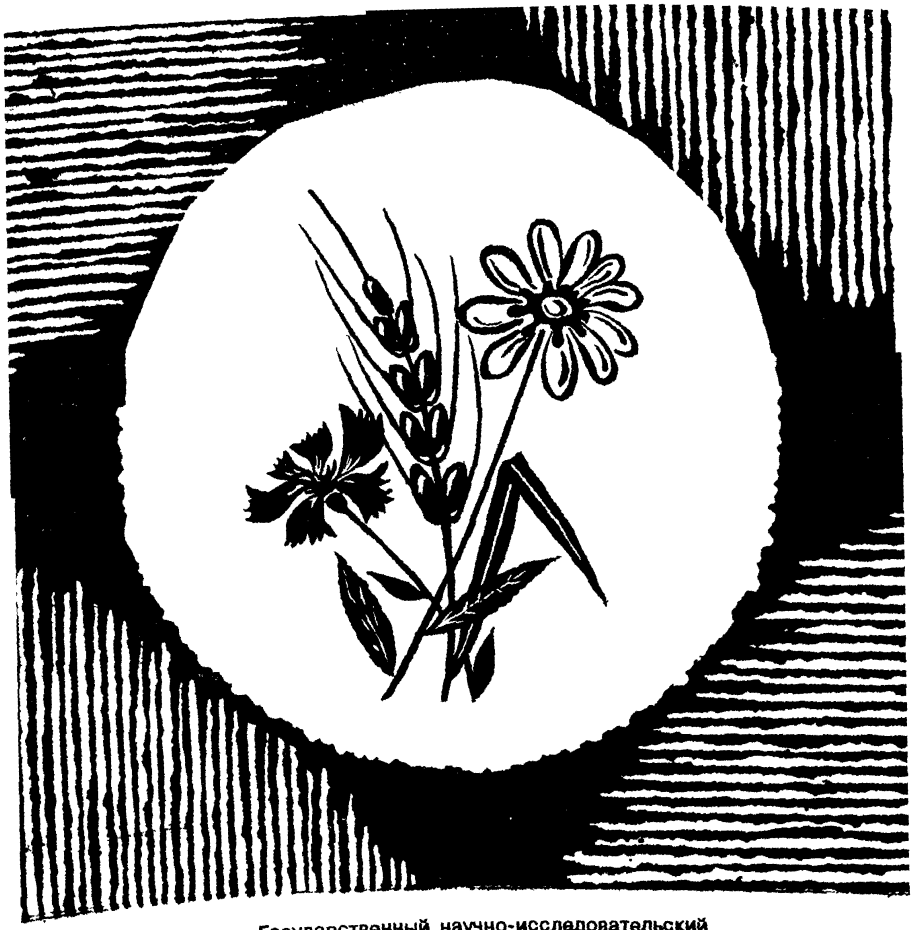


Государственный научно-исследовательский
и проектный институт редкометаллической
промышленности "ГИРЕДМЕТ"
Научно-производственная фирма "АНКОН-АТ"

# РЕКОМЕНДАЦИЯ
# ГСИ. ПОЧВЫ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ ОБЪЕКТЫ АНАЛИЗА

## Методика подготовки проб в аналитическом автоклаве

## МИ 2221-92.

Москва 1993 г.

gost.e-ecolog.ru

ИСПЫТАНА и РЕКОМЕНДОВАНА к использованию
Институтом питания РАМН 22 июня 1992 года

# Р Е К О М Е Н Д А Ц И Я

Государственная система обеспечения
единства измерений
Почвы и биологические объекты анализа.
Методика подготовки проб в аналитическом
автоклаве.

---

Настоящая рекомендация распространяется на почвы и биологические объекты анализа растительного и животного происхождения: пищевые продукты и сырье, биосубстанции человека и животных, растения (*в т. ч. лекарственное растительное сырье*).

Рекомендация устанавливает методику подготовки проб к анализу в аналитическом автоклаве конструкции института "Гиредмет". Пробоподготовка завершается получением растворов-концентратов в форме, оптимальной для последующего анализа: атомно-абсорбционного, атомно-эмиссионного с индукционной плазмой и дугой постоянного тока, полярографического, спектрофотометрического, нейтронно-активационного.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

Разработана Государственным ордена Октябрьской революции научно-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности (Гиредмет), институтом геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского (ГЕОХИ).

