



Государственный научно-исследовательский  
и проектный институт редкometаллической  
промышленности "ГИРЕДМЕТ"  
Научно-производственная фирма "АНКОН-АТ"

РЕКОМЕНДАЦИЯ  
ГСИ. ПОЧВЫ И БИОЛОГИЧЕСКИЕ ОБЪЕКТЫ АНАЛИЗА

Методика подготовки проб в аналитическом автоклаве

МИ 2221-92.

Москва 1993 г.

ИСПЫТАНА и РЕКОМЕНДОВАНА к использованию  
Институтом питания РАМН 22 июня 1992 года

## РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений  
Почвы и биологические объекты анализа.  
Методика подготовки проб в аналитическом автоклаве.

---

Настоящая рекомендация распространяется на почвы и биологические объекты анализа растительного и животного происхождения: пищевые продукты и сырье, биосубстанции человека и животных, растения (в т. ч. лекарственное растительное сырье).

Рекомендация устанавливает методику подготовки проб к анализу в аналитическом автоклаве конструкции института "Гиредмет". Проподготовка завершается получением растворов-концентратов в форме, оптимальной для последующего анализа: атомно-абсорбционного, атомно-эмиссионного с индукционной плазмой и дугой постоянного тока, полярографического, спектрофотометрического, нейтронно-активационного.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

Разработана Государственным ордена Октябрьской революции науко-исследовательским и проектным институтом редкометаллической промышленности (Гиредмет), институтом геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского (ГЕОХИ).

### ИСПОЛНИТЕЛИ:

Л. Н. Бакина; Л. Н. Банных; Л. А. Васильева; Г. Р. Ишмиярова; А. В. Елютин, докт. техн. наук; Ю. А. Карлов, докт. хим. наук; И. В. Козлова; Н. М. Кузьмин, докт. хим. наук; С. В. Лейкин, канд. техн. наук; Г. В. Мясоедова, докт. хим. наук; В. А. Орлова, канд. хим. наук (руководитель темы); М. М. Остронова; А. И. Помялова; Э. М. Седых, канд. хим. наук; С. В. Соколов; Н. П. Старшинова; Ю. Г. Таций.

УТВЕРЖДЕНА Всеросийским научно-исследовательским институтом метрологической службы (ВНИИМС) 28 апреля 1992 года.

ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС 28 апреля 1992 года.

## МЕТОДИКА ПОДГОТОВКИ ПРОБ В АНАЛИТИЧЕСКОМ АВТОКЛАВЕ

Методика основана на обработке проб почв и биологических объектов кислотами и их парами в герметично замкнутом объеме автоклава при воздействии температуры и давления. Условия пробоподготовки обеспечивают количественное получение раствора-концентратса примесей в форме, оптимальной для последующего определения примесей.

### 1. Вводная часть

Аналитический автоклав конструкции института "Гиредмет" (рис. 1) представляет собой замкнутую систему, предназначенную для подготовки проб к анализу при повышенных температурах и давлениях.

Аналитический автоклав состоит из разъемного металлического корпуса (3) с герметизирующим устройством и реакционной емкости, изготовленной из фторопласта (2).

При нагреве автоклава давление в реакционной емкости создается за счет роста давления паров растворяющих агентов и газообразных продуктов реакции.

Использование сменных реакционных емкостей трех видов позволяет провести следующие варианты пробоподготовки:

1. экспрессную мокрую минерализацию проб минимальным количеством реагентов в однокамерной реакционной емкости (рис. 2а) ;
2. подготовку пробы очищенными дистилляцией кислотами с отделением макрокомпонента и получением раствора-концентратса примесей в двухкамерной реакционной емкости (рис. 2б)
3. подготовку пробы очищенными дистилляцией кислотами с отделением макрокомпонента и получением растворов-концентратов одновременно из 3 навесок пробы в многокамерной реакционной емкости (рис. 2в).

### 2. Основные и вспомогательные средства измерений и испытаний, оборудование, реактивы

Автоклав аналитический конструкции Гиредмета с комплектом

дискамерных и многокамерных реакционных емкостей.

Электронагреватель, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима до 250°C с погрешностью  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ .

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, поверочной ценой деления не более 0,5 мг, для взятия навесок до 10 г.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919-83.

Колбы мерные вместимостью 10, 25 см<sup>3</sup>.

Цилинды мерные вместимостью 10, 25, 50 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5 см<sup>3</sup>.

Цилиндр мерный из полиэтилена вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

Пипетка поршневая из полиэтилена вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Пинцет из оргстекла или фторопласта.

Чашка выпарительная из стеклоуглерода вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261-77.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-78.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484-78, ос. ч 27-5.

Водорода перекись по ГОСТ 10929-76.

