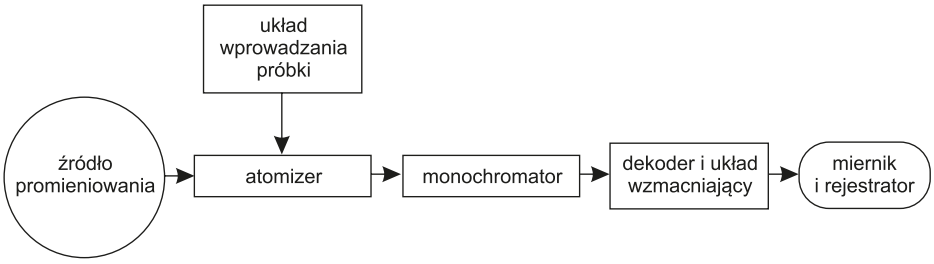
ROZDZIAŁ 1

Ogólne metody badania żywności

1.1. ***Oznaczanie całkowitej zawartości arsenu i selenu w artykułach żywnościowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków (HGAAS) po mineralizacji ciśnieniowej*** zgodnie z normą PN-EN 14627:2005P [N1] polega na oznaczaniu tych pierwiastków w roztworze badanym (po mineralizacji ciśnieniowej) techniką atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków HGAAS w połączeniu z techniką generowania par, wyrażeniu ich zawartości w badanej próbce w postaci ułamka masowego[1]. W celu wyznaczenia całkowitej zawartości arsenu należy

[1] Atomowa spektrometria absorpcyjna AAS (ang. *Atomic Absorption Spectrometry*) opiera się na zjawisku absorpcji promieniowania elektromagnetycznego emitowanego przez wzbudzone wolne atomy metali powstające w trakcie atomizacji najczęściej pod wpływem temperatury (1000– 4000 K). Absorbowane jest promieniowanie o specyficznej długości fali odpowiadającej promieniowaniu atomów określonego pierwiastka. Schemat blokowy spektrometru absorpcji atomowej przedstawiono na rys. 1.1.



Rys. 1.1. Schemat spektrometru absorpcji atomowej

W celu selektywnego odparowania nieorganicznych i organicznych składników roztworu w jak najwyższej temperaturze, w której nie następuje jeszcze odparowanie metali atomów analitu,

przeprowadzić reakcję, w której jony arsenowe ulegają przemianie do arsenowodoru w reakcji z borowodorkiem sodu w roztworze kwasu. Wydzielony w wyniku tej reakcji arsenowodór jest przenoszony strumieniem gazu do ogrzewanej rurki pomiarowej i ulega rozkładowi, a arsen jest oznaczany metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej przy długości fali 193,7 nm. Ze względu na różną czułość w technice generacji wodorków wykazywaną przez arsen(III) i arsen(V), dla uniknięcia błędów w pomiarach konieczna jest redukcja arsenu(V) do arsenu(III). Jeżeli jest potrzebne całkowite przekształcenie związków arsenu w wodorki, a także podczas oznaczania wszystkich różnorodnych form arsenu w artykułach żywnościowych, należy zastosować ich mineralizację w temperaturze do 320°C. Podczas reakcji jonów selenowych z borowodorkiem sodu w roztworze kwasu ulegają one przekształceniu do selenowodoru. Tą metodą generacji wodorków nie można oznaczać selenu(VI), dlatego należy dobrać takie warunki rozkładu, aby powstawał wyłącznie selen(IV). Temperatura rozkładu powinna być niższa od 280°C, aby zapobiec wzrostowi ilości selenu(VI).

Do wykonania oznaczenia będzie potrzebny spektrometr absorpcji atomowej z systemem rejestracji pomiaru i akcesoriami do generacji wodorków, lampa z katodą wnękową lub bezelektrodowa lampa wyładowcza oraz łaźnia ultradźwiękowa. Ponadto należy przygotować następujące odczynniki i roztwory: kwas chlorowodorowy (solny), kwas azotowy, roztwór jodek potasu–kwas askorbinowy, roztwór chlorowodorku hydroksyloaminy, roztwór borowodorku sodu, roztwory arsenu (podstawowy, wzorcowe i kalibracyjne) do oznaczania ilości arsenu, roztwory selenu (podstawowy, wzorcowe i kalibracyjne) do oznaczania ilości selenu oraz roztwory kompensujące (wzorcowy i zerowy). Roztwory wzorcowe arsenu i selenu powinny zawierać odpowiednie ilości kwasu chlorowodorowego, np. 3 cm^3 HCl na 100 cm^3 roztworu. Roztwory kalibracyjne arsenu i selenu można przygotować z odpowiednich rozcieńczonych roztworów wzorcowych w naczyniu stosowanym do pomiarów przez dodanie odczynników do redukcji wstępnej. Roztwór zerowy kompensujący zawiera wodę i kwas w identycznym stężeniu jak w roztworze próbki. Wszystkie odczynniki i roztwory przed wykonaniem oznaczenia należy przygotować według procedury opisanej w normie przedmiotowej.

W celu oznaczenia całkowitej zawartości arsenu do naczynia stosowanego do pomiarów w systemie do generacji wodorków należy wprowadzić i dokładnie wymieszać

---

stosuje się rozkład termiczny – mineralizację w podwyższonej temperaturze. Chmura wolnych atomów oznaczanego pierwiastka zdolnych do absorpcji promieniowania charakterystycznego jest wytwarzana w atomizerze. Stosuje się różne typy atomizerów: płomieniowe, elektrotermiczne (bezpłomieniowe), wodorowe – do pierwiastków łatwo tworzących wodorki, a atomizery zimnych par – do oznaczania rtęci. Technika atomowej spektrometrii absorpcyjnej z generacją wodorków (HGAAS ang. *Hidride Generation AAS*) w połączeniu z techniką generowania par stała się podstawową metodą oznaczania takich pierwiastków, jak: As, Se, Ge, Bi, In, Pb, Sn i Te. Monochromator eliminuje cały zakres promieniowania niebędącego promieniowaniem źródła, a przepuszcza jedynie promieniowanie emitowane przez oznaczany pierwiastek.