ИСПОЛНИТЕЛИ:
Л. Н. Бакина; Л. Н. Банных; Л. А. Васильева; Г. Р. Ишмиярова; А. В. Елютин, докт. техн. наук; Ю. А. Карпов, докт. хим. наук; И. В. Козлова; Н. М. Кузьмин, докт. хим. наук; С. В. Лейкин, канд. техн. наук; Г. В. Мясоедова, докт. хим. наук; В. А. Орлова, канд. хим. наук (руководитель темы); М. М. Остронова; А. Н. Помялова; Э. М. Седых, канд. хим. наук; С. В. Соколов; Н. П. Старшинова; Ю. Г. Таций.

УТВЕРЖДЕНА Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС) 28 апреля 1992 года.

ЗАРЕГЕСТРИРОВАНА ВНИИМС 28 апреля 1992 года.

## МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПРОБ В АНАЛИТИЧЕСКОМ АВТОКЛАВЕ

Методика основана на обработке проб почв и биологических объектов кислотами и их парами в герметично замкнутом объеме автоклава при воздействии температуры и давления. Условия пробоподготовки обеспечивают количественное получение раствора-концентрата примесей в форме, оптимальной для последующего определения примесей.

### 1. Вводная часть

Аналитический автоклав конструкции института "Гиредмет" (рис. 1) представляет собой замкнутую систему, предназначенную для подготовки проб к анализу при повышенных температурах и давлениях.

Аналитический автоклав состоит из разъемного металлического корпуса (3) с герметизирующим устройством и реакционной емкости, изготовленной из фторопласта (2).

При нагреве автоклава давление в реакционной емкости создается за счет роста давления паров растворяющих агентов и газообразных продуктов реакции.

Использование сменных реакционных емкостей трех видов позволяет провести следующие варианты пробоподготовки:

1. экспрессную мокрую минерализацию проб минимальным количеством реактивов в однокамерной реакционной емкости (рис. 2а) ;

2. подготовку пробы очищенными дистилляцией кислотами с отделением макрокомпонента и получением раствора-концентрата примесей в двухкамерной реакционной емкости (рис. 2б)

3. подготовку пробы очищенными дистилляцией кислотами с отделением макрокомпонента и получением растворов-концентратов одновременно из 3 навесок пробы в многокамерной реакционной емкости (рис. 2в).

### 2. Основные и вспомогательные средства измерений и испытаний, оборудование, реактивы

Автоклав аналитический конструкции Гиредмета с комплектом

одноемкостных и многокамерных реакционных емкостей.

Электронагреватель, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима до 250°С с погрешностью ± 5°С.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, поверочной ценой деления не более 0,5 мг, для взятия навесок до 10 г.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919-83.

Колбы мерные вместимостью 10, 25 $см^3$.

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 50 $см^3$.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 $см^3$

Цилиндр мерный из полиэтилена вместимостью 20 $см^3$.

Пипетка поршневая из полиэтилена вместимостью 5 $см^3$.

Пинцет из оргстекла или фторопласта.

Чашка выпарительная из стеклоуглерода вместимостью 50 $см^3$.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261-77.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-78.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78, ос. ч 27-5.

Водорода перекись по ГОСТ 10929-76.

Примечание:

1. При проведении подготовки проб к анализу следует строго соблюдать правила безопасности при работе с автоклавами, указанные в инструкции по эксплуатации автоклава, и требования, установленные инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

2. Все используемые реактивы должны быть известного аналитического качества, чтобы их применение не влияло на точность определения. Используемая вода должна быть деионизированной или дистиллированной, не содержащей обнаруживаемой концентрации определяемых элементов при холостом определении.

3. Вся мерная посуда должна быть 2-го или более высокого класса точности.

4. Новую посуду промывают азотной кислотой, разбавленной 1:1, рабочую посуду промывают азотной кислотой, разбавленной 1:5.

5. Условия пробоподготовки: состав и объемы смесей реактивов, масса навески пробы, показаны в таблице 1.

