

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

УДК 574.52:615.9

Временные методические рекомендации по определению некоторых химических элементов в гидробонтах 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. Овсянковым (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 гидробонтах и продуктах, вырабатываемых из них. Определение ртути следует проводить по ГОСТ 26927-86 "Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути".

1. 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 квету.

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.

Электронагреватель 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 см³ по ГОСТ 1770-74, П-2-10 и П-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 определенных содержаниях 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 зола должна быть 0,4...0,5 г), взятую с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевый тигель и высушивают при температуре 105°C; затем осторожно обугливают и озолотят в муфельной печи, медленно повышая температуру от 130 до 450°C. Поднимают температуру до 250...270°C постепенно: на 20...30°C, далее на 40...50°C; при этом необходимо избегать "дымления", так как с дымом возможны потери металлов. Образец выдерживают при температуре 450°C до получения однородно окрашенной золы светлого цвета. Если полученная зола содержит темные включения, после охлаждения смачивают ее азотной кислотой (1:1) и продолжают озоление до получения светлой золы. К охлажденной золе добавляют 5...10 см³ соляной кислоты (1:5), нагревают на электроплит-

ке до полного растворения, переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³ через обеззоленный фильтр и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Сухая минерализация для определения мышьяка. Навеску гомогенизированного образца (1...4 г для влажной рыбной ткани и 0,5 г для высушенной ткани), взятую с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевый тигель вместимостью 50...100 см³, добавляют 8 см³ водного раствора нитрата магния 500 г/дм³ и тщательно перемешивают с образцом. Образец высушивают при температуре 105°С, затем осторожно обугливают и озолят в муфельной печи, медленно повышая температуру до 450°С, избегая "дымления". Выдерживают образец при 450°С в течение 12 ч. После охлаждения растворяют золу в 10 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до 20 см³. Полученный раствор используют для определения мышьяка при помощи мышьякового анализатора.

Мокрая минерализация. Навеску исследуемого образца, подготовленного как описано выше, массой от 1,5 до 2,0 г, взятую с погрешностью не более 0,001 г, помещают в предварительно высушенную до постоянной массы широкогорлую коническую колбу вместимостью 50...100 см³ и высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 100...105°С. Высушенную навеску заливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, закрывают пробкой и оставляют на ночь. Азотную кислоту выпаривают из колбы до влажного состояния навески, затем трижды добавляют по 10 см³ дистиллированной воды, каждый раз выпаривая до влажного состояния образца.

Содержимое колбы переносят дистиллированной водой через фильтр в мерную колбочку вместимостью 25 см³, 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 мг·л⁻¹) 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, см³.

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 1 см³ 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 1 дм³ дистиллированной воды. Это — основной раствор. Рабочий раствор готовят разведением 5 см³ основного раствора дистиллированной водой до 100 см³ (в мерной колбе). 1 см³ 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 1 дм³ в азотной кислоте (1:100). Это основной раствор, который перед употреблением разбавляют той же кислотой в соотношения 1:100 и получают раствор, содержащий 10 мкг свинца в 1 см³.

Стандартный раствор мышьяка. 0,4160 г двузамещенного мышьяковокислого натрия ($Na_2HAsO_4 \cdot 7H_2O$) вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см³.

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 1 дм³. 1 см³ 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 см³ соляной кислоты, разбавленной в соотношения 1:1. Раствор перемешивают в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят объем до метки. 1 см³ 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 см³ концентрированной соляной кислоты, добавляют 2 см³ 350 г/дм³ раствора перекиси водорода. Раствор умеренно нагревают, добавляют 40 см³ концентрированной соляной кислоты, доводят объем до 1000 см³ (в мерной колбе) дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 100 мкг олова.

Стандартный раствор железа. 4,8267 г треххлористого железа ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), отвешенного с погрешностью не более 0,001 г растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в соляной кислоте (1:100) и получают раствор, содержащий в 1 см³ 1 мкг железа.

Стандартный раствор хрома. 2,8289 г двуххромовокислого калия растворяют в соляной кислоте 0,02 моль/дм³ в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки 1 см³ полученного раствора содержит 1000 мкг хрома.