



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **102671** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
G01N 33/02 (2006.01)
G01N 31/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

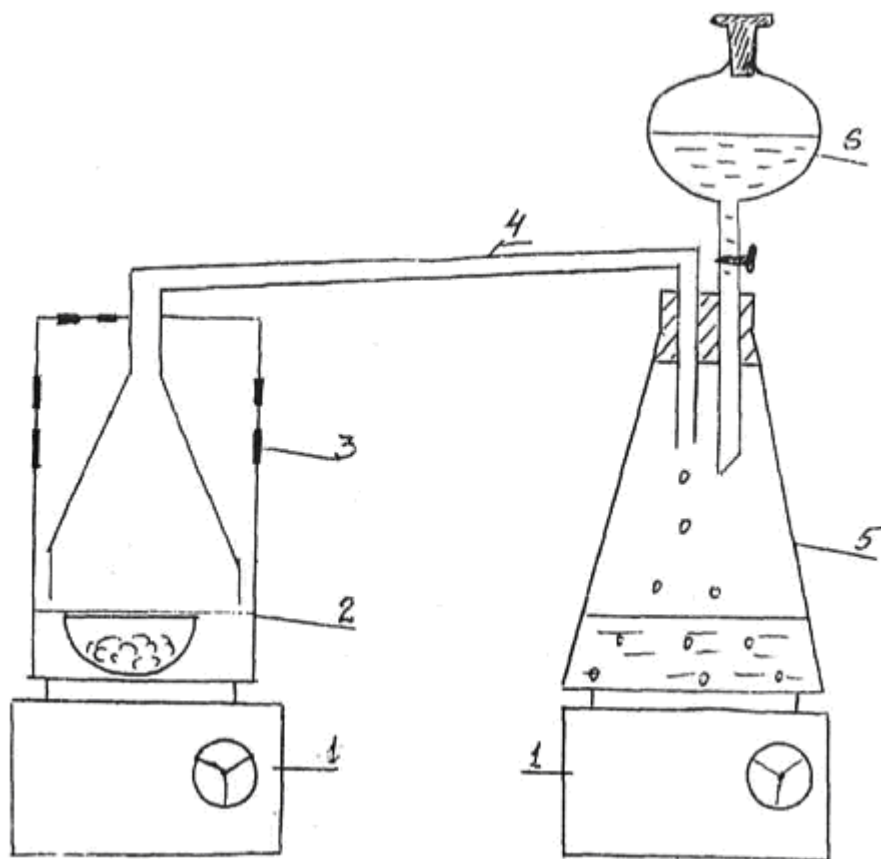
(21) Номер заявки: u 2015 05107	(72) Винахідник(и): Бакланова Лариса Володимирівна (UA), Бєлова Олена Олександрівна (UA), Бакланов Олександр Миколайович (UA)
(22) Дата подання заявки: 25.05.2015	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.11.2015	(73) Власник(и): УКРАЇНСЬКА ІНЖЕНЕРНО-ПЕДАГОГІЧНА АКАДЕМІЯ, вул. Університетська, 16, м. Харків, 61003 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.11.2015, Бюл.№ 21	

(54) СПОСІБ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ ПРОБ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СВИНЦЮ ТА КАДМІЮ

(57) Реферат:

Спосіб мінералізації проб харчових продуктів для визначення свинцю та кадмію включає обвуглювання на електроплитці з інтенсифікацією інфрачервоним опроміненням з наступним спалювання у електропечі при температурі 450-500 °С. Після інфрачервоного опромінення обвуглені харчові продукти обробляють парами газоподібних окиснювачів - хлору або оксидів азоту до появи золи білого або біло-сірого кольору.

UA 102671 U



Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме до способів мінералізації проб харчових продуктів для наступного визначення свинцю та кадмію, і може бути використана у харчовій галузі промисловості для визначення свинцю та кадмію.

Відомий спосіб мокрої мінералізації харчових продуктів дією окиснювачів: пероксиду гідрогену, азотної кислоти, хлорної кислоти або їх сумішей [1]. Недоліком способу є забруднення проби елементами, що визначаються, завдяки введенню великих кількостей окиснювачів (20-100 см³ на 0,5-1,0 г проби), а також тривалість процесу (3-6 годин).

Відомим є також спосіб мокрої мінералізації харчових продуктів [2], який включає мінералізацію проби окиснювачем - пероксидом гідрогену або сумішшю пероксиду гідрогену та азотної кислоти з інтенсифікацією процесу одночасною дією ультразвуку низької 10-100 кГц та високої 1-5 МГц частот. Недоліком відомого способу є неможливість одночасно мінералізувати більш як 1 пробу, а також складність апаратури, що пов'язано з необхідністю використання двочастотного ультразвуку.