ДВУХКАМЕРНАЯ Р[illegible]ЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 2б)

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| **Плоды, овощи** | | | |
| - свежие | 5,000 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 1<br>$HNO_3$ - 1 |
| - сухие (в.т.ч. сухофрукты) | 2,000 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 0.5<br>$HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O$ - 1 |
| Продукты переработки плодов и овощей | 2,000 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 0.5<br>$HNO_3$ - 0.5 |
| **Мясо** | 5.000 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| Колбасные изделия | 4.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| Субпродукты, внутренние органы человека и животных | 4.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| Консервы мясные и мясорастительные | 4.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| Растительные **масла** и продукты их переработки, **животные жиры** (в т.ч. сливочное масло, свиное сало) | 2.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 0.1 |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| **Яйцо** | 3.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| **Рыба**, морские млекопитающие и беспозвоночные, продукты их переработки | 5.000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| Икра | 2,000 | $HNO_3$ - 15 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 |
| **Зерно**, продукты его переработки ( крупа, мука) | 2,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>$H_2O$ - 1<br>(HF - 0.1) |
| **Хлеб** | 1,500 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1<br>(HF - 0.1) |
| **Хлебобулочные изделия** (в том числе печенье | 2.000 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O_2$ - 0.5<br>(HF - 0.1) |
| **Молочные продукты** (творог, сметана, майонез, сгущеное молоко и т.п.) | 4,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| Сухое молоко, детское питание | 2,500 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>$H_2O$ - 2 |
| **Костная ткань** | 2,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O$ - 1 |

Таблица 1

**Условия пробоподготовки почв и биологических объектов анализа в однокамерной реакционной емкости аналитического автоклава (V-25 $см^3$)**

| Наименование объекта | Масса навески, г | Объем реактивов, $см^3$ | Время нагрева, ч | T зад. °C |
|---|---|---|---|---|
| **Почвы** | 1,0 | HF - 3<br>HCl - 2<br>$HNO_3$ - 1 | 3,5 | 220 |
| Почвы с большим содержанием органической составляющей (черноземы) | 1,0 | HF - 3<br>HCl - 2<br>$HNO_3$ - 2 | 3,5 | 220 |
| Почвы (выщелачивание) | 1,0 | $HNO_3$ - 3<br>HCl - 1 | 3,0 | 200 |
| | 1,0 | $HNO_3$ - 3<br>$H_2O_2$ - 0,2 | 3,0 | 200 |
| **Рыба, нежирное мясо, свежие овощи и фрукты** | 0,5 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 | 2,0 | 200 |
| **Другие органические объекты** | 0,15 - 0,25 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1 | 2,0 | 200 |

Таблица 2

**Условия пробоподготовки почв и биологических объектов анализа в аналитических автоклавах (V-150 $см^3$)**

| Наименование объекта | Масса навески пробы Б, (не более) г | Объем реактивов, $см^3$ | |
|---|---|---|---|
| | | Смесь на дне реакционной емкости А | Смесь во вкладыше для смачивания навески В |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| **ОДНОКАМЕРНАЯ РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 2а)** | | | |
| **Почвы** | 1,000 | HF - 3<br>HCl - 2<br>$HNO_3$ - 1 | |
| **Почвы** с большим содержанием органической составляющей (черноземы) | 1,000 | HF - 3<br>HCl - 2<br>$HNO_3$ - 2 | |
| **Рыба, нежирное мясо свежие овощи и фрукты** | 3,000 | $HNO_3$ - 3<br>$H_2O_2$ - 3 | |
| **Растения** (в т. ч. лекарственное растительное сырье), другие биологические объекты | 0,500 - 1,500 | $HNO_3$ - 4<br>$H_2O_2$ - 4 | |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| Зерно, продукты его переработки ( крупа, мука) | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| Хлеб и хлебобулочные изделия | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3 |
| **Молочные продукты** (творог, сметана, майонез, сгущеное молоко и т. п.) | 0,500 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3 |
| Сухое молоко | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3<br>$H_2O$ - 0,5 |
| **Детское питание** - | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3<br>$H_2O$ - 0,5 |
| **Кондитерские изделия** | 0,500 | $HNO_3$ - 15 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| **Костная ткань** | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| **Растения** - свежие | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3<br>HF - 0,1 |
| - сухие (в т. ч. чай) | 0,200 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>HF - 0,1 |

| | | | |
|---|---|---|---|
| Кофе | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0,3<br>$H_2O$ - 0,5 |

3. Порядок подготовки проб почв

При подготовке почв к анализу в аналитическом автоклаве происходит полное разрушение структуры пробы.

