



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **113065** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
G01N 1/28 (2006.01)
G01N 33/00
G01J 3/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2016 07001	(72) Винахідник(и): Новожицька Юлія Миколаївна (UA), Шуляк Світлана Валеріївна (UA), Хоменко Валерій Юрійович (UA), Волинець Вікторія Олександрівна (UA), Бардик Іван Юрійович (UA), Сорокіна Вікторія Олексіївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 29.06.2016	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.01.2017	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.01.2017, Бюл.№ 1	(73) Власник(и): ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ З ЛАБОРАТОРНОЇ ДІАГНОСТИКИ І ВЕТЕРИНАРНО- САНІТАРНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ, вул. Донецька, 30, м. Київ, 03151 (UA)

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ РТУТІ В ПРОДУКТАХ ТВАРИННОГО ТА РОСЛИННОГО ПОХОДЖЕННЯ, КОРМАХ, ПРЕМІКСАХ ТА ВОДІ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНОЇ СПЕКТРОМЕТРІЇ

(57) Реферат:

Спосіб визначення масової частки ртуті у продуктах тваринного та рослинного походження, кормах, преміксах та воді методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії, при цьому для дослідження беруть 0,5 г твердого підготовленого (гомогенізованого) зразка або 1,5 мл рідкого. Зразок сушать від 10 сек. до 60 сек., потім спалюють в потоці кисню при температурі близько 650 °С протягом 30-60 сек. з подальшим кількісним визначенням на довжині хвилі 253,65 нм.

UA 113065 U

Корисна модель належить до галузі ветеринарної медицини, зокрема до біохімії і може бути використана в роботі науково-виробничих лабораторій.

Даний спосіб не має зареєстрованих аналогів в Україні.

В основу корисної моделі поставлена задача розробки універсального та швидкого способу визначення ртуті, суттєве скорочення часу дослідження за рахунок відсутності підготовки проб (прямий метод), зменшення витрат реактивів, посуду, точне кількісне оцінювання.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі визначення масової частки ртуті у продуктах тваринного та рослинного походження, кормах, преміксах та воді методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії, для дослідження беруть 0,5 г твердого підготовленого (гомогенізованого) зразка або 1,5 мл рідкого. Зразок сушать від 10 сек. до 60 сек., потім спалюють в потоці кисню при температурі близько 650 °C протягом 30-60 сек. з подальшим кількісним визначенням на довжині хвилі 253,65 нм.

Процедурний підхід до визначення ртуті:

1. Підготовка робочих розчинів

Розчин азотної кислоти 1:1. Готуємо з азотної кислоти х. ч. з $d=1,40 \text{ г/см}^3$. У мірну колбу місткістю 1 дм^3 наливають 500 см^3 бідистильованої води, додають 500 см^3 концентрованої кислоти.

Розчин азотної кислоти 0,5 %. Готуємо з азотної кислоти х. ч. з $d=1,40 \text{ г/см}^3$. У мірну колбу місткістю 1 дм^3 наливають 995 см^3 бідистильованої води, додають 5 см^3 концентрованої кислоти.

2. Підготовка зразків

Підготовку об'єднаного зразка проводимо відповідно до вимог нормативної документації для даного виду зразку шляхом гомогенізації до однорідності.

3 об'єднаного лабораторного зразка для дослідження відбираємо дві паралельні наважки.

При приготуванні об'єднаного гомогенізованого зразка необхідно уникати контакту з речовинами і матеріалами, що можуть викликати забруднення зразка важкими металами.

3. Проведення вимірювань

3.1. Перед початком роботи відкриваємо вентиль на лінії подачі кисню. Щоб не пошкодити регулюючу діафрагму, відкриваємо вентиль тільки після ввімкнення приладу;

3.2. Протягом 15 хвилин прогріваємо до робочих температур всі вузли приладу;

3.3. згідно рекомендацій металеві (нікелеві) кювети (лодочки) для зразків перед початком роботи прожигаво для очистки їх від можливого ртутного забруднення. Для цього використовують наступну програму:

Таблиця 1

Умови реєстрації аналітичного сигналу

Параметри	Ртуть
	ЛПК-Hg
Сила струму випромінювання, мА	4,0
Спектральна щілина, нм	9
Аналітична довжина хвилі, нм	253,65

3.4. Тверді або рідкі проби зважуємо на вагах 2 класу і завантажуюмо в аналізатор ртуті. Для твердих проб маса наважки складає 0,5 мг, для рідких - 1,5 мл.

3.5. Проба проходить стадію сушіння (від 10 сек. до 60 сек.) потім спалюється в потоці кисню при температурі біля 650 °C (~30-60 сек. нагрів проб до 650 °C і 30-180 сек. озолнення залежно від маси наважки).

3.6. Продукти горіння (особливо органіка) піддаємо подальшому розкладанню на гарячій поверхні спеціального каталізатора.

3.7. Пари ртуті уловлюємо за допомогою золотого амальгаматора.

3.8. Кількісний вміст ртуті визначаємо на довжині хвилі 253,65 нм з виведенням результатів на дисплей у перерахунку в мкг/кг або мг/кг.

4. Калібрування приладу

Прилад калібруємо в двох робочих діапазонах концентрацій (відповідно до комірок атомно-абсорбційного спектрометра):

4.1. Високочутлива (довга) комірка - робочий діапазон 0-20 мкг Hg;

4.2. Чутлива (коротка) комірка - робочий діапазон 20-1000 мкг Hg.

Для того щоб провести калібровку приладу у всьому робочому діапазоні готуємо розчини ртуті з концентраціями від 25 мкг/л (ppb) до 10 мг/л (ppm) як описано нижче.

4.3. Розчини з низьким вмістом ртуті (на рівні ppb -1 мкг/л) готуємо розведенням розчину ртуті з концентрацією 5 мг/л (5 ppm).

5 4.3.1. Для приготування 25 мкг/л (25 ppb) робочого стандартного розчину, беремо 0,5 мл стандартного розчину з концентрацією 5 мг/л (5 ppm) і доводимо 0,5 % розчином азотної кислоти до 100 мл.

10 4.3.2. Для приготування 50 мкг/л (50 ppb) робочого стандартного розчину, беремо 1 мл стандартного розчину з концентрацією 5 мг/л (5 ppm) і доводимо 0,5 % розчином азотної кислоти до 100 мл.

4.3.3. Для приготування 100 мкг/л (100 ppb) робочого стандартного розчину, беремо 2 мл стандартного розчину з концентрацією 5 мг/л (5 ppm) і доводимо 0,5 % розчином азотної кислоти до 100 мл.

15 4.3.4. Для приготування 150 мкг/л (150 ppb) робочого стандартного розчину, беремо 3 мл стандартного розчину з концентрацією 5 мг/л (5 ppm) і доводимо 0,5 % розчином азотної кислоти до 100 мл.

4.3.5. Для приготування 300 мкг/л (300 ppb) робочого стандартного розчину, беремо 6 мл стандартного розчину з концентрацією 5 мг/л (5 ppm) і доводимо 0,5 % розчином азотної кислоти до 100 мл.

20 5. Виконання вимірювань

Вимірювання масової концентрації ртуті в аналітичному зразку виконуємо за калібрувальними графіками залежності величини поглинання від концентрації досліджуваного металу. Знайдене за калібрувальним графіком значення концентрації використовують для розрахунку масової частки ртуті в зразку.

25 Для удосконалення способу визначення ртуті даним способом було проведено ряд досліджень та оцінено даний спосіб у відповідності до вимог Європейського Союзу.

Таблиця 2

Оцінка придатності методу

№ п/п	Назва показника	Межа детектування, мг/кг	Межа кількісного виявлення, мг/кг	Внутрішньо-лабораторна відтворюваність (S_R), %	Збіжність (S_r), %	Розширена невизначеність (U), %
1	Ртуть	0,0005	0,005	6,50	4,25	0,0011

30 Дані, наведені в таблиці 2, свідчать про те, що методика розроблена в ДНДІЛДВСЕ придатна для визначення ртуті в продуктах тваринного та рослинного походження, кормах, преміксах та воді. Даний спосіб є досить чутливим, оскільки межа кількісного визначення 0,005 мг/кг, а межа детектування 0,0005 мг/кг. Так, як у відношенні ртуті встановлено максимально-допустимий рівень (МДР) у воді 0,01 мг/кг, показник межі кількісного визначення є значно меншим за МДР.

35 Даний спосіб дозволяє кількісно визначити ртуть за досить короткий проміжок часу, що значно економить час, реактиви та фінансові затрати.

Під час дослідження референс-матеріалу див. табл. 3 зразки даного матеріалу були підготовлені відповідно до інструкції, наданої з референс-матеріалом.

Таблиця 3

Участь у між лабораторних порівняльних дослідженнях (програма ВЕТ-ТЕСТ та Faras)

№ програми	Програма	Показник	Приписане значення, мг/кг	Результат, мг/кг	Z-індекс
1508 (15.04.2015)	Раунд 1508 програми "ВЕТ-ТЕСТ"	Ртуть	0,013	0,014	0,1
07247 (25.10.2015)	Faras тест 07247	Ртуть	0,242	0,233	-0,2

40

Результати, отримані нами під час дослідження референс-матеріалу, є вирогідними і знаходяться в межах приписаного значення.

Отже, відпрацьована нами методика виявлення ртуті не поступається методикам, які використовуються в лабораторіях Європейської спільноти.

5 Наша методика дозволяє за досить короткий проміжок часу дослідити зразок на наявність ртуті без попередньої пробопідготовки, що значно економить час, реактиви та фінансові затрати.

Джерела інформації:

- 10 1. USEPA Method 7473 Mercury in Solids and Solutions by Thermal Decomposition, Amalgamation, and Atomic Absorption.
2. ASTM D-6722-01 Standard Test Method for Total Mercury in Coal and Coal Combustion Residues by Direct Combustion Analysis.
3. ISO 11212-2-2004(E) Part 2 Determination of mercury content by atomic absorption spectrometry.
- 15 4. ISO 15586:2003 Water quality-Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace.
5. Directive 98/83/EC on the quality of water intended for human consumption.
6. Eurachem/CITAC guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement.
- 20 7. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement: First edition. - ISO, Switzerland, 1993.
8. EUROLAB Technical Report 1/2006 Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

25 Спосіб визначення ртуті у продуктах тваринного та рослинного походження, кормах, преміксах та воді методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії, при цьому для дослідження беруть 0,5 г твердого підготовленого (гомогенізованого) зразка або 1,5 мл рідкого, зразок сушать від 10 сек. до 60 сек., потім спалюють в потоці кисню при температурі близько 650 °C протягом 30-60 сек. з подальшим кількісним визначенням на довжині хвилі 253,65 нм.

30

Комп'ютерна верстка М. Мацело

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601