Найбільш близьким аналогом запропонованої корисної моделі є спосіб сухої мінералізації харчових продуктів, що включає обвуглювання на електроплитці з інтенсифікацією ІЧ (інфрачервоним) опроміненням з наступним спалювання у електропечі при температурі 450-500 °С [3]. Спосіб забезпечує повну мінералізацію харчових продуктів. Однак він має недоліки - тривалість процесу від 6 до 40 годин, недостатня відтворюваність результатів аналізу.

В основу корисної моделі, що заявляється, поставлена задача зменшення часу, що витрачається на мінералізацію, і покращення метрологічних характеристик результатів аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що проби харчових продуктів після обвуглювання на електроплитці з інтенсифікацією інфрачервоним опроміненням з наступним спалюванням у електропечі при температурі 450-500 °С, згідно з корисною моделлю, обробляють парами газоподібних окиснювачів - хлору або оксидів азоту до появи золи білого або біло-сірого кольору.

Спільними суттєвими ознаками найближчого аналога і способу, що заявляється, є обвуглювання проби харчового продукту на електроплитці з інтенсифікацією ІЧ опроміненням. Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та технічним результатом пояснюється тим, що обвуглені проби харчових продуктів обробляють газоподібними окиснювачами - хлором або оксидами азоту при нагріванні на електроплитці до утворення золи білого або біло-сірого кольору, що обумовлено більш високою ефективністю газоподібних окиснювачів перед рідинними окиснювачами завдяки легшому доступу останніх до часток обвугленої проби. Використання як окиснювачів саме хлору або оксидів азоту обумовлено необхідністю підтримання реакції окиснення харчових продуктів на достатньому рівні. Більш уповільнена швидкість окиснення призводить до збільшення часу аналізу.

Реалізацію корисної моделі представлено на кресленні, на якому зображено прилад для інтенсифікації мінералізації харчових продуктів парами окиснювачів - загальний вигляд.

Спосіб здійснюють наступним чином. Наважку харчового продукту масою 10,00-20,00 г у кварцовій чашці обережно обвуглюють на електроплитці, не допускаючи розбризкування. При цьому пробу опромінюють від ІЧ-лампи 750 Вт. Відстань від лампи до проби і температуру нагріву регулюють таким чином, щоб не допустити розбризкування проби. Після обвуглювання чашку з обвугленою пробю знімають і встановлюють в прилад, зображений на кресленні. Прилад складається з електроплитки з регульованою потужністю до 1,5 кВт 1, на яку встановлюється кварцова колба 2 місткістю 1500 мл, що складається з двох частин. У верхній частині є отвори для підсосу повітря і відводу димових газів 3, а також підвідна трубка, 4 (діаметром 7 мм), поєднана з колбою 5. Колба 5 призначена для отримання окиснювачів в газоподібній формі, має пришліфовану пробку з крапельницею 6. Колба 5 встановлена на електроплитці з регульованою потужністю 600 Вт. Довжина відвідної трубки 4-250 мм. Далі в колбу 5 і в крапельницю 6 поміщали певні кількості реактивів і пропускали пари окиснювачів протягом вибраного часу. Після цього чашку з пробю виймали з приладу, перетирали грудочки золи, що спеклися, скляною паличкою, золу з палички змивали водою. Воду упарювали на електроплитці і поміщали чашку з пробю в муфельну піч; протягом години плавно піднімали температуру від 250 до 450 °С і витримували при цій температурі протягом відповідного часу. Процес закінчували при появі золи білого або світло-сірого кольору без виразних темних включень. Після охолодження проби її для визначення свинцю і кадмію розчиняли в 5-6 мл азотної кислоти (1:1) і доводили об'єм розчину бідистильованою водою до 10 мл.

Як окиснювачі використовували такі: 1) кисень, отриманий при взаємодії перекису водню з перманганатом калію в кислому середовищі; 2) хлор, отриманий при взаємодії соляної кислоти і перекису водню; 3) оксиди азоту (пари), отримані при кип'ятінні азотної кислоти; 4) оксиди азоту

(пари), отримані при нагріванні нітрату амонію і концентрованої азотної кислоти; 5) оксиди азоту (пари), отримані при нагріванні суміші азотної і сірчаної кислот.

Вибір окиснювачів здійснювали, виходячи з рекомендацій, викладених в [4-6]. Сvineць та кадмій визначали в отриманому мінералізаті атомно-абсорбційним методом [4]. Паралельно ті ж самі проби харчових продуктів готують до аналізу за способом за прототипом і визначають вміст свинцю та кадмію. Крім цього, у проби, що аналізуються, вводять відому кількість свинцю і кадмію і проводять аналіз відповідно до вищеописаного.

У табл. 1 наведені результати порівняння способів підготовки проб харчових продуктів при визначенні свинцю та кадмію.

У способі за прототипом використовували суху мінералізацію з ІЧ опроміненням згідно з [3]. Атомно-абсорбційне визначення свинцю та кадмію у отриманому мінералізаті проводили згідно з [4].

У способі, що заявляється, використовували суху мінералізацію з ІЧ опроміненням згідно з [3] з наступною обробкою хлором, отриманим при взаємодії соляної кислоти і перекису водню. Атомно-абсорбційне визначення свинцю та кадмію у отриманому мінералізаті проводили згідно з [4].

Таблиця 1

Порівняння способів мінералізації проб харчових продуктів при визначенні свинцю та кадмію

Найменування продукту	Введено Pb і Cd по мг/кг		Знайдено мікроелементів, мг/кг/ Відносне стандартне відхилення (n=6)			
	Pb	Cd	Pb	S _r	Cd	S _r
Спосіб, що пропонується						
М'ясо свинина	0	0	0,12	0,089	0,045	0,078
	0,10	0,050	0,20	0,087	0,100	0,075
Риба "Тунець" охолоджена	0	0	0,10	0,093	0,019	0,079
	0,20	0,020	0,30	0,084	0,040	0,072
Молоко пастеризоване	0	0	0,07	0,090	0,012	0,076
	0,10	0,020	0,18	0,088	0,030	0,078
Крупа пшенична, в/г	0	0	0,15	0,082	0,013	0,075
	0,15	0,020	0,30	0,080	0,029	0,073
Хліб "Врожайний»	0	0	0,07	0,082	0,039	0,076
	0,10	0,030	0,16	0,085	0,065	0,079
Яблука	0	0	0,06	0,086	0,016	0,071
	0,10	0,020	0,17	0,088	0,033	0,073
Спосіб за прототипом						
М'ясо свинина	0	0	0,14	0,101	0,047	0,089
	0,10	0,050	0,23	0,101	0,102	0,084
Риба "Тунець" охолоджена	0	0	0,78	0,101	0,042	0,082
	0,20	0,020	0,99	0,095	0,059	0,089
Молоко пастеризоване	0	0	0,08	0,100	0,014	0,084
	0,10	0,020	0,17	0,100	0,032	0,087
Крупа пшенична, в/г	0	0	0,25	0,100	0,016	0,082
	0,15	0,020	0,39	0,094	0,032	0,085
Хліб "Врожайний»	0	0	0,08	0,095	0,033	0,087
	0,10	0,030	0,16	0,092	0,064	0,083
Яблука	0	0	0,07	0,101	0,012	0,085
	0,10	0,020	0,15	0,093	0,030	0,081

З табл. 1 випливає, що найбільш точні результати визначення свинцю та кадмію виходять при використанні способу, що пропонується. При використанні способу за прототипом відносне стандартне відхилення результатів аналізу становить S_r=0,081-0,089 при визначенні кадмію і S_r=0,093-0,101 при визначенні свинцю; а у способі, що пропонується, відповідно S_r=0,072-0,079 і S_r=0,080-0,090.

У табл. 2 наведено вплив різних окиснювачів на час мінералізації. Як окиснювачі використовували такі: 1) кисень, отриманий при взаємодії перекису водню з перманганатом

калію в кислому середовищі; 2) хлор, отриманий при взаємодії соляної кислоти і перекису водню; 3) оксиди азоту (пари), отримані при кип'ятінні азотної кислоти; 4) оксиди азоту (пари), отримані при нагріванні нітрату амонію і концентрованої азотної кислоти; 5) оксиди азоту (пари), отримані при нагріванні суміші азотної і сірчаної кислот.

5 Вибір окиснювачів здійснювали, виходячи з рекомендацій, викладених в [4-6].

10 3 табл. 2 видно, що обробка проб парами окиснювачів прискорює процес сухої мінералізації в 1,5-4,0 рази у порівнянні з використанням класичної сухої мінералізації [1]. Позитивний ефект спостерігається для усіх окиснювачів, крім кисню. При використанні кисню мінералізація проби протікає дуже бурхливо з втратами матеріалу. Слід також зазначити, що найбільш істотне прискорення процесу сухої мінералізації спостерігається для хлібопродуктів. При мінералізації продуктів тваринного походження спосіб менш ефективний, що пояснюється тривалістю обуглювання проби (табл. 2). 3 табл. 2 також видно, що використання інтенсифікації сухої мінералізації ІЧ-опромінюванням проби призводить до прискорення процесу на 10-12 %, а час прожарювання проби в муфельній печі може бути при цьому скорочений в 1,5-2 рази.