Примечание:

1. При проводении подготовки пробы к анализу следует строго соблюдать правила безопасности при работе с автоклавами, указанные в инструкции по эксплуатации автоклава, и требования, установленные инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

2. Все используемые реагенты должны быть известного аналитического качества, чтобы их применение не влияло на точность определения. Используемая вода должна быть деионизированной или дистилированной, не содержащей обнаруживаемой концентрации определяемых элементов при холостом определении.

3. Вся мерная посуда должна быть 2-го или более высокого класса точности.

4. Новую посуду промывают азотной кислотой, разбавленной 1:1, рабочую посуду промывают азотной кислотой, разбавленной 1:5.

5. Условия пребывания проб: состав и объемы смесей реагентов, масса навески проб, показаны в таблице 1.

ДВУХКАМЕРНАЯ РАКИЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 25)

1	2	3	4
Плоды, овощи			
- свежие	5,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 1 $\text{HNO}_3$ - 1
- сухие (в. т. ч. сухофрукты)	2,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 0.5 $\text{HNO}_3$ - 0.5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1
Продукты переработки плодов и овощей	2,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 0.5 $\text{HNO}_3$ - 0.5
Мясо	5,000	$\text{HNO}_3$ - 25	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1
Колбасные изделия	4,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1
Субпродукты, внутренние органы человека и животных	4,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1
Консервы мясные и мясорастительные	4,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1
Растительные масла и продукты их перера- ботки, животные жиры (в т. ч. сливочное масло, свиное сало)	2,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0.1

1	2	3	4
Яйцо	3.000	HNO <sub>3</sub> - 20	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1
Рыба, морские молеко- питающие и беспозво- ночные, продукты их переработки	5.000	HNO <sub>3</sub> - 20	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1
Икра	2.000	HNO <sub>3</sub> - 15	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1
Зерно, продукты его переработки ( крупа, мука)	2.000	HNO <sub>3</sub> - 20	HNO <sub>3</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O - 1 (HF - 0,1)
Хлеб	1.500	HNO <sub>3</sub> - 25	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1 (HF - 0,1)
Хлебобулочные изделия (в том числе печенье)	2.000	HNO <sub>3</sub> - 25	HNO <sub>3</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 0,5 (HF - 0,1)
Молочные продукты (творог, сметана, майонез, сгущенное молоко и т. п.)	4.000	HNO <sub>3</sub> - 20	HNO <sub>3</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 0,5
Сухое молоко, детское питание	2.500	HNO <sub>3</sub> - 25	HNO <sub>3</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 0,5 H <sub>2</sub> O - 2
Костная ткань	2.000	HNO <sub>3</sub> - 20	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O - 1

Таблица 1

Условия пробоподготовки почв и биологических объектов анализа в однокамерной реакционной емкости аналитического автоклава (V=25 см<sup>3</sup>)

Наименование объекта	Масса навески, г	Объем реактивов, см <sup>3</sup>	Время нагрева, ч	т зад. °C
Почвы	1,0	HF - 3 HCl - 2 HNO <sub>3</sub> - 1	3,5	220
Почвы с большим содержанием органической составляющей (черноземы)	1,0	HF - 3 HCl - 2 HNO <sub>3</sub> - 2	3,5	220
Почвы (выщелачивание)	1,0	HNO <sub>3</sub> - 3 HCl - 1	3,0	200
	1,0	HNO <sub>3</sub> - 3 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 0,2	3,0	200
Рыба, нежирное мясо, свежие овощи и фрукты	0,5	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1	2,0	200
Другие органические объекты	0,15 - 0,25	HNO <sub>3</sub> - 1 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 1	2,0	200

Таблица 2  
Условия пробоподготовки почв и биологических объектов  
анализа в аналитических автоклавах (V-150 см<sup>3</sup>)

Наименование объекта	Масса навески	пробы Б, (не более): г	Объем реактивов, см <sup>3</sup>	
			Смесь на дне реакционной емкости А	Смесь во вкла- дыше для смачи- вания навески В
1	2	3	4	

ОДНОКАМЕРНАЯ РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 2а)

Почвы	1,000	HF - 3 HCl - 2 HNO <sub>3</sub> - 1		
Почвы с большим содержанием органической составляющей (черноземы)	1,000	HF - 3 HCl - 2 HNO <sub>3</sub> - 2		
Рыба, нежирное мясо свежие овощи и фрукты	3,000	HNO <sub>3</sub> - 3 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 3		
Растения (в т. ч. лекарственное растительное сырье), другие биологические объекты	0,500 - 1,500	HNO <sub>3</sub> - 4 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> - 4		

	1	2	3	4
Зерно, продукты его переработки ( крупа, мука)	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5	
Хлеб и хлебобулочные изделия	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3	
Молочные продукты (творог, сметана, майонез, сгущеное молоко и т. п.)	0,500	$\text{HNO}_3$ - 25	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3	
Сухое молоко	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}$ - 0,5	
Детское питание	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}$ - 0,5	
Кондитерские изделия	0,500	$\text{HNO}_3$ - 15	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5	
Костная ткань	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_3$ - 0,5	
Растения - свежие	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3 $\text{HF}$ - 0,1	
- сухие (в т. ч. чай)	0,200	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{HF}$ - 0,1	

Кофе	1 0,500	1 $\text{HNO}_3$ - 20	1 $\text{HNO}_3$ - 0,3
		1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3	
		1 $\text{H}_2\text{O}$ - 0,5	

### 3. Порядок подготовки проб почв

При подготовке почв к анализу в аналитическом автоклаве происходит полное разрушение структуры пробы.