3.1. Пробоподготовка почв в однокамерной реакционной емкости (по рис. 2а)

Навеску пробы Б помещают в реакционную емкость, добавляют смесь реактивов А.

Для контрольного опыта в реакционную емкость помещают смесь реактивов А.

Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры 210°С и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку, раствор переносят в чашку из стеклоуглерода, упаривают досуха при температуре не выше 90°С, к сухому остатку добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, нагревают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят водой до метки.

3.2. Пробоподготовка почв в двухкамерной реакционной емкости (по рис. 2б)

Навеску пробы Б помещают во вкладыш, изготовленный из фторопласта, смачивают смесью реактивов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реактивов В.

Вкладыш размещают внутри реакционной емкости, содержащей смесь реактивов А. Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры 220°С и выдерживают при этой температуре в течение 5 часов. Автоклав

| 1 | | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|
| **Растения** | - свежие | 3,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 1<br>$H_2O_2$ - 1<br>HF - 0,2 |
| | - сухие | 2,000 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>$H_2O$ - 1<br>HF - 0,2 |
| **Чай** | | 2,000 | $HNO_3$ - 25 | $HNO_3$ - 0,5<br>HCl - 0,5<br>$H_2O$ - 2<br>HF - 0,2 |
| **Кофе** | | 2,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>$H_2O$ - 1 |
| **Кондитерские изделия** | | 2,000 | $HNO_3$ - 15 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5<br>$H_2O$ - 2 |

МНОГОКАМЕРНАЯ РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 2в)

| Наименование объекта | Масса навески Б в одном вкладыше, г (не более) | Объем реактивов, $см^3$ | |
|---|---|---|---|
| | | Смесь на дне реакционной емкости А | Смесь во вкладыше для смачивания навески В |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| **Плоды, овощи** - свежие | 1,000 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 0,5<br>$HNO_3$ - 0,5 |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| - сухие ( в т.ч. сухофрукты) | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 0,3<br>$HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O$ - 0,3 |
| Продукты переработки плодов и овощей | 0,500 | $HNO_3$ - 20 | $H_2O_2$ - 0,5<br>$HNO_3$ - 0,5 |
| **Мясо** | 1,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0 5 |
| Колбасные изделия | 1,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| Субпродукты, внутренние органы человека и животных | 1,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0,5<br>$H_2O_2$ - 0.5 |
| Консервы мясные и мясорастительные | 0.500 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| *Яйцо* | 0,500 | $HNO_3$ 20 | $HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| Растительные масла и продукты их переработки животные жиры в т ч сливочное масло (коровье сало) | 0,250 | $HNO_3$ - 15 | $HNO_3$ - 0,3<br>$H_2O_2$ - 0.1 |
| **Рыба** мясные молоко-питающие и беспозвоночные, продукты их переработки | 1,000 | $HNO_3$ - 20 | $HNO_3$ - 0.5<br>$H_2O_2$ - 0,5 |
| Икра | 0,500 | $HNO_3$ - 15 | $HNO_3$ - 0,5 |

вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют. Вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку. Вкладыш вынимают пинцетом из реакционной емкости, ставят на электроплитку, покрытую асбестом. Содержимое вкладыша упаривают досуха при температуре не выше 90°С, к остатку добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, нагревают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят раствор водой до метки.

4. Порядок подготовки проб биологических объектов

4.1 Пробоподготовка в однокамерной реакционной емкости (по рис. 2а)

Навеску пробы Б помещают в реакционную емкость, добавляют смесь реактивов А.

Для контрольного опыта в реакционную емкость помещают смесь реактивов А.

Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры 200°С и выдерживают при этой температуре в течение 3 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку. Раствор переносят в мерную колбу, разбавляют водой до объема 10 - 25 $см^3$.

4.2. Пробоподготовка в двухкамерной реакционной емкости (по рис. 2б)

Навеску пробы Б помещают во вкладыш, изготовленный из кварца, смачивают смесью реактивов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реактивов В.