15

Таблиця 2

Вплив різних окиснювачів на час сухої мінералізації

Найменування продукту. Окиснювач	Час обуглювання проб, год.		Обробка парами окиснювача, хв.	Обробка в муфельній печі до отримання золи білого або біло-сірого кольору, год.
	Тільки ел. плит.	Ел. плит. з ІЧ лампою		
1	2	3	4	5
0*	6	-	-	10
0	-	4	-	11
1	6	-	Мінералізація проби протікає дуже бурхливо з втратами матеріалу	
1	-	4		
2	-	4	10	9
2	-	4	15	8
2	-	4	30	8
2	6	-	30	9
3	-	4	10	7
3	-	4	15	6
3	-	4	30	6
3	6	-	30	8
4	-	4	10	5
4	-	4	15	4
4	-	4	20	3
4	-	4	30	3
4	6	-	30	6
5	-	4	10	4
5	-	4	15	3
5	-	4	20	2
5	-	4	30	2
5	6	-	30	4
0**	16	-	-	13
0	-	15	-	13
1	16	-	Мінералізація проби протікає дуже бурхливо з втратами матеріалу	
1	-	15		
2	-	15	10	12
2	-	15	15	11
2	-	15	30	11
2	16	-	30	12
3	-	15	10	9
3	-	15	15	8
3	-	15	30	7
3	16	-	30	9
4	-	15	10	6

Найменування продукту. Окиснювач	Час обвуглювання проб, год.		Обробка парами окиснювача, хв.	Обробка в муфельній печі до отримання золи білого або біло-сірого кольору, год.
	Тільки ел. плит.	Ел. плит. з ІЧ лампою		
4	-	15	15	5
4	-	15	20	4
4	-	15	30	4
4	16	-	30	6
5	-	15	10	5
5	-	15	15	4
5	-	15	20	4
5	-	15	30	4
5	6	-	30	5
0***	26	-	-	18
0	-	23	-	17
1	26	-	Мінералізація проби протікає дуже бурхливо з втратами матеріалу	
1	-	23		
2	-	23	10	15
2	-	23	15	14
2	-	23	30	14
2	26	-	30	15
3	-	23	10	11
3	-	23	15	11
3	-	23	30	10
3	26	-	30	11
4	-	23	10	8
4	-	23	15	7
4	-	23	20	7
4	-	23	30	7
4	26	-	30	8
5	-	23	10	7
5	-	23	15	6
5	-	23	20	5
5	-	23	30	5
5	26	-	30	6

* - Хліб білий 1 с., ** - м'ясо яловичина, *** - олія соняшникова; 0 - без введення окиснювачів; 1 - кисень, отриманий при взаємодії пероксиду водню з перманганатом калію в кислому середовищі; 2 - хлор, отриманий при взаємодії соляної кислоти і пероксиду водню; 3 - оксиди азоту (пари), отримані при кип'ятінні азотної кислоти; 4 - оксиди азоту (пари), отримані при нагріванні нітрату амонію і концентрованої азотної кислоти; 5 - оксиди азоту (пари), отримані при нагріванні суміші азотної та сірчаної кислот.

5 Порівняння способу, що заявляється, зі способом за прототипом показує, що він має, на відміну від способу по прототипу, істотні відмінності, які дозволяють зменшити час сухої мінералізації та покращити відтворюваність результатів аналізу визначення вмісту свинцю та кадмію у харчових продуктах.

10 Приклад конкретного виконання. Наважку хліба білого масою 15,00 г у кварцовій чашці обережно обвуглюють на електроплитці з опроміненням від ІЧ лампи 750 Вт протягом 4 хв., при цьому відстань від лампи до проби і температуру нагріву регулюють таким чином, щоб не допустити розбризкування проби. Після обвуглювання чашку з обвугленою пробю знімають і встановлюють в прилад, зображений на кресленні. Обробляють парами оксидів азоту, отриманих при кип'ятінні азотної кислоти, протягом 10 хв. Після цього чашку з пробю виймають з приладу, перетирають грудочки золи, що спеклися, скляною паличкою, золу з палички змивають дистильованою водою. Воду упарюють на електроплитці і поміщають чашку з пробю 15 у муфельну піч; протягом години плавно піднімають температуру від 250 до 450 °С і витримують при цій температурі протягом близько 7 хв. до отримання золи білого або світло-сірого кольору без виразних темних включень. Після охолодження проби її для визначення свинцю і кадмію

розчиняють в 5-6 мл азотної кислоти (1:1) і доводять об'єм розчину бідистильованою водою до 10 мл. Вміст свинцю і кадмію визначають атомно-абсорбційним методом [3].

Таким чином, експеримент показав, що використання після ІЧ опромінення обвуглених харчових продуктів обробки парами газоподібних окиснювачів - хлору або оксидів азоту до появи золи білого або біло-сірого кольору дозволяє зменшити час, що витрачається на мінералізацію, і покращити метрологічні характеристики результатів аналізу.

Джерела інформації:

1. Атомно-абсорбционные методы определения токсичных элементов в пищевых продуктах и пищевом сырье. Методические указания Утверждены Государственным комитетом санитарно-эпидемиологического надзора Российской Федерации 25 декабря 1992 г. № 01-19/47-11.

2. Чмиленко Ф.О., Бакланов О.М., Бохан Ю.В. Спосіб мінералізації харчових продуктів // Патент України № 72156 А, опубл. 17.01.2005, бюл. № 1.

3. ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов.

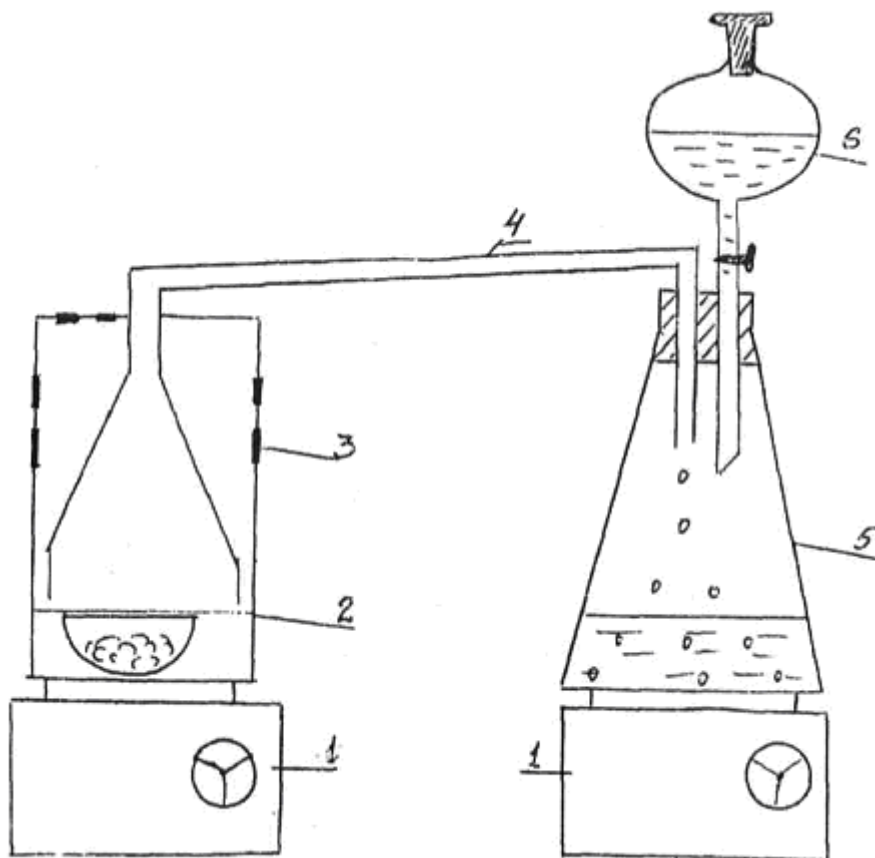
4. ГОСТ 30178-96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов.

5. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. - М.: Химия, 1984. - 432 с.

6. Химический состав пищевых продуктов: справочные таблицы содержания аминокислот, жирных кислот, витаминов, макро и микроэлементов, органических кислот и углеводов. / Под ред. М.Ф. Нетесина и И.М. Скурихина. - М.: Пищ. пром-сть, 1979. - 247 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб мінералізації проб харчових продуктів для визначення свинцю та кадмію, що включає обвуглювання на електроплитці з інтенсифікацією інфрачервоним опроміненням з наступним спалювання у електропечі при температурі 450-500 °С, який **відрізняється** тим, що після інфрачервоного опромінення обвуглені харчові продукти обробляють парами газоподібних окиснювачів - хлору або оксидів азоту до появи золи білого або біло-сірого кольору.



Комп'ютерна верстка М. Мацело

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601