

## Лабораторна робота № 2.6

### Атомно-абсорбційний метод аналізу

Метод заснований на випаровуванні азотнокислого розчину мінеральної частини, одержаної після мінералізації проби харчового продукту за ГОСТом 26929-86, в графітових електротермічних атомізаторах. Metали, що знаходяться в розчині мінеральної частини, під дією високої температури печі, яка нагрівається електричним струмом, переходять в атомний стан. Величина абсорбції світла при довжині хвилі, що відповідає резонансній лінії, пропорційна значенню концентрації металу в пробі.

#### Реактиви та обладнання.

Реактиви: державні стандартні зразки складу розчинів іонів металів; кислота нітратна (HNO<sub>3</sub>) х.ч. за ГОСТ 4461, концентрована та її розчини 10 % та 30 % в бідистильованій воді.

Обладнання: спектрофотометр атомно-абсорбційний з джерелами селективного випромінювання; колби мірні на 25, 100 та 1000 мл за ГОСТом 1770; піпетки мірні та автоматичні піпетки ємністю 0,01 – 0,05 мл.

Для проведення аналізу використовують реактиви кваліфікації "чистий для аналізу" (ч.д.а.) або "хімічно чистий" (х.ч.) та двічі дистильовану воду, одержану в скляному дистильаторі. Посуд та апаратуру промивають нітратною кислотою, розбавленою 1:1, потім ополіскують водопровідною водою та 2-3 рази промивають дистильованою водою. Робочі розчини зберігають у закритому скляному посуді.

Новий або сильно забруднений лабораторний посуд після звичайного миття в розчині будь-якого миючого засобу промивають проточною водою та ополіскують дистильованою водою. Безпосередньо перед використанням посуд промивають нітратною кислотою, після цього 3 – 4 рази ополіскують дистильованою водою.

#### Хід аналізу

##### Мінералізація проби.

Розкладання проб для визначення вмісту токсичних елементів звичайно проводиться з використанням сухої або мокрої мінералізації.

Сушу мінералізацію проводять прожаренням проби на повітрі. Вологий матеріал перед озоленням висушують, леткі розчинники видаляють випаровуванням при слабкому нагріванні або на водяній лазні.

Щоб окислення органічної речовини відбувалося спокійно, без розбрикування, тигель або чашку з пробою ставлять у холодну муфельну піч і поволі нагрівають до потрібної температури (звичайно зі швидкістю не більше 100°C за годину). При визначенні Плюмбуму, Кадмію, Цинку, Купруму робоча температура озолення не повинна перевищувати 450 °С, щоб уникнути втрат визначуваного елемента. Іноді додають речовини, що сприяють більш ефективному і швидкому окисленню і запобігають випаровуванню деяких компонентів золи.

Мокра мінералізація заснована на повному руйнуванні органічних речовин при нагріванні наважки проби з окисниками. Для цих цілей використовують концентровані сульфатну і нітратну кислоти з додаванням хлоридної кислоти або гідроген пероксида. Іноді наважки нагрівають лише з гідроген пероксидом. Розкладання проводять у скляному або кварцовому посуді, для нагрівання застосовують електричні плитки або піщані лазні. Суміш кислот додають невеликими порціями.

##### Побудова калібрувального графіка та аналіз.

Для побудови калібрувального графіка готують не менш як 5 розчинів порівнянь з різними концентраціями, котрі потім аналізують на спектрофотометрі. Графік будують, відкладаючи по осі абсцис концентрацію металу в розчинах порівняння в міліграмах на літр, по осі ординат-відповідні їм значення абсорбції. Для цього спочатку готують основні розчини шляхом розчинення 1 см<sup>3</sup> державного стандартного зразка розчину іону в 10% розчині нітратної кислоти у мірній колбі ємністю 1000 см<sup>3</sup>. Робочі розчини (розчини порівняння) одержують розведенням 10 % розчином нітратної кислоти основних розчинів в мірних колбах до необхідних концентрацій. Для кожного з металів, що визначають, слід приготувати декілька розчинів різних концентрацій (мінімум п'ять) для побудови калібрувальних графіків.

Допускається приготування основних розчинів (Купруму, Цинку, Плюмбуму, Кадмію та Стануму) як із металу, так і з стабільної солі цього металу, наприклад:

1) основний розчин Цинку, що має 1 мг Цинку в 1 см<sup>3</sup> розчину, готують таким чином: 1,000 г металічного цинку розчиняють в 50 см<sup>3</sup> 30% розчину нітратної кислоти в мірній колбі ємністю 1000 см<sup>3</sup> і доводять об'єм водою до мітки.

2) основний розчин Плюмбуму, що має 1 мг Плюмбуму в 1 см<sup>3</sup> розчину, готують таким чином: 1,599 г плюмбум нітрату розчиняють в воді в мірній колбі ємністю 1000 см<sup>3</sup>, додають 10 см<sup>3</sup> концентрованої нітратної кислоти доводять об'єм водою до мітки.

Лампи, довжину хвилі, ширину щілини монохроматору, програмування режимів роботи та інші параметри встановлюють відповідно з інструкцією до приладу.

Для визначення вмісту металу розчин проби в 10 % нітратної кислоти вводиться в прилад після побудови калібрувального графіка. Якщо розчин мінералізату буде більш концентрований, ніж розчин порівняння з найбільшою концентрацією, його розбавляють 10% розчином нітратної кислоти так, щоб сигнал поглинання розбавленого розчину виявився в лінійній області калібрувального графіка.

#### Розрахунки

Вміст металів (X) у міліграмах на кілограм проби розраховують за формулою:

$$X = \frac{K \cdot C \cdot V - C_x \cdot V_x}{m}$$

де: K - коефіцієнт розведення (K – V загальний / V аліквотний);

C - концентрація металу в розведеному розчині мінералізату, мг/кг ;

V - початковий об'єм розчину мінералізату, см<sup>3</sup>;

C<sub>x</sub> - концентрація металу в розчині контрольної проби, мг/кг;

V<sub>x</sub> - об'єм розчину контрольної проби, см<sup>3</sup>;

m - маса аналізованої проби, г.

#### **Контрольні запитання до лабораторної роботи 2.6**

1. На чому базується атомно-абсорбційний метод аналізу?
2. Які прилади використовуються в цьому методі?
3. Для чого проводять мінералізацію проби? Які види мінералізації ви знаєте?
4. Як будують калібрувальний графік?
5. Опишіть методику приготування розчинів.
6. Наведіть формулу для розрахунку вмісту металу в аналізованій пробі.