

Descriere:

Invenția se referă la chimia biologică, în special la metoda de determinare a microelementelor în materiale biologice și poate fi folosită pentru studierea distribuției, acumulării și separării stronțului în hidrobionți.

Este cunoscută metoda de determinare a stronțului în materialele biologice, conform căreia speciile selectate pentru pregătirea eșantioanelor și etaloanelor se calcinează într-un cuptor cu mufă la temperatura de 450°C și se amestecă cu bază spectrală ce conține carbon și un complex de săruri de cupru CuSO_4 , unde Cu servește drept standard interior. Se pregătesc brichete care sunt amplasate în spectrograf pe suprafața unor electrozi speciali și se ard în întregime în arc în curent continuu cu intensitatea de 7 A. Se folosește traiectoria analitică a stronțului 4601.33 Å și 3464.5 Å, în calitate de standard interior servește traiectoria cuprului 4704.59 Å sau a paladiului - 3460.8 Å. Se utilizează spectrograful cu rețea de difracție. Spectrele obținute se supun fotometriei și în funcție de intensitatea înnegrii liniilor spectrale se trasează diagrame, conform cărora se estimează concentrația stronțului [1].

Dezavantajele acestei metode constau în aceea că nu asigură o precizie înaltă pentru determinarea stronțului într-o cantitate mică de material biologic folosit, de exemplu, în hidrobionți, și costul înalt al acesteia.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în sporirea gradului de precizie la determinarea stronțului în materiale biologice, în special în hidrobionți, și reducerea prețului de cost al procedurii.

Metoda, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că include selectarea speciilor, pregătirea eșantioanelor și a etaloanelor, arderea acestora în spectrograf în arc electric, fotometria spectrelor și estimarea rezultatelor obținute, folosind pentru pregătirea eșantioanelor și a etaloanelor bază spectrală ce conține carbon, sulfat de potasiu și sulfat de ceriu în raportul C : K_2SO_4 : Ce respectiv de 2 : 1 : 0,006, unde ceriul este utilizat în calitate de standard interior.

Praf de cărbune și potasiul contribuie la debitul uniform de metale în flacăra arcului, reduce fracționarea eșantionului, stabilizează temperatura flăcării și înlătură influența altor componente ale eșantionului, ceea ce condiționează arderea lui completă. Ca urmare a arderii complete a eșantionului crește esențial precizia determinării stronțului în materialul supus examinării, chiar dacă acesta se prezintă în cantități mici. Utilizarea ceriului în calitate de standard interior reduce substanțial costul procedurii de determinare, mai mult decât atât, ceriul poate fi un standard interior și pentru alte metale care pot fi determinate în același eșantion împreună cu stronțul.

Metoda prezintă și alte avantaje: simplitatea executării, sensibilitatea înaltă, posibilitatea de a utiliza reactivi și echipament accesibili, prin urmare, de a aplica metoda în analize masive.

Așadar, rezultatul tehnic al invenției constă în asigurarea arderii complete a eșantionului în spectrograf.

Metoda se realizează în modul următor. Speciile de hidrobionți selectate de curând (moluște, hidrofite, zooplanctone, pești) se clătesc în apă naturală, se usucă ușor pe hârtie de filtru, se cântăresc, apoi se usucă în etuvă la temperatura de 80 - 105°C până la obținerea unei greutate constante pentru a determina procentul de umiditate. Speciile se mărunțesc și se calcinează într-un cuptor cu mufă la temperatura de cel mult 500°C, timp de 4-5 ore până la arderea completă a substanțelor organice. Cenușa obținută se mărunțește până la starea pulverulentă, se prelevează cantitatea necesară cântărită și se amestecă cu baza spectrală.

În cadrul pregătirii bazei spectrale și a etaloanelor este necesar de a respecta unele norme speciale, și anume de a folosi reactivii de marcă deosebit de puri sau chimic puri, în cazul în care ei sunt purificați în prealabil. Cel mai dificil este de a selecta baza spectrală. În prezenta invenție s-a decis să se folosească baza constituită din praf de cărbune C, sulfat de potasiu K_2SO_4 și sulfat de ceriu $\text{Ce}(\text{SO}_4) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ în următorul raport: C : K_2SO_4 : Ce = 2 : 1 : 0,006. Baza spectrală se pregătește în modul următor. Pentru a obține 15 g de bază se cântăresc 10 g praf de cărbune din electrozi de cărbune și 5 g sulfat de potasiu și se amestecă timp de 10 min într-un mojar de agat, amestecul se varsă într-o cupă de cuarț și se toarnă 1 ml soluție de sulfat de ceriu conținând 30 mg Ce, astfel încât soluția să nu nimerescă pe pereții cupei, apoi se adaugă 3 - 4 picături de glicerină. Soluția de sulfat de ceriu se prepară astfel: se cântăresc 4.31 g $\text{Ce}(\text{SO}_4) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ și se transferă într-un balon gradat de 50 ml cu 10 ml acid nitric concentrat, se umple cu apă bidistilată până la ultimul reper. Amestecul se usucă ușor într-o etuvă, apoi cupa cu baza se menține în cuptorul cu mufă la temperatura de 350°C, timp de 20 min. După ce baza se răcește, ea se transferă în mojarul de agat, se triturează și se amestecă cel puțin o oră. În fine, se verifică puritatea bazei și se păstrează în fiole cu dop rodat.

Pentru pregătirea etaloanelor se prepară o soluție de nitrat de stronțiu cu o concentrație de 4 mg Sr la 1 ml, în acest scop se cântăresc 1.93 g de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ în balonul gradat de 200 ml, se dizolvă și se adaugă apă bidistilată până la atingerea reperului. În cupa de cuarț se cântăresc 9.6 g bază spectrală și se adaugă 1.6 ml soluție de nitrat de stronțiu, astfel încât soluția să nu stropescă pereții cupei, se adaugă 2 - 3 picături de glicerină, cupa se amplasează în etuvă pentru uscarea ușoară, se introduce în cuptorul cu mufă și se menține acolo 20 min la temperatura de 350°C, apoi se răcește și se transferă în mojarul de agat, se triturează și se amestecă cel puțin o oră. Primul etalon are o concentrație de stronțiu de 80 μg la 120 mg bază spectrală. Ulterior, prin dizolvare succesivă cu baza în două, se obțin etaloane cu concentrațiile de 40, 20, 10 și 5 μg, amestecând fiecare rație timp de cel puțin o oră. Etaloanele se supun verificării prin fotometria spectrelor lor și dacă punctele a cinci etaloane se aștern pe linie dreaptă, atunci ele sunt utile pentru exploatare.

După caz, etaloanele se pregătesc simultan pentru câteva metale și, în primul rând, pentru acele metale pentru care ceriul servește, de asemenea, drept element de comparare, anume pentru Ni, Co, Cd, Zn, Cu, Al, Ti, V, Mo, Sn etc., în acest scop împreună cu soluția de stronțiu adăugându-se cantități doze de soluție de săruri ale metalelor sus-numite.

Eșantioanele și etaloanele pregătite se ard în spectrograful CTY-1 în arc electric, condițiile de ardere fiind următoarele: intensitatea curentului - 14 A, tensiunea - 220 V, distanța între electrozi - 3 mm, diafragma - 2 mm, fanta - 0.008 mm, timpul de expunere - 60 s, spectrele se înregistrează pe plăci de tipuri spectrografice I. Apoi spectrele se supun fotometriei în microfotometrul IÖ-4. În funcție de înnegrirea liniilor spectrale se construiesc diagrame, conform cărora se estimează rezultatele obținute.

Exemplul 1. Eșantionul proaspăt prelucrat de hidrobiont (moluște) se spală în apă, se usucă ușor pe hârtie de filtru, se separă cochilia de la țesuturile moi, se cântăresc și se usucă în etuvă la temperatura de cel mult 105°C până la obținerea unei greutate constante cu scopul determinării umidității. După aceasta eșantioanele se mărunțesc în mojar până la o stare pulverulentă, se cântărește o cantitate de cochilie de 300 mg, țesuturi moi - 400 mg și acestea se ard în cuptorul cu mufă la temperatura de cel mult 500°C până când substanțele organice ard complet. După răcire în exsicator eșantioanele se cântăresc, scopul fiind determinarea procentului de cenușă în cantitatea cântărită. Se iau 60 g cenușă de cochilie, 30 g cenușă de țesuturi moi, fiecare din acestea fiind amestecată timp de 15 min în mojar de agat cu 120 mg bază spectrală ce conține carbon, sulfat de potasiu și sulfat de ceriu în raportul componentelor de 2:1:0,006. Astfel, eșantioanele sunt pregătite pentru ardere în spectrograf.

Cu eșantionul obținut se umplu 3 electrozi de cărbune și se ard în spectrograful CTY-1 la o intensitate a curentului de 14 A, tensiune de 220 V, distanța între electrozi - 3 mm, diafragma - 2 mm, fanta - 0.008 mm, timpul de expunere - 60 s. Parametrii sus-numiți se reglează în regim automat cu ajutorul generatorului universal ÓÃÝ-4. Spectrele se înregistrează pe plăci de tipuri spectrografice 1. Pe aceeași placă se ard câte 3 electrozi de 4 etaloane cu concentrații de 40, 20, 10 și 5 μg stronțiu la 120 mg bază. Spectrele se supun fotometriei în microfotometrul ÎÔ-4. Aici se folosește o pereche de linii spectrale de stronțiu și ceriu, respectiv, 3464,5 și 3372,89 Å. În funcție de intensitatea înnegrii liniilor spectrale ale etaloanelor se trasează diagramele în coordonatele ΔS -lgC, în care ΔS reprezintă înnegrirea liniei de stronțiu scăzând înnegrirea liniei de ceriu, iar C este concentrația stronțiului în etalon. Pe baza valorii ΔS în eșantioane, conform diagramei, se determină logaritmul concentrației stronțiului în eșantion. Obținând concentrația stronțiului în cenușă, se efectuează estimarea nivelului acesteia în substanță uscată sau umedă.

Exemplul 2. Se alege eșantionul de zooplancton (dafnii) și se pregătesc speciemenle după cum este indicat în exemplul 1. Se cântăresc 10 mg cenușă și 60 mg bază spectrală ce conține carbon, sulfat de potasiu și sulfat de ceriu în raportul componentelor de 2:1:0,006 și se amestecă, apoi compusul obținut se arde în spectrograf și spectrele se supun fotometriei în microfotometru.

Exemplul 3. Se analizează eșantioanele organelor și țesuturilor de pește, hidrofite și alți hidrobionți ca în exemplul 1. Însă dacă cantitatea cântărită de cenușă e mai mică de 10 mg, atunci se reduce și cantitatea cântărită de bază spectrală, dar în acest caz ea trebuie să fie de cel puțin 60 mg, întrucât anume o asemenea cantitate face posibilă arderea repetată a fiecărui eșantion de cel puțin trei ori.

Astfel, din cele expuse anterior reiese că metoda propusă este caracterizată prin simplitatea executării, sensibilitatea și precizia înaltă.