



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1518768 A1

(51)4 G 01 N 27/48

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

- (21) 4372585/30-25
(22) 01.02.88
(46) 30.10.89. Бюл. № 40
(71) Научно-исследовательский институт животноводства Лесостепи и Полесья СССР
(72) Н.А.Романов, С.С.Варчук и Л.М.Шатохина
(53) 543.253(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 502303, кл. G 01 N 27/48, 1976.
Авторское свидетельство СССР № 1022037, кл. G 01 N 27/48, 1983.
(54) СПОСОБ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОБАЛЬТА В БИОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

2

- (57) Изобретение относится к области аналитической химии и может быть использовано для определения микроколичества кобальта в биологических материалах. Цель изобретения - повышение чувствительности и экспрессности анализа. Цель достигается тем, что сухой остаток после выпаривания соляной кислоты растворяют в 0,5-2,5 М водном растворе пиридина. Затем вводят 10^{-2} - $5 \cdot 10^{-2}$ М йодат-ионов и определяют кобальт по высоте пика в каталитической системе кобальт-диметилглиоксим-йодат-ионы-пиридин в интервале потенциалов от -0,6 до -1,2 В. 2 табл.

Изобретение относится к аналитической химии, в частности к способам полярографического определения микроколичеств кобальта в сложных биологических материалах.

Цель изобретения - повышение чувствительности и экспрессности определения кобальта.

В изобретении используют пиридин при концентрации от 0,5 до 2,5 М и йодат-ионы при концентрации от $1 \cdot 10^{-2}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ М. Данные интервалы концентраций пиридина и йодат-ионов установлены опытным путем и являются оптимальными. При концентрации пиридина меньше, чем 0,5 М, определению кобальта мешает появляющаяся при -1,0 В волна восстановления йодат-ионов, при концентрации пиридина больше, чем 2,5 М, недостаточна растворимость йодат-ионов.

При концентрации йодат-ионов меньше, чем $1 \cdot 10^{-2}$ М, снижается величина каталитического тока восстановления водорода и не удается получить чувствительность определения кобальта, равную 0,0002 мг/л. Использование концентрации йодат-ионов больше, чем $5 \cdot 10^{-2}$ М, не представляется возможным в связи с ограниченной растворимостью йодатов металлов в водно-пиридиновых растворах.

Пример 1. Определение кобальта в искусственных растворах с добавками и без добавок железа, алюминия, цинка, никеля и меди (на универсальном полярографе ПУ-1).

1-5 мл раствора кобальта с добавками и без добавок железа, алюминия, цинка, никеля и меди упаривают досуха, растворяют в 4-5 мл 0,5-2,5 М водного раствора пиридина, добавля-

(19) SU (11) 1518768 A1

ют 0,1-0,3 мл 5%-ного раствора аммиака и диметилглиоксим до концентрации $2 \cdot 10^{-3}$ М, вводят иодат-ионы до концентрации 10^{-2} - $5 \cdot 10^{-2}$ М и регистрируют полярограмму в области потенциалов от -0,6 до -1,2 В в условиях дифференциальной импульсной или переменного-токовой полярографии. Содержание кобальта находят по максимуму величины каталитического тока восстановления водорода с использованием калибровочного графика или метода добавок.

Результаты определения кобальта в искусственных растворах приведены в табл.1 (при выборке $n = 10$).

П р и м е р 2. Определение кобальта в биологических материалах.

1-5 г биологического материала разлагают сжиганием и обработкой полученного остатка 2-5 мл азотной кислоты, растворяют в соляной кислоте, выпаривают соляную кислоту, сухой остаток после выпаривания соляной кислоты растворяют в 4-5 мл 0,5-2,5 М водного раствора пиридина, добавляют 0,1-0,3 мл 5%-ного аммиака и диметилглиоксим до концентрации $2 \cdot 10^{-3}$ М, вводят иодат-ионы до концентрации 10^{-2} - $5 \cdot 10^{-2}$ М и регистрируют полярограмму в области потенциалов от -0,6 до -1,2 В в условиях дифференциальной импульсной или переменного-токовой полярографии. Содержание кобальта находят по максимуму величины каталитического тока восстановления водорода с использованием калибровочного графика или методом добавок.

Результаты определения кобальта в биологических материалах приведены в табл.2 ($n = 10$).

Чувствительность определения кобальта равна 0,0002 мг/кг, что достаточно для анализа любых биологических материалов, при этом определению кобальта не мешают сопутствующие металло-ионы в значительных

избытках, а именно, железо, алюминий, цинк, никель, медь.

Способ позволяет проводить определения кобальта в различных биологических материалах с высокой чувствительностью, равной 0,0002 мг/кг. Определению кобальта не мешают 1000000-кратные избытки железа и алюминия и 20000-кратные избытки цинка, никеля и меди, что позволяет исключить предварительные операции по отделению этих элементов и сократить время анализа в 2 раза по сравнению с известным способом.

Это дает возможность широко использовать изобретение в сельскохозяйственном производстве, а также в отраслях народного хозяйства, занятых производством пищевых продуктов, и здравоохранении для контроля содержания микроколичеств кобальта в кормах, продуктах питания и других биологических материалах.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ полярографического определения кобальта в биологических материалах, включающий разложение пробы с последующей обработкой соляной кислотой, выпаривание соляной кислоты, введение диметилглиоксима, добавление аммиака и определение кобальта по каталитическому току восстановления водорода, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности и экспрессности анализа, сухой остаток после выпаривания соляной кислоты растворяют в (0,5-2,5)М водном растворе пиридина, вводят (10^{-2} - $5 \cdot 10^{-2}$)М иодат-ионов, а концентрацию кобальта определяют по высоте пика в каталитической системе кобальт-диметилглиоксим-иодат-ионы-пиридин в интервале потенциалов от -0,6 до -1,2 В.

Т а б л и ц а 1

Концентрация кобальта, 10^3 , М	Сопутствующее вещество	Концентрация сопутствующего вещества, 10^2 , М	Найдено кобальта, 10^3 , М	Относительное квадратичное отклонение
0,34 (0,00020 мг/л)	-	-	0,36 (0,00021 мг/л)	0,08
0,68	-	-	0,70	0,06
1,70	-	-	1,74	0,03
1,70	Железо	2,00	1,61	0,10
1,70	Алюминий	2,00	1,65	0,08
1,70	Цинк	0,04	1,74	0,04
1,70	Никель	0,04	1,75	0,07
1,70	Медь	0,04	1,60	0,06

Т а б л и ц а 2

Биологический объект	Способ определения	Введено кобальта, мг/кг	Найдено кобальта, мг/кг	Относительное стандартное отклонение
Люцерна (сухое вещество)	Предлагаемый	Без добавки	0,307	0,06
То же	То же	0,200	0,511	0,04
То же	Прототип	Без добавки	0,295	0,09
То же	То же	0,200	0,480	0,07
Молоко коровы	Предлагаемый	Без добавки	0,00060	0,09
То же	То же	0,00020	0,00079	0,08
То же	Прототип	Без добавки	Не обнаружено	-
То же	То же	0,00020	Не обнаружено	-
Мышцы скелетные коровы	Предлагаемый	Без добавки	0,0022	0,08
То же	То же	0,0030	0,0049	0,06
То же	Прототип	Без добавки	Не обнаружено	-
То же	То же	0,0030	Не обнаружено	-
Кровь коровы	Предлагаемый	Без добавки	0,040	0,05
То же	То же	0,160	0,206	0,06
То же	Прототип	Без добавки	Не обнаружено	-
То же	То же	0,160	0,192	0,16

Составитель Т. Николаева

Редактор П. Пчолнская

Техред Л. Сердюкова

Корректор С. Черин

Заказ 6650/50

Тираж 789

Подписное

ВНИИИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

