

(11) Patent numeris: **3630**

Int.Cl.⁵: **G01N 21/74**

(21) Paraiškos numeris: **IP1756**

(22) Paraiškos padavimo data: **1994 01 04**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 07 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 01 25**

(72) Išradėjas:

Olegas Abdrachmanovas, LT

Stanislovas Ryselis, LT

Nijolė Savickienė, LT

(73) Patent savininkas:

Kauno medicinos akademijos biomedicininų tyrimų institutas, Eivenių g. 4, 3007

Kaunas, LT

(74) Patentinis patikėtinis:

Vytautas Guobys, 10, p/d 1392, 2056 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Sunkiųjų amfoterinių metalų kiekio nustatymo būdas augalinėje žaliavoje

(57) Referatas:

Išradimas priskiriamas analizinei chemijai ir gali būti naudojamas nustatant švino, cinko, kadmio ir kitų amfoterinių sunkiųjų metalų kiekį augalinėje žaliavoje.

Išradimo tikslas - padidinti tyrimo rezultatų tikslumą ir spektrofotometro termografinės krosnies ilgaamžiškumą.

Būdas susideda iš augalinės žaliavos mėginio mineralizacijos autoklavo rūgštis terpėje ir atominės absorbcinės spektrofotometrinės analizės termografinėje krosnyje. Nauja yra tai, kad minėtas mėginys mineralizuojamas 2-6% sieros rūgštimi 24-50 valandų prie 40-70°C, po to - 5-12% natrio šarmu 4-8 valandas prie 140-175°C esant tokiems mėginio ir reagentų kiekiams, svorio dalimis:

mėginys - 0,2-0,5

sieros rūgštis - 5,1-10,4

natrio šarmas - 5,3-13,6.

Išradimas priskiriamas analizinei chemijai ir gali būti naudojamas nustatant amfoterinių sunkiųjų metalų, tokių kaip švinas, kadmio, cinkas, kiekį augalinėje žaliavoje.

5

Švinas, kadmio - dideliu toksiškumu pasižymintys metalai, kiti elementai, kaip cinkas, varis, gali katalizuoti daugelio veikliųjų medžiagų suirimą. Todėl, analizuojant augalinės žaliavos kokybę, būtina įvertinti užterštumą šiais sunkiais metalais.

10

Sunkiųjų metalų kiekiui įvairios kilmės organinėse matricose nustatyti plačiai naudojama termografitinė absorbcinė spektrofotometrija, paremta suardytų, t.y. mineralizuotų, organinės matricos elementų analize (The destruction of organic matter/by T. T. Gorsuch. - Pergamon Press Ltd., 1970. - P. 19-39).

15

Analizinėje chemijoje naudojami įvairūs organinės matricos suardymo metodai (Fresenius Z. Anal. Chem. 327, 679-683 (1987). Žinoma "sausą" mineralizacija, kai augalinė žaliava platininiuose ar kvarciniuose induose sudeginama esant 450-500°C temperatūrai (šiuo atveju galimi dideli kadmio (Cd), švino (Pb), cinko (Zn) išlėkimo nuostoliai). Pelenai tirpinami azoto rūgštyje ir analizuojami.

20

25

Taikoma ir "drėgną" mineralizacija, kurios metu įvairiais tirpikliais (konc. chloro r. (HClO_4), azoto r. (HNO_3), perhidrolis (H_2O_2), druskos r. (HCl), sieros r. (H_2SO_4) bei jų mišiniais, esant atitinkamoms temperatūroms augalinė žaliava "pervedama" į tirpalą (Z. Anal. Chem. 260, 207-209 (1972) ir Farmacija. - 1990. - Nr. 2. p. 51-54).

30

35

Visuose minėtuose mineralizacijos būduose naudojamos rūgštys, todėl gaunami mineralizatai yra stipriai oksid-

dacinėje terpėje, kuri yra agresyvi ir dėl to ardo analizei naudojamos aparatūros termografitinės krosnies darbinį paviršių.

- 5 Pagal techninę esmę ir gaunamą efektą artimiausias sunkiųjų amfoterinių metalų kiekio nustatymo būdas augalinėje žaliavoje (Farmacija. - 1990. - Nr. 2. p. 51-54.) susideda iš augalinės žaliavos mėginio mineralizacijos autoklave ir atominės absorbcinės spektrofotometrinės analizės termografitinėje krosnyje. Minėtąją autoklavą sudaro uždaras tefloninis indelis, įmontuotas į metalinį korpusą. Specialios veržlės pagalba palai-
10 komas hermetiškumas ir atitinkamas slėgis. Į tefloninį indelį įpilama apie 750 μ l koncentruotos azoto rūgšties, pridedama 50 mg augalinės žaliavos pavyzdžio ir
15 3 valandas kaitinama, esant 150°C temperatūrai. Po to pridedama 125 μ l koncentruotos chloro rūgšties ir dar dvi valandas kaitinama toje pačioje temperatūroje.
- 20 Šiuo būdu gautas mineralizatas taip pat yra agresyvus ir todėl intensyviai ardo spektrofotometro termografitinės krosnies atomizatoriaus paviršių. Be to, tai sukelia mineralizato kontaminacinę taršą ir, tuo pačiu, mažina tyrimų tikslumą.
- 25 Išradimo tikslas - padidinti tyrimų rezultatų tikslumą ir spektrofotometro termografitinės krosnies ilgaamžiškumą.
- 30 Nurodytas tikslas pasiekiamas tuo, kad žinomame sunkiųjų metalų kiekio nustatymo augalinėje žaliavoje būde, susidedančiame iš augalinės žaliavos mėginio mineralizacijos autoklave rūgšties terpėje ir atominės absorbcinės spektrofotometrinės analizės termografitinėje krosnyje, minėtas mėginys mineralizuojamas 2-6 %
35 sieros rūgštimi 24-25 valandas 40-70°C temperatūroje, o po to - 5-12 % natrio šarmu 4-8 valandas 140-175°C

temperatūroje, esant tokiems mėginio ir reagentų kiekiams, svorio dalimis:

mėginys - 0,2-0,5

5 sieros rūgštis - 5,1-10,4

natrio šarmas - 5,3-13,6.

