



ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ **ЖЕЛЕЗА, КОБАЛЬТА, МАРГАНЦА, МЕДИ, МОЛИБДЕНА, СЕЛЕНА И ЦИНКА** В ПРОБАХ КОРМОВЫХ ДОБАВОК НА ОСНОВЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ И ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ

Методика М 04-70-2011

(ФР.1.31.2012.11854)

ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, селена и цинка в пробах **кормовых добавок на основе индивидуальных неорганических и органических (биоплексов) соединений микроэлементов** методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами металлов, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра. Массовая концентрация элементов определяется величиной интегрального сигнала абсорбции и рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

Перед определением пробы кормовых добавок растворяют в концентрированной азотной кислоте или воде.

Определение селена проводится с использованием модификатора – нитрата палладия.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, г/кг
Железо	40 – 850
Кобальт	
Марганец	
Медь	
Молибден	
Цинк	
Селен	1 – 500

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяются следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 1–5 мл, например, фирмы «Biohit Corp.»;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота серная концентрированная, х.ч.;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч.;
- палладия нитрат, например, производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- водорода перекись (30%), ос.ч.



ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор и подготовка проб, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка графитовой печи, экспресс-определение качества бидистиллированной воды, градуировка спектрометра и проверка качества построения градуировочной характеристики.

Отбор проб проводят в соответствии с нормативно-технической документацией на конкретный вид анализируемой продукции.

Подготовка проб кормовых добавок заключается в их растворении в концентрированной азотной кислоте или бидистиллированной воде и дальнейшем разбавлении таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого элемента соответствовал середине диапазона градуировочной характеристики. Ориентировочные коэффициенты разбавления для биоплексов представлены в методике, для индивидуальных соединений рассчитываются по формуле.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь спектрометра вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы.

Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра «МГА-915/1000» и ПУ 62-2017. Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора.