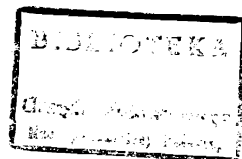


Opublikowano dnia 10 maja 1954 r.

G01n 33/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36094

Kl. 42 1, 3/01

Centrala Rybna

Przedsiębiorstwo Państwowe *)

(Warszawa, Polska)

Sposób ilościowego oznaczania metali ciężkich w artykułach spożywczych, konserwowanych

Udzielono patentu z mocą od dnia 21 listopada 1952 r.

Dopuszczalne ilości metali ciężkich: ołowiu, cyny i żelaza, w artykułach spożywczych są tak małe, iż oznaczanie ich znanymi metodami analitycznymi jest bardzo kłopotliwe, a niekiedy nawet niewykonalne. Ilości te wynoszą np. dla ołowiu 0,3 części na milion części artykułu spożywczego, dla cyny 100 części na milion, dla żelaza około 500 części na milion.

Wykryto obecnie, że ilościowe oznaczanie ołowiu, cyny i żelaza, zawartych ewentualnie w artykułach spożywczych konserwowanych, daje się szybko i łatwo określić z żadaną dokładnością za pomocą chromatografii. W tym przypadku oznaczenie ilościowe wspomnianych metali ciężkich polega na zidentyfikowaniu otrzymanego przy badaniu artykułu spożywczego chromatogramu z chromatogramem, otrzymanym z roz-

tworów wspomnianych metali o określonej z góry zawartości tych metali, np. w 1 ml roztworu wzorcowego. Zastosowanie znanej skądinąd chromatografii do ilościowego oznaczania zawartych w badanym artykule spożywczym metali ciężkich pozwala poważnie zmniejszyć wagę próbki, np. do około 50 g, co z kolei ułatwia jej spalanie i skraca czas potrzebny do wykonania oznaczenia. Ponadto samo oznaczanie może być dokonane przez pracowników o mniejszych kwalifikacjach niż to było konieczne dotychczas.

W celu dokonania ilościowego oznaczenia Pb, Sn i Fe w artykule spożywczym konserwowanym, np. w konserwie rybnej, należy materiał badany utrzyć w moździerzu na jednolitą masę, z której pobiera się 70—80 g. Z próbki tej odważa się w odtarowanej parownicy porcelanowej z dokładnością do 0,01 g, około 40—45 g masy, a następnie spala się ją całkowicie. Otrzymaną po spalaniu i wyprażeniu pozostałość w parownicy rozpuszcza się w 1 ml che-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr Halina Bukowska i mgr Danuta Jaworska.

micznie czystego HCl (c. wł. 1,19). Kroplę tego roztworu umieszcza się na pasku bibuły wyciętym z sączka wzdłuż promienia i tworzącym rodzaj języczka, odchylonego prostopadle do powierzchni sączka. Wolny koniec języczka zanurza się w octanie butylu. Sączek winien zawierać około 15 % wilgoci. Języczek spełnia zadanie knota. Octan butylu podchodzi po języczku do góry, porywając za sobą umieszczoną poprzednio kroplę badanego roztworu. W przypadku gdy badany roztwór zawiera Pb , Sn i Fe , sole ich rozdzielają się i rozmieszczają na sączku w postaci współśrodkowych pierścieni bezbarwnych o szerokości proporcjonalnej do ich zawartości w badanym roztworze. Po wysuszeniu sączka zwilża się go najkorzystniej przez nałożenie nań drugiego czystego sączka, nasyconego 0,5 % roztworem dithizonu w chloroformie, wskutek czego wspomniane pierścienie bezbarwne zabarwiają się na skutek reakcji dithizonu z Pb , Sn i Fe i tworzenia z nim związków barwnych. W przypadku obecności wszystkich trzech metali środkowy pierścień, odpowiadający związkowi Pb , jest zabarwiony na kolor różowy, następny pierścień współśrodkowy, odpowiadający Fe , zabarwiony jest na żółto, a wreszcie trzeci zewnętrzny pierścień, odpowiadający Sn , jest zabarwiony na kolor różowo-fioletowy.

W sposób podobny do opisanego wytwarza się chromatogramy z roztworów wzorcowych i porównywu je z chromatogramem, otrzymanym

uprzednio przy badaniu próbki artykułu spożywczego. Przy porównywaniu obu chromatogramów należy zwracać uwagę na szerokość pierścieni i natężenie barw. W świetle poza-fioletowym barwy pierścieni występują intensywniej.

Znając zawartość Pb , Fe i Sn w 1 ml roztworów wzorcowych, z których sporządzony chromatogram jest identyczny z chromatogramem badanym, można obliczyć procentową zawartość tych metali w badanym artykule spożywczym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ilościowego określania zawartości Pb , Sn i Fe w artykułach spożywczych konserwowanych, znamienny tym, że określenia tego dokonywa się za pomocą chromatografii na papierze.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że chromatogramy wytwarza się na sączku w postaci współśrodkowych pierścieni barwnych, których szerokość i natężenie barwy porównywa się z chromatogramami, otrzymanymi z wzorcowych roztworów Pb , Sn i Fe .
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że chromatogramy rozwija się na sączku za pomocą octanu butylu, a następnie zabarwia, zwilżając je dithizonem.

Centrala Rybna

Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych