Министерство рыбного хозяйства СССР

Всесоюзный научно-исследовательский институт
морского рыбного хозяйства и океанографии
(ВНИРО)

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НЕКОТОРЫХ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ГИДРОБИОНТАХ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ

Москва 1987

gost.e-ecolog.ru

УДК 574.52:615.9

Временные методические рекомендации по определению некоторых химических элементов в гидробионтах методом атомной абсорбции. –М., ОНТИ ВНИРО, 1987.

Методические рекомендации предназначены для лабораторий научно-исследовательских институтов, предприятий, организаций и учреждений системы Минрыбхоза СССР, занимающихся анализом микроэлементного состава.

Рекомендации составлены:
канд. техн. наук А.Н.Головиным,
канд. биолог. наук С.Г.Кириченко,
канд. хим. наук О.А.Галутва,
А.И.Овсянкиным (ВНИРО),
канд. хим. наук Н.Л.Лукиных (АтлантНИРО)

© Всесоюзный научно-исследовательский институт морского рыбного хозяйства и океанографии (ВНИРО), 1987 г.

Рекомендации распространяются на атомно-абсорбционный метод определения некоторых химических элементов в гидробионтах и продуктах, вырабатываемых из них. Определение ртути следует проводить по ГОСТ 26927-86 "Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути".

I. Сущность метода

Метод основан на пламенной или беспламенной атомной абсорбции.

Атомы элементов способны возбуждаться под действием световой энергии, поглощая свет соответствующих частот, совпадающих с частотами излучения атомов этих элементов. Поглощение световой энергии прямо пропорционально концентрации элемента, присутствующего в атомном облаке. Для атомизации пробы используют тепловую энергию пламени или графитовую кювету.

2. Аппаратура, реактивы, материалы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, пламенный или беспламенный.

Анализатор мышьяка.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 21104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г второго класса точности.

Электропечь сопротивления по ГОСТ 13474-79.

Тигли кварцевые вместимостью от 50 до 100 г по ГОСТ 19908-80.

Шкаф сушильный по ГОСТ 13474-79.

Пипетки по ГОСТ 20292-74 4-2-1 или 5-2-1, 4-2-2 или 5-2-2, 6-2-10 или 7-2-10.

Пробирки мерные от 10 до 20 $см^3$ по ГОСТ 1770-74, 11-2-10 и 11-2-20.

Стаканчики стеклянные по ГОСТ 25336-82, ВН-50 или НН-50.

Колбы конические по ГОСТ 25336-82, Кн-2-100-2.

Воронки по ГОСТ 25336-82, В-25-38ХС.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, 2-25-2, 2-100-2.

Ступки фарфоровые по ГОСТ 9147–80.

Фильтры обеззоленные с белой или синей лентой.

Кислота азотная особо чистая по ГОСТ 4461–77 или химически чистая по ГОСТ 4461–77.

Кислота соляная особо чистая по ГОСТ 14261–77 или химически чистая по ГОСТ 3118–77.

Магний азотнокислый шестиводный чистый для анализа по ГОСТ 11088–75.

Вода дистиллированная или деминерализованная по ГОСТ 7609–72.

3. Отбор проб

Пробы рыбы, продуктов из нее, морских млекопитающих и беспозвоночных отбирают по ГОСТ 7631–85, водорослей – по ГОСТ 20438–75, ГОСТ 13496.0–80, консервов и пресервов – по ГОСТ 8756.0–70.

Лабораторные пробы готовят в соответствии с ГОСТ 7636–85, ГОСТ 16280–70, ГОСТ 17206–71, ГОСТ 22455–77, ГОСТ 6730–75, ГОСТ 20438–75, ГОСТ 26185–84.

4. Проведение испытания

Минерализировать пробы можно сухим и мокрым способом. При определении содержания мышьяка в гидробионтах и продуктах из них можно применять только сухое озоление с добавлением нитрата магния.

Сухая минерализация. Навеску исследуемого образца, измельченного при помощи скальпеля, ножниц или путем растирания в фарфоровой ступке при исследовании консервов (использование мясорубки не допускается), массой от 5 до 40 г (конечная масса золы должна быть 0,4...0,5 г), взятую с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевый тигель и высушивают при температуре 105°С; затем осторожно обугливают и озоляют в муфельной печи, медленно повышая температуру от 130 до 450°С. Поднимают температуру до 250...270°С постепенно: на 20...30°С, далее на 40...50°С; при этом необходимо избегать "дымления", так как с дымом возможны потери металлов. Образец выдерживают при температуре 450°С до получения однородно окрашенной золы светлого цвета. Если полученная зола содержит темные вкрапления, после охлаждения смачивают ее азотной кислотой (1:1) и продолжают озоление до получения светлой золы. К охлажденной золе добавляют 5...10 $см^3$ соляной кислоты (1:5), нагревают на электроплит-

же до полного растворения, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ через обеззоленный фильтр и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Сухая минерализация для определения мышьяка. Навеску гомогенизированного образца (I...4 г для влажной рыбной ткани и 0,5 г для высушенной ткани), взятую с погрешностью не более 0,0I г, помещают в кварцевый тигель вместимостью 50...I00 $см^3$, добавляют 8 $см^3$ водного раствора нитрата магния 500 $г/дм^3$ и тщательно перемешивают с образцом. Образец высушивают при температуре I05°С, затем осторожно обугливают и озоляют в муфельной печи, медленно повышая температуру до 450°С, избегая "дымления". Выдерживают образец при 450°С в течение I2 ч. После охлаждения растворяют золу в I0 $см^3$ концентрированной солянсй кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 20 $см^3$. Полученный раствор используют для определения мышьяка при помощи мышьякового анализатора.

Мокрая минерализация. Навеску исследуемого образца, подготовленного как описано выше, массой от I,5 до 2,0 г, взятую с погрешностью не более 0,00I г, помещают в предварительно высушенную до постоянной массы широкогорлую коническую колбу вместимостью 50...I00 $см^3$ и высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре I00...I05°С. Высушенную навеску заливают 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, закрывают пробкой и оставляют на ночь. Азотную кислоту выпаривают из колбы до влажного состояния навески, затем трижды добавляют по I0 $см^3$ дистиллированной воды, каждый раз выпаривая до влажного состояния образца.

Содержимое колбы переносят дистиллированной водой через фильтр в мерную колбочку вместимостью 25 $см^3$, объем жидкости доводят до метки, тщательно перемешивают и фотометрируют при определенной длине волны.

Количество металла, соответствующее определенной высоте сигнала, находят по градуировочному графику.

5. Обработка результатов

Массовую долю исследуемого элемента (в $мл^{-I}$) определяют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m_2},$$

где m_1 – содержание исследуемого металла, найденное по градуировочному графику, мкг;

m_2 – масса исследуемого образца, г;

V – объем, до которого доводят дистиллированной водой исследуемую пробу, $см^3$.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

6. Построение градуировочного графика

Готовят стандартные растворы для всех исследуемых элементов с различным содержанием металла в I $см^3$ и фотометрируют при соответствующей длине волны.

Стандартный раствор кадмия. 16,3 мг хлористого кадмия, отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в мерной колбе вместимостью I $дм^3$ дистиллированной водой. Это – основной раствор. Рабочий раствор готовят разведением 5 $см^3$ основного раствора дистиллированной водой до 100 $см^3$ (в мерной колбе). I $см^3$ рабочего раствора содержит 0,5 мкг металлического кадмия.

Стандартный раствор свинца. 0,1598 г предварительно высушенного азотнокислого свинца, отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в мерной колбе вместимостью I $дм^3$ в азотной кислоте (I:100). Это основной раствор, который перед употреблением разбавляют той же кислотой в соотношении I:100 и получают раствор, содержащий 10 мкг свинца в I $см^3$.

Стандартный раствор мышьяка. 0,4160 г двузамещенного мышьяковокислого натрия ($Na_2HAsO_4 \cdot 7H_2O$) вносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в I $см^3$.

Стандартный раствор меди. 0,3939 г сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), отвешенного с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в мерной колбе вместимостью I $дм^3$. I $см^3$ приготовленного раствора содержит 100 мкг меди.

Стандартный раствор цинка. 0,1 г химически чистого цинка, отвешенного с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной в соотношении I:I. Раствор перемешивают в мерной колбе вместимостью I $дм^3$, доводят объем до метки. I $см^3$ раствора содержит 100 мкг цинка.

Стандартный раствор олова. 0,1 г измельченного металлического химически чистого олова, отвешенного с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, растворяют в 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, добавляют 2 $см^3$ 350 г/$дм^3$ раствора перекиси водорода. Раствор умеренно нагревают, добавляют 40 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят объем до 1000 $см^3$ (в мерной колбе) дистиллированной водой. 1 $см^3$ раствора содержит 100 мкг олова.

Стандартный раствор железа. 4,8367 г треххлористого железа ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), отвешенного с погрешностью не более 0,001 г растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в соляной кислоте (1:100) и получают раствор, содержащий в 1 $см^3$ 1 мг железа.

Стандартный раствор хрома. 2,8289 г двухромовокислого калия растворяют в соляной кислоте 0,02 моль/$дм^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем до метки 1 $см^3$ полученного раствора содержит 1000 мкг хрома.

gost.e-ecolog.ru