Вкладыш размещают внутри реакционной емкости, содержащей смесь реактивов А. Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электонагреватель, предварительно прогретый до температуры 200 °С и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температу-

ры, разгерметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку. Вкладыш вынимают пинцетом из реакционной емкости. Раствор из вкладыша количественно переносят в мерную колбу, разбавляют водой до 10 - 25 $см^3$.

4.3. Пробоподготовка в многокамерной реакционной емкости (рис. 2в)

Многокамерная реакционная емкость предназначена для пробоподготовки одновременно 3 навесок пробы.

В держатель многокамерной реакционной емкости устанавливают 4 вкладыша-рюмочки.

Навеску пробы Б помещают во вкладыш-рюмочку, смачивают смесью реактивов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реактивов В.

В реакционную емкость наливают смесь реактивов А. Навинчивают на держатель крышку, закрывают крышкой реакционную емкость и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до 200°С и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют. Вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку, вынимают из держателя вкладыши-рюмочки. Растворы из вкладышей количественно переносят в мерные колбы, разбавляют водой до 10 - 25 $см^3$.

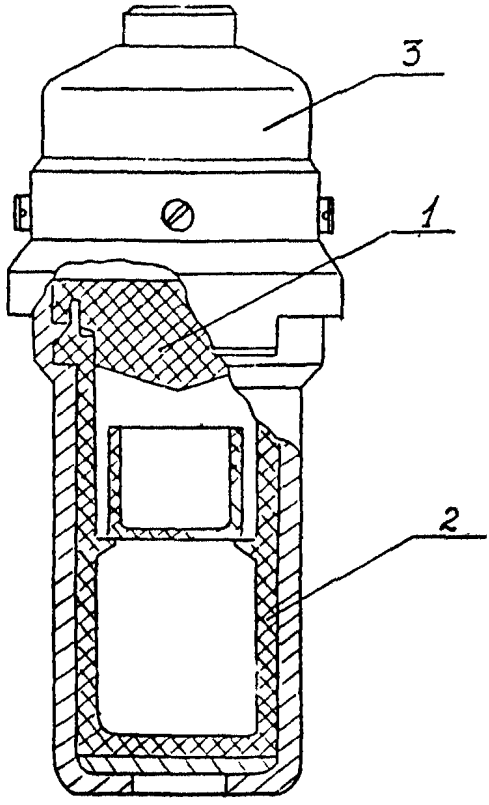



Рис. 1

1 - крышка реакционной емкости
2 - реакционная емкость
3 - металлический корпус

## РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ АНАЛИТИЧЕСКОГО АВТОКЛАВА

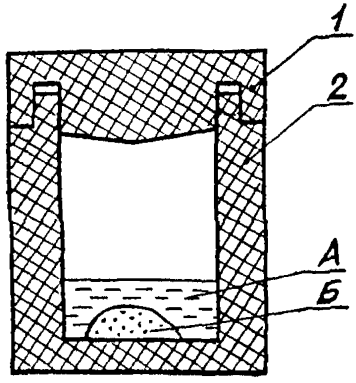



Рис. 2а

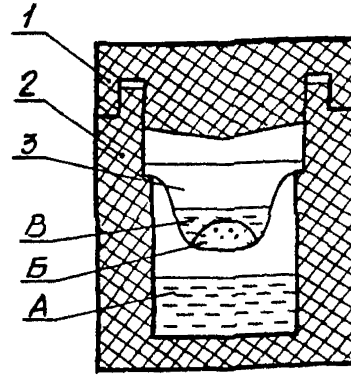



Рис. 2б

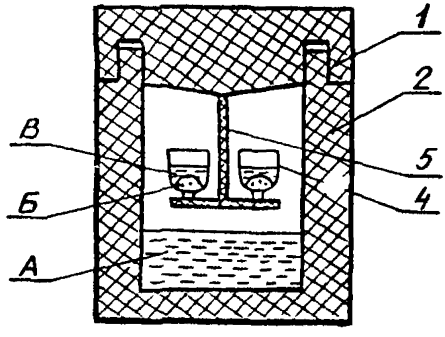



Рис. 2в

1 - крышка реакционной емкости
2 - реакционная емкость
3 - вкладыш
4 - вкладыш-рюмочка
5 - держатель

gost.e-ecolog.ru

смесь реактивов на дне реакционной емкости
В - навеска пробы
В - смесь реактивов во вкладыше для смачивания навески