Tiriama augalinė žaliava mineralizuojama tokiu būdu.

- 10 0,1-0,5 g augalinės žaliavos talpinama į autoklavo tefloninį indelį, užpilama 5,1-10,4 g 2-6 % sieros rūgštimi ir laikoma 24-50 valandų, esant 40-70°C temperatūrai. Po to pridedama 5,3-13,6 g 5-12 % natrio šarmo ir laikoma 20-30 valandų kambario temperatūroje. Po to
- 15 tefloninis indelis išstatomas į metalinį korpusą, hermetizuojamas ir laikomas 4-8 valandas, esant 140-175°C temperatūrai. Atvėsinus, autoklavas išmontuojamas, o indelyje esantis mineralizatas praskiedžiamas bidistiliuotu vandeniu iki 10 µl. Paimti mėginiai toliau
- 20 skiedžiami nuo 5 iki 30 kartų ir analizuojami atomizatoriuje klasikiniu "priedų" metodu. Tam tikslui 15-20 µl atskiesto mineralizato automatinės pipetės pagalba įlašinama į atominio-absorbcinio spektrometro grafitinės krosnies atomizatorių, pagamintą, pavyzdžiui, pagal
- 25 TSRS aut. liud. Nr. 1649394. Kaitinant automatizatorių mineralizatas išgarinamas. Pasiekus atomizacijos temperatūrą, molekulės skyla į atomus. Toliau spektrometru matuojamas atominės absorbcijos dydis. Lyginant gautus atominės absorbcinės spektrofotometrijos signalus su
- 30 etaloniniu spektru, nustatomas tiriamų metalų kiekis mėginyje.

- Optimalioms būdo įgyvendinimo sąlygoms nustatyti buvo
- ištirta reagentų ir augalinės žaliavos kiekių, tempe-
- 35 ratūros režimų ir mineralizacijos trukmės įtaka jos pilnumui (žr. lentelę).

Mineralizacijos variantai

Varianto Nr.	1	2	3	4	5
Reagentų kiekiai, masės dalimis:					
sieros rūgštis	3	5,1	8,2	10,4	12,6
natrio šarmas	2,1	5,3	11,1	13,6	16,1
Reagentų koncentracija, %:					
sieros rūgšties	1	2	3	6	8
natrio šarmo	3	5	10	12	14
Laikymo sąlygos sieros rūgšties terpėje:					
laikas, val.	12	24	48	50	72
temperatūra, °C	30	40	60	70	80
Laikymo sąlygos natrio šarmo terpėje:					
laikas, val.	10	20	24	30	35
kaitinimo laikas, val.	2	4	6	8	18
temperatūra, °C	100	140	170	175	180
Žaliavos kiekiai, masės dalimis					
	0,1	0,2	0,4	0,5	0,6

5 Pagal pirmąjį variantą paruoštame mineralizate matosi nesuardytos žaliavos dalelės, todėl neįmanoma tiksliai nustatyti metalų kiekius.

10 Penkto varianto sąlygos neekonomiškos laiko atžvilgiu, per aukšta laikymo temperatūra, nes apsilydo tefloniniai vamzdeliai.

Pagal antrą, trečią ir ketvirtą variantą gaunami pilnai mineralizuotos žaliavos tirpalai. Tai garantuoja analizės rezultatų tikslumą ir patikimumą.

Ši analizuojamo tirpalo šarminė terpė perveda amfoterinius metalus (Cd, Pb, Zn) į kadmiatus, pliumbitus ir cinkatus, o kitus pavyzdyje esančius metalus į nelakius hidroksidus ir hidroksido druskas. Tai leidžia išvengti Cd, Pb, Zn chloridų, oksalatų ir kt. junginių netekimo, kaip tai vyksta naudojant organinės matricos garinimo bei pirolizės būdą, kuomet temperatūra grafitinėje krosnyje pasiekia 400-600°C. Iš kitos pusės, mineralizate susidaręs natrio sulfato ir natrio šarmo mišinys nėra stipriai oksiduojantis ir atomizacijos temperatūrų intervale (1200-2300°C) žymiai mažiau ardo termografitinio atomizatoriaus paviršių, gaunami tikslesni rezultatai, įrangos darbas prailgėja iki 300 bandymų, vietoje 50-100, t.y. 3-6 kartus.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Sunkiųjų amfoterinių metalų kiekio nustatymo būdas augalinėje žaliavoje, susidedantis iš augalinės žaliavos mėginio mineralizacijos autoklave rūgšties terpėje ir atominės absorbcinės spektrofotometrinės analizės termografitinėje krosnyje, b e s i s k i - r i a n t i s t u o , k a d m i n ė t ą m ě g i n į m i n e r a l i z u o j a 2-6% sieros rūgštimi 24-50 valandų prie 40-70°C, o p o t o - 5-12% natrio šarmo 4-8 valandas prie 140-175°C esant tokiems mėginio ir reagentų kiekiams, svorio dalimis:

mėginys - 0,2-0,5

15 sieros rūgštis - 5,1-10,4

natrio šarmas - 5,3-13,6.