**2.4.27. ТЯЖЕЛЫЕ МЕТАЛЛЫ В ЛЕКАРСТВЕННОМ РАСТИТЕЛЬНОМ СЫРЬЕ И ЖИРНЫХ МАСЛАХ**

Определение проводят методом атомно-абсорбционной спектрометрии (2.2.23).

*При использовании закрытых реакционных сосудов высокого давления и микроволнового лабораторного оборудования необходимо строго придерживаться инструкций по технике безопасности и эксплуатации оборудования, прилагаемых производителем.*

ОБОРУДОВАНИЕ

* колбы для минерализации — герметично укупориваемые политетрафторэтиленовые колбы вместимостью около 120 мл, имеющие клапан для регулирования давления внутри колбы, и политетрафторэтиленовыё трубки для удаления газов;
* система для герметичного укупоривания колб, использующая одинаковую силу за крутки для каждой из них;
* микроволновая печь с частотой магнетрона 2450 МГц, с возможностью регулирования мощности от 0 Вт до (630±70) Вт с шагом в 1 %, с программируемым цифровым блоком  
  управления, покрытая изнутри политетрафторэтиленом, с регулируемой скоростью вентиляции, с вращающейся подставкой;

- атомно-абсорбционный спектрометр, снабженный лампами с полым катодом в качестве источника излучения и дейтериевой лампой в качестве корректора фона, а также:

1. графитовой печью в качестве генератора атомного пара при определении кадмия, свинца, меди, железа, никеля и цинка;
2. автоматизированным генератором гидридного пара для определения мышьяка и ртути.

МЕТОД

*В случае использования альтернативного оборудования может быть необходима дополнительная настройка.*

Перед использованием вся стеклянная посуда и лабораторное оборудование должны быть обработаны раствором 10 г/л *кислоты азотной Р.*

*Испытуемый раствор.* Указанное в частной статье количество испытуемого образца (около 0,50 г измельченного сырья (1400) (2.9.72) или 0,50т жирного масла) помещают в колбу для минерализации, прибавляют 6 мл *кислоты азотной, свободной от тяжелых металлов, Р* и 4 мл *кислоты хлористоводородной, свободной от тяжелых металлов, Р.* Герметично укупоривают.

Помещают колбы для минерализации в микроволновую печь и проводят минерализацию в соответствии со следующей программой в три стадии, используя семь колб, содержащих испытуемый раствор: 80 % мощности в течение 15 мин; 100 % мощности в течение 5 мин; 80 % мощности в течение 20 мин.

По окончании процесса колбы охлаждают на воздухе и прибавляют в каждую по 4 мл *серной кислоты, свободной от тяжелых металлов, Р.* Укупоривают и повторяют программу минерализации, как описано выше. После охлаждения на воздухе колбы открывают, полученные прозрачные бесцветные растворы помещают в мерные колбы вместимостью 50 мл. Каждую колбу для минерализации дважды ополаскивают *водой Р* порциями по 15 мл и переносят промывные воды в те же мерные колбы. В каждую мерную колбу прибавляют 1,0 мл раствора 10 г/л *магния нитрата Р* и 1,0 мл раствора 100 г/л *аммония дигидрофосфата Р* и доводят *водой Р* до объема 50,0 мл.

*Холостой раствор.* 6 мл *кислоты азотной, свободной от тяжелых металлов, Р* и 4 мл *кислоты хлористоводородной, свободной от тяжелых металлов, Р* помещают в колбу для минерализации и обрабатывают аналогично испытуемому раствору.

Таблица 2.4.27.-1

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | Cd | Си | Fe | Ni | РЬ | Zn |
| Длина волны | нм | 228,8 | 324,8 | 248,3 | 232 | 283,5 | 213,9 |
| Ширина щели | нм | 0,5 | 0,5 | 0,2 | 0,2 | 0,5 | 0,5 |
| Сила тока в | мА | 6 | 7 | 5 | 10 | 5 | 7 |
| лампе |  |  |  |  |  |  |  |
| Температура | °с | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 |
| сжигания |  |  |  |  |  |  |  |
| Температура | °С | 1800 | 2300 | 2300 | 2500 | 2200 | 2000 |
| атомизации | : |  |  |  |  |  |  |
| Корректор фона |  | вкл. | Выкл. | Выкл. | Выкл. | Выкл. | Выкл. |
| Ток азота | Л/МИН | з | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |

*КАДМИЙ, МЕДЬ, ЖЕЛЕЗО, СВИНЕЦ, НИКЕЛЬ И ЦИНК*

Содержание кадмия, меди, железа, свинца, никеля и цинка определяют методом стандартных добавок *(2.2.23, метод II),* используя растворы сравнения каждого тяжелого металла и параметры, описанные в таблице 2.4.27.-1.

Значение абсорбции холостого раствора отнимается от значения абсорбции испытуемого раствора.

*МЫШЬЯК И РТУТЬ*

Содержание мышьяка и ртути определяют методом градуировочного графика (2.23, *метод* /).

Значение абсорбции холостого раствора отнимается от значения абсорбции испытуемого раствора,

*Восстанавливающий реактив.* Раствор 10 r/ftолова *(И) хлорида* Яш *кислоте хлористоводородной разведенной, свободной от тяжелых металлов, Р.*

Используют параметры, описанные в таблице 2А27.-2.

Мышьяк

зца. К 19,0 мл

раствора или холостого раствора, приготовленных, как описано выше, прибавляют 1 мл

раствора 200 г/л *калия йодида* ^.Выдержива-

ют испытуемый раствор при комнатной температуре в течение около 50 мин или при температуре 70 :С в течение около 4 мин.

*Кислотный реактив. Кислотз хлористоводородная, свободная от тяжелых металлов, Р.*

*Восстанавливающий реактив.* Раствор

6 г/л *натрия тетрагийробората Р* в раство-

ре 5 г/л *натрия гидроксида Р.*

Используют параметры, описанные в таблице 2.4. 27. -2.

Ртуть

*Раствор образца. К* 19,0 мл испытуемого раствора или холостого раствора,, приготовленных как описано выше, прибавляют 1 мл раствора 200 г/л *калия йодида Р.* Выдерживают испытуемый раствор при комнатной температуре в течение около 50 мин или при температуре 70 °С в течение около 4 мин.

*Кислотный реактив.* Раствор 51 5 г/л *кислоты хлористоводородной, свободной от тяжелых металлов, Р.*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  | Ав | Нд |
| Длина волны | нм | 193,7 | 253,7 |
| Ширина щели | нм | 0,2 | 0,5 |
| Сила тока в лампе | мА | 10 | 4 |
| Кислотный реактив | «мл/мин | 1,0 | 1,0 |
| Восстанавливающий | , мл/мин | 1,0 | 1,0 |
| реактив |  |  |  |
| Раствор образца | мл/мин | ч 7,0 | 7,0 |
| Кювета |  | Кварцевая (подогретая) | Кварцевая (не подогретая) |
| Корректор фона |  | Выкл. | Выкл. |
| Ток азота | л/мин | 0,1 | 0,1 |