#### 3.1. Пробоподготовка почв в однокамерной реакционной емкости (по рис. 2а)

Навеску пробы Б помещают в реакционную емкость, добавляют смесь реагентов А.

Для контрольного опыта в реакционную емкость помещают смесь реагентов А.

Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры  $210^{\circ}\text{C}$  и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом. открывают крышку, раствор переносят в чашку из стеклоуглерода, упаривают досуха при температуре не выше  $90^{\circ}\text{C}$ , к сухому остатку добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

#### 3.2. Пробоподготовка почв в двухкамерной реакционной емкости (по рис. 2б)

Навеску пробы Б помещают во вкладыш, изготовленный из фторопластика, смачивают смесью реагентов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реагентов В.

Вкладыш размещают внутри реакционной емкости, содержащей смесь реагентов А. Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры  $220^{\circ}\text{C}$  и выдерживают при этой температуре в течение 5 часов. Автоклав

	1	2	3	4
Растения	- свежие	3.000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 1 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 1 $\text{HF}$ - 0,2
	- сухие	2.000	$\text{HNO}_3$ - 25	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}$ - 1 $\text{HF}$ - 0,2
Чай		2.000	$\text{HNO}_3$ - 25	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{HCl}$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}$ - 2 $\text{HF}$ - 0,2
Кофе		2.000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}$ - 1
Компьютерские изделия		2.000	$\text{HNO}_3$ - 15	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}$ - 2

МНОГОКАМЕРНАЯ РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ (по рис. 2в)

Назначение объекта	Масса	Объем реактивов, см <sup>3</sup>	
навески В			
в одном	Смесь на дне	Смесь во вклз-	
вкладыше, г	реакционной	зыше для смачи-	
(не более)	емкости А	вания навески В	
1	2	3	4
Лоды, овощи			
- свежие	1.000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{HNO}_3$ - 0,5

1	2	3	4
- сухие ( в т. ч. сухофрукты)	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,3 $\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}$ - 0,3
Продукты переработки плодов и овощей	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5 $\text{HNO}_3$ - 0,5
<b>Мясо</b>	1,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
Колбасные изделия	1,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
Субпродукты, внутренние органы человека и животных	1,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
Консервы мясные и массорастительные	0,500	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
<b>Яйца</b>	0,500	$\text{HNO}_3$ 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
Растительные масла и продукты их перера- ботки (свежие жиры в т ч сливочное масло (жирное сало)	0,250	$\text{HNO}_3$ - 15	$\text{HNO}_3$ - 0,3 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,1
<b>Рыба</b> морские млечко- питающие и беспозво- ночные. продукты их переработки	1,000	$\text{HNO}_3$ - 20	$\text{HNO}_3$ - 0,5 $\text{H}_2\text{O}_2$ - 0,5
<b>Икра</b>	0,500	$\text{HNO}_3$ - 15	$\text{HNO}_3$ - 0,5

вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют. Вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку. Вкладыш вынимают пинцетом из реакционной емкости, ставят на электроплитку, покрытую асбестом. Содержимое вкладыша упаривают досуха при температуре не выше  $90^{\circ}\text{C}$ , к остатку добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> и доводят раствор водой до метки.

#### 4. Порядок подготовки проб биологических объектов

##### 4.1 Пробоподготовка в однокамерной реакционной емкости (по рис. 2а)

Навеску пробы В помещают в реакционную емкость, добавляют смесь реагентов А.

Для контрольного опыта в реакционную емкость помещают смесь реагентов А.

Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры  $200^{\circ}\text{C}$  и выдерживают при этой температуре в течение 3 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, отсыпают крышку. Рестор 3 переносят в мерную колбу, разбавляют водой до объема 10 - 25 см<sup>3</sup>.

##### 4.2 Пробоподготовка в двухкамерной реакционной емкости (по рис. 2б)

Навеску пробы В помещают во вкладыш, изготовленный из кварца, смачивают смесью реагентов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реагентов В. Вкладыш размещают внутри реакционной емкости, содержащей смесь реагентов А. Реакционную емкость закрывают крышкой и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до температуры  $200^{\circ}\text{C}$  и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температу-

ть, герметизируют, вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку. Вкладыш вынимают пинцетом из реакционной емкости. Раствор из вкладыша количественно переносят в мерную колбу, разбавляют водой до 10 - 25 см<sup>3</sup>.

