

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ В БИООБЪЕКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

В.И. Барсуков¹, О.А. Остапенко²

*Кафедры: «Физика» (1);
«Биомедицинская техника» (2), ФГБОУ ВПО «ТГТУ»;
oliaost156@mail.ru*

Ключевые слова и фразы: калибровочные и стандартные растворы; лампы с полым катодом; рабочая программа; характеристическая концентрация; электротермическая атомизация.

Аннотация: Разработаны методики определения некоторых микроэлементов в биообъектах растительного (различные корма) и животного (органы сельскохозяйственных животных) происхождения методом атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией пробы.

Введение. При разработке методик определения кобальта, никеля, меди, хрома и марганца в биообъектах растительного и животного происхождения по результатам проведенных исследований [1–5] применяют метод электротермической атомизации проб в укороченной печи с пиропокрытием и модификацией основы щавелевой кислотой. Используемая аппаратура представляет собой спектрометр, выполненный на базе монохроматора от СФ-4А с регистрацией аналитического сигнала интегрирующим цифровым вольтметром типа В2-23; источник монохроматического излучения – лампы с полым катодом типа ЛСП-1 и ЛСП-2.

Стандартные растворы при определении Co, Ni, Cu, Mn, Cr содержат по 100 мкг/мл каждого из элементов (исходная смесь). Основа стандартных растворов содержит по 0,02 мг/мл Al и Fe; 0,05 мг/мл Mg; по 0,2 мг/мл K, Na, Ca в 40%-м растворе смеси азотной и хлорной кислот 1 : 2. Условия и рабочая программа для электротермического атомизатора (ЭТА) при определении перечисленных элементов приведены в таблице.

Подготовка проб к анализу осуществлялась путем «мокрого» озоления 0,5 г сухого вещества в растворе смеси азотной и хлорной кислот с последующим нагревом при 200...250 °С до полного удаления бурых паров двуокиси азота. После охлаждения и фильтрации раствора его объем доводили до 15 мл дистиллированной водой.

Определение кобальта. При определении кобальта применяли атомизатор в виде укороченной печи с пиропокрытием. Источник монохроматического излучения – лампа с полым катодом типа ЛСП-1 ($\lambda_{Co} = 240,7$ нм). Ток в лампе $I = 20$ мА. Напряжение на фотоэлектронном умножителе ФЭУ-39А составляет $U = 800$ В. Длина волны для коррекции фона $\lambda_{\phi} = 239,3$ нм. Обдув печи инертным газом – аргоном, постоянный расход которого 0,5 л/мин. Диаметр светового пятна в центре печи – 2 мм.

Условия и рабочая программа ЭТА при определении Co, Mn, Ni, Cu, Cr

Параметры	Определяемые элементы				
	Co	Mn	Ni	Cu	Cr
Температура сушки T_1 , °C	100				
Время сушки τ , с	30				
Температура термической обработки пробы (ТОП) $T_{\text{топ}}$, °C	1100	1000	1100	800	1100
Время обработки $\tau_{\text{топ}}$, с	20	40			
Температура атомизации пробы $T_{\text{ат}}$, °C	2450	2500	2450	2500	2600
Время атомизации пробы $\tau_{\text{ат}}$, с	4		5		6

Для приготовления *стандартного* раствора 10 мл исходной смеси помещают в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки раствором основы. Полученный раствор содержит 10 мкг/мл Co.

В день проведения анализа готовят *калибровочные стандартные* растворы, для чего в четыре мерные колбы по 100 мл вносят 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мл стандартного раствора и доводят до метки раствором основы. Полученные растворы содержат 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/мл Co, что соответствует с учетом разбавления при «мокром» озолении проб 3, 6, 15 и 30 мг/кг Co в биообъектах растительного и животного происхождения.

При проведении анализа в целях снижения помех, связанных с неселективным поглощением комплексами сопутствующих компонентов и продуктами их пиролиза при термическом нагревании атомизатора, совместно с пробой вносят аликвоты 2 % (*m/V*) раствора щавелевой кислоты. Дозировку пробы осуществляют калиброванной микропипеткой, объем пробы 15 мкл.

Для построения калибровочных графиков при тех же условиях анализируют стандартные растворы. Содержание Co в пробе находят по графику.

Чувствительность определения 0,01 мкг/мл на 1 % поглощения.

Характеристическая концентрация при анализе образцов составила 0,12 мг/кг Co в сухом веществе.

Относительное стандартное отклонение результатов измерений (при $\rho = 0,95$; $n = 10$) на уровне содержания Co в образцах 3 мг/кг не превышает 6,4 %.

