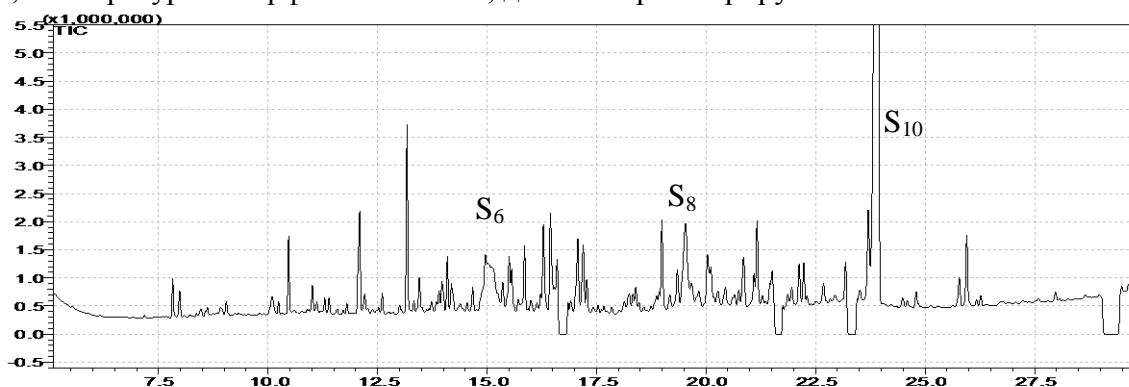
*Е.В. Фатьянова, И.П. Климина, Д.Х. Зиганшина, В.И. Сафарова, Г.Ф. Шайдулина*

Государственное бюджетное учреждение Республики Башкортостан Управление  
государственного аналитического контроля  
450104 г.Уфа, ул.Российская, 21, e-mail [guugak@mail.ru](mailto:guugak@mail.ru)

В юго-восточных районах Республики Башкортостан разрабатываются медно-колчеданные месторождения, и поэтому велико негативное влияние на гидросферу горно-обогатительных комбинатов, сточные воды которых загрязнены тяжелыми металлами и сульфатами. Сброс в водотоки нехарактерных для природных вод количеств сульфатов не только меняет гидрохимический состав воды, но и способствует протеканию различных геохимических процессов, приводящих к образованию других форм серы, более токсичных для гидробионтов. В связи с этим определение разных форм серы в воде и донных отложениях является весьма актуальной задачей. В данной работе приведены результаты определения молекулярной серы в донных отложениях р.Таналык, протекающей в зоне влияния ГОК.

Для определения молекулярной серы в донных отложениях применяли метод хромато-масс-спектрометрии. Пробоподготовку проводили методом статического парофазного анализа в сочетании с твердофазной микроэкстракцией (ТФМЭ). Навеску донных отложений помещали во флакон, увлажняли, укупоривали и термостатировали при температуре 90°C в течение 50 минут. Извлечение компонентов из паровой фазы осуществляли методом ТФМЭ, используя капилляр с нанесенной на его поверхность жидкой фазой из полидиметилсилоксана толщиной 0,1 мм; время экстракции составляло 25 минут. Затем капилляр помещали в инжектор хроматографа.

ГХ/МС анализ полученного элюата проводили с использованием хромато-масс-спектрометра GCMS-QP2010 фирмы Shimadzu. Разделение примесей осуществляли на неполярной капиллярной колонке SPB-1 (30m x 0,25mm x 0,25µm) фирмы Supelco в режиме сканирования полного ионного тока. Разделение и детектирование проводили при следующих условиях: режим ввода с делением потока (коэффициент деления – 1:15); температура инжектора – 250 °С; программирование температуры хроматографа: 40°C в течение 4 мин, нагрев до 140°C со скоростью 15°C/мин, затем нагрев до 280°C со скоростью 5°C/мин; 280°C в течение 5 мин; температура ионного источника – 200 °С; температура интерфейса – 270 °С; диапазон регистрируемых масс – 40 – 300 а.е.м.



Хроматограмма паровой фазы водной вытяжки пробы донных отложений р.Таналык, отобранной ниже поступления сточных вод горно-обогатительного комбината