#### 4.3. Пробоподготовка в многокамерной реакционной емкости (рис. 2в)

Многокамерная реакционная емкость предназначена для пробоподготовки одновременно 3 навесок пробы.

В держатель многокамерной реакционной емкости устанавливают 4 вкладыша-рюмочки.

Навеску пробы Б помещают во вкладыш-рюмочку, смачивают смесью реагентов В.

Для контрольного опыта во вкладыш помещают смесь реагентов В.

В реакционную емкость наливают смесь реагентов А. Навинчивают на держатель крышку, закрывают крышкой реакционную емкость и герметизируют в металлическом корпусе автоклава. Автоклав помещают в электронагреватель, предварительно прогретый до 200°C и выдерживают при этой температуре в течение 4 часов. Автоклав вынимают из электронагревателя, охлаждают до комнатной температуры, разгерметизируют. Вынимают реакционную емкость, протирают ее снаружи ватой, смоченной водой, а затем спиртом, открывают крышку, вынимают из держателя вкладыш-рюмочки. Растворы из вкладышей количественно переносят в мерные колбы, разбавляют водой до 10 - 25 см<sup>3</sup>.

АВТОКЛАВ АНАЛИТИЧЕСКИЙ

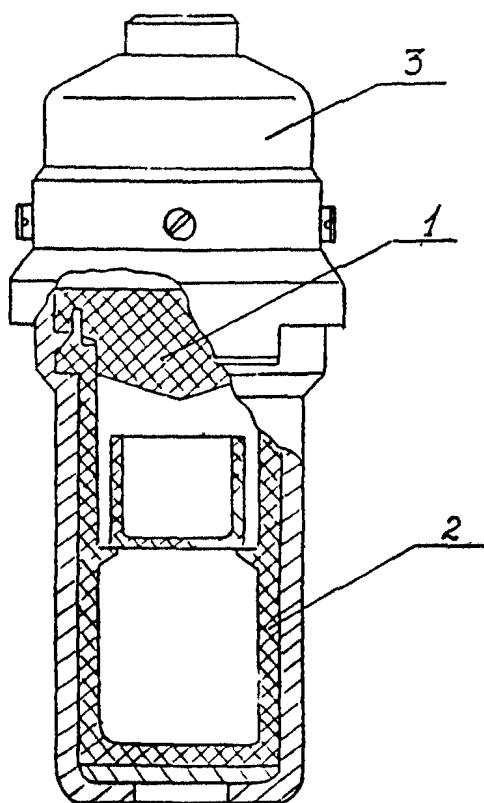


Рис. 1

- 1 - крышка реакционной емкости
- 2 - реакционная емкость
- 3 - металлический корпус

## РЕАКЦИОННАЯ ЕМКОСТЬ АНАЛИТИЧЕСКОГО АВТОКЛАВА.

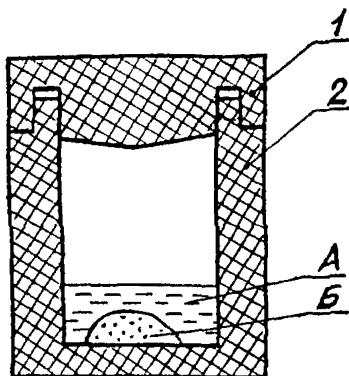


Рис. 2а

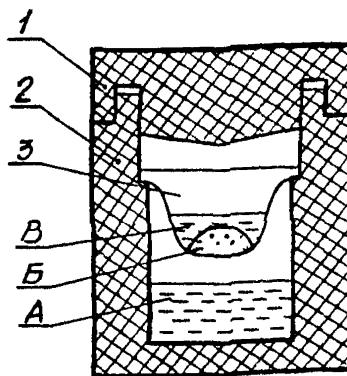


Рис. 2б

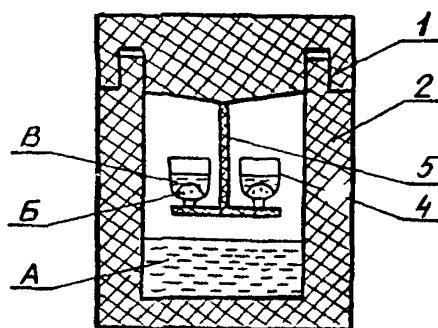


Рис. 2в

1 - крышка реакционной емкости

2 - реакционная емкость

3 - вкладыш

4 - вкладыш-рюмочка

5 - держатель

A - смесь реагентов на дне реакционной емкости

B - навеска пробы

В - смесь реагентов во вкладыше для смачивания навески