Определение никеля. Так же как для Co при определении Ni применили атомизатор в виде укороченной печи с пиропокрытием. Источник монохроматического излучения – лампа с полым катодом типа ЛСП-1 ($\lambda_{\text{Ni}} = 232,0$ нм). Ток в лампе $I = 200$ мА. Напряжение на фотоэлектронном умножителе ФЭУ-39А составляет $U = 500$ В. Длина волны для коррекции фона $\lambda_{\text{Ni}} = 231,4$ нм. Обдув печи инертным газом – аргоном, постоянный расход – 0,8 л/мин. Диаметр светового пятна в центре печи – 2,5 мм.

Для приготовления *стандартного* раствора 10 мл исходной смеси помещают в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки раствором основы. Полученный раствор содержит 10 мкг/мл Ni.

В день проведения анализа готовят *калибровочные стандартные* растворы, для чего в четыре мерные колбы по 100 мл вносят 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мл стандартного раствора и доводят до метки раствором основы. Полученные растворы со-

держат 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/мл Ni, что соответствует с учетом разбавления при «мокром» озолении проб 3, 6, 15 и 30 мг/кг Ni в растительных объектах и образцах биологического происхождения.

При проведении анализа (условия см. таблицу) в целях снижения помех, связанных с неселективным поглощением комплексами сопутствующих компонентов и продуктами их пиролиза при термическом нагревании атомизатора, совместно с пробой вносят аликвоты 2 % (m/V) раствора шавелевой кислоты. Дозировку пробы осуществляли калиброванной микропипеткой, объем пробы 15 мкл.

Для построения калибровочных графиков при тех же условиях анализируют стандартные растворы. Содержание Ni в пробе находят по графику.

Чувствительность определения 0,012 мкг/мл на 1 % поглощения.

Характеристическая концентрация при анализе растительных образцов и биообъектов животного происхождения составила 0,30 мг/кг Ni в сухом веществе.

Относительное стандартное отклонение результатов измерений (при $\rho = 0,95$; $n = 10$) на уровне содержания Ni в образцах 5 мг/кг не превышает 5,6 %.

Определение меди. Подготовка проб к анализу стандартных и калибровочных растворов, условия проведения атомизации такие же, что и для Co и Ni (см. таблицу). Лампа с полым катодом типа ЛСП-2, ток в лампе $I = 20$ мА, напряжение на ФЭУ-39А $U = 800 \dots 850$ В. Длина волны $\lambda_{Cu} = 324,8$ нм, длина волны для коррекции фона $\lambda_{\phi} = 323,1$ нм (линия Cu).

Дозировка пробы микропипеткой объемом 10 мкл. Обдув атомизатора аргонном с постоянным расходом 0,8 л/мин.

Характеристическое количество и предел обнаружения меди составили $40 \cdot 10^{-12}$ и $5 \cdot 10^{-12}$ г соответственно. Характеристическая концентрация меди в растительных образцах и биообъектах животного происхождения для данного метода составила 0,12 мг/кг сухого вещества. Относительное стандартное отклонение результатов измерений (при $\rho = 0,95$; $n = 10$) на уровне содержания 3 мг/кг меди не превышает 5,6 %.

Определение хрома. Подготовка проб к анализу, стандартных и калибровочных растворов, условия проведения атомизации такие же, что и для Co и Ni (см. таблицу). Лампа с полым катодом типа ЛСП-1 на Cr, ток в лампе $I = 20$ мА, напряжение на ФЭУ-39А $U = 800 \dots 850$ В. Длина волны $\lambda_{Cr} = 357,9$ нм, длина волны для коррекции фона $\lambda_{\phi} = 352,0$ нм (линия Cr).

Дозировка пробы микропипеткой объемом 15 мкл. Обдув атомизатора аргонном с постоянным расходом 1,0 л/мин.

Характеристическое количество и предел обнаружения хрома составили $50 \cdot 10^{-12}$ и $20 \cdot 10^{-12}$ г соответственно. Характеристическая концентрация Cr в анализируемых образцах для данного метода составила 0,10 мг/кг сухого вещества. Относительное стандартное отклонение результатов измерений (при $\rho = 0,95$; $n = 10$) на уровне содержания 2 мг/кг Cr не превышает 6,2 %.

Определение марганца. Подготовка проб к анализу стандартных и калибровочных растворов, условия проведения атомизации такие же, что и для Co и Ni (см. таблицу). Лампа с полым катодом типа ЛСП-1 на Mn, ток в лампе $I = 15$ мА, напряжение на ФЭУ-39А $U = 850$ В. Длина волны $\lambda_{Mn} = 279,5$ нм, длина волны для коррекции фона $\lambda_{\phi} = 280,1$ нм.

Дозировка пробы микропипеткой объемом 15 мкл. Обдув атомизатора аргонном с постоянным расходом 1,0 л/мин.

При подготовке калибровочных растворов в день проведения анализа в мерную колбу на 100 мл вносят 0,2; 0,4; 1,0 и 2,0 мл стандартного раствора и доводят

до метки раствором основы. Полученные растворы содержат 0,02; 0,04; 0,10 и 0,20 мкг/мл Mn, что соответствует 0,6; 1,2; 3,0 и 6,0 мг/кг Mn в растительных объектах (корма) и биообъектах животного происхождения.

Характеристическое количество и предел обнаружения Mn составили $5 \cdot 10^{-12}$ и $0,5 \cdot 10^{-12}$ г соответственно. Характеристическая концентрация марганца составила 0,015 мг/кг сухого вещества. Относительное стандартное отклонение результатов измерений (при $\rho = 0,95$; $n = 10$) на уровне содержания 0,2 мг/кг Mn не превышает 5,7 %.

Вывод. Проведены исследования и разработаны методы определения Co, Ni, Cu, Mn в биологических (внутренние органы животных, различные корма) объектах методом атомной абсорбции с применением в качестве атомизатора пробы укороченную графитовую печь с пиропокрытием. Чувствительность определения элементов в названных объектах, в среднем, не хуже $n \cdot 10^{-8}$ %.

Список литературы

1. Барсуков, В.И. Пламенно-эмиссионные и атомно-абсорбционные методы анализа и инструментальные способы повышения их чувствительности / В.И. Барсуков. – М. : Машиностроение-1, 2004. – 171 с.

2. Барсуков, В.И. Особенности сушки пробы при атомно-абсорбционном определении элементов в жидких пробах / В.И. Барсуков, Б.Н. Иванов, А.А. Емельянов // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2003. – Т. 9, № 2. – С. 271–276.

3. Барсуков, В.И. Исследование спектроаналитических характеристик прибора для определения цинка, магния и меди в сточных водах методом атомно-абсорбционной спектроскопии / В.И. Барсуков, Б.Н. Иванов, Ю.П. Ляшенко // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2001. – Т. 7, № 4. – С. 641–650.

4. Барсуков, В.И. О некоторых экспериментальных исследованиях спектроаналитических характеристик рабочих элементов электротермического атомизатора / В.И. Барсуков, Б.Н. Иванов // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2002. – Т. 8, № 2. – С. 316–320.

5. Барсуков, В.И. О некоторых параметрах процесса испарения пробы с поверхности электротермического атомизатора / В.И. Барсуков // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2006. – Т. 12, № 3А. – С. 760–764.

Determination of Trace Elements in Biological Objects of Vegetable and Animal Origin

V.I. Barsukov¹, O.A. Ostapenko²

*Departments: "Physics" (1); "Biomedical Technology" (2), TSTU;
oliaost156@mail.ru*

Key words and phrases: electrothermal atomization; gauge and standard solutions; hollow cathode lamps; intrinsic concentration; operating software.

Abstract: The paper describes methods for determination of certain trace elements in biological objects of vegetable (different foods) and animal (organs of farm animals) origin by atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization.

Bestimmung der Mikroelemente in den Bioobjekten der Pflanzen- und Tierherkunft

Zusammenfassung: Es sind die Methodiken der Bestimmung der einigen Mikroelemente in den Bioobjekten der Pflanzen- (verschiedene Futter) und Tierherkunft (die Organe der Landtiere) von der Methode der atomabsorbierenden Spektrometrie mit der elektrothermischen Atomisierung der Probe entwickelt.

Définition des microéléments dans les bioobjets de l'origine végétale et animale

Résumé: Sont élaborées les méthodes de la définition de quelques microéléments dans les bioobjets de l'origine végétale (différents fourrages) et animale (organes des animaux agricoles) par la méthode de la spectrométrie d'atome et d'absorption avec une atomisation électrométrique d'essai.

Авторы: *Барсуков Владимир Иванович* – кандидат технических наук, доцент кафедры «Физика»; *Остапенко Ольга Александровна* – магистрант кафедры «Биомедицинская техника», ФГБОУ ВПО «ТГТУ».

Рецензент: *Килимник Александр Борисович* – доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой «Химия», ФГБОУ ВПО «ТГТУ».
