



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 41839

(13) A

(51) 7 C01G3/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МІКРОКІЛЬКОСТЕЙ КУПРУМУ /П/

1

(21) 2001053130
(22) 07.05.2001
(24) 17.09.2001
(46) 17.09.2001, Бюл. № 8, 2001 р.
(72) Костенко Єлизавета Євгенівна
(73) УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ
(57) Спосіб визначення мікрокількостей купруму

2

(П) шляхом підготовки проби методом сухого озолення, розчинення золи, фотометричного визначення купруму (П) в аліквотній частині розчину золи за допомогою металохромного індикатора, який відрізняється тим, що проводиться селективне фотометричне визначення купруму (П) у водному розчині, як металохромний індикатор використовують сульфоназо Ш при рН=5-7.

Винахід відноситься до області аналітичної хімії і може бути використаний для контролю якості харчових продуктів та сировини, у навчальному процесі та науково-дослідній роботі.

Відомий спосіб кількісного визначення мікрокількостей купруму (П) у різних об'єктах за допомогою екстракційно-фотометричного методу з використанням діетилдітіокарбамату натрію, який в присутності катіонів, що заважають потребує їх попереднього маскуванню (ГОСТ 26931 - 86. Сырье и продукты пищевые. Методы определения меди. с.51 - 54).

Недоліком цього способу є низька селективність та необхідність використання токсичних органічних розчинників.

Як прототип винаходу пропонується спосіб кількісного визначення мікрокількостей купруму (П) шляхом додавання NH_4OH до розчину, що містить не більше 40 мкг купруму до рН<1, наступної багатократної екстракції дитизоном (1 см³ 0,002 %-ного розчину дитизону відповідає 2,5 мкг купруму), до тих пір поки остання порція не змінюватиме зелене забарвлення, зливання шару CCl_4 у хімічний стакан, коли дитизон зеленого кольору повністю перейде у фіолетовий $\text{Cu}(\text{HDz})_2$; вимивання останньою порцією розчину дитизону повинно продовжуватися не менше 3 хв.; видалення з об'єднаних екстрактів вільного дитизону перемішуванням з NH_4OH ; наступного розведення фіолетового розчину дитизонату CCl_4 у мірній колбі місткістю 50 см³ або менше в залежності від кількості купруму; перемішування та фотометрирування при 550 нм відносно розчинника. (Марченко З. Фотометрическое определение элементов. М.: Мир, 1971.

С.242). Цей метод має ряд недоліків: передбачає складну багатостадійну експериментальну частину з використанням багатократної екстракції токсичним органічним розчинником.

В основу винаходу покладено завдання створення нової селективної, чутливої, простої у використанні методики визначення мікрокількостей купруму (П) у харчових продуктах та сировині, що не потребує використання токсичних екстрагентів і коштовного обладнання, дозволяє отримувати точні, відтворювані результати.

Поставлена задача вирішується тим, що готують пробу методом сухого озолення, розчиняють золу і фотометричне визначають купрум (П) у аліквотній частині розчину золи за допомогою металохромного індикатора. Згідно винаходу проводиться селективне фотометричне визначення купруму (П), де в ролі металохромного індикатора використовують сульфоназо Ш у водному розчині при рН = 5 - 7.

Причинно-наслідковий зв'язок між суттєвими ознаками і технічним результатом полягає в наступному: запропонований спосіб дає змогу спростити експериментальну частину визначення; не потребує маскуванню іонів елементів, що заважають визначенню купруму (П) у харчових об'єктах; не потребує використання токсичних екстрагентів; підвищує селективність визначення за рахунок специфічних умов експерименту; підвищує точність визначення за рахунок скорочення кількості операцій та підвищення селективності; дозволяє проводити масові експресні визначення у промислових умовах.

Спосіб визначення мікрокількостей купруму (П) у харчових продуктах та сировині за методом добавок реалізується наступним чином: у декількох тиглях

(13) A

(11) 41839

(19) UA

зважують проби досліджуваного продукту, висушують, спалюють у муфельній печі з додаванням нітратної кислоти, золу розчиняють у розведений нітратній кислоті, розчини з усіх тиглів переносять у мірну колбу, доводять до риски водою, відбирають аліквотну частину приготовленого розчину золи, створюють рН = 5 - 7 розчинами нітратної кислоти та їдкого лугу, контролюючи рН на іонометрі, вносять водний розчин індикатора сульфоназо Ш, перемішують і вимірюють оптичну густину отриманого розчину відносно контрольної проби (розчин сульфоназо Ш при тому ж значенні рН). У другій серії тиглів зважують такі ж проби досліджуваного продукту, додають точно відому кількість стандартного розчину купруму (П) і проводять аналогічні операції. Вміст купруму (П) визначають за формулою:

$$m_x = m_{ст} \cdot A_x / (A_{x+ст} - A_x),$$

де:

m_x - вміст купруму (П) у досліджуваній пробі, мкг;

$m_{ст}$ - маса стандартної добавки купруму (П), мкг;

A_x - оптична густина досліджуваного розчину;

$A_{x+ст}$ - оптична густина досліджуваного розчину зі стандартною добавкою;

Розроблений спосіб кількісного визначення мікрокількостей купруму (П) у порівнянні з існуючим способом забезпечує такі переваги:

А) дає можливість значно спростити експериментальну частину визначення;

Б) не потребує роботи з токсичними органічними реагентами;

В) підвищує селективність визначення за рахунок проведення експерименту у специфічних умовах;

Г) підвищує точність визначення за рахунок скорочення кількості операцій та підвищення селективності;

Д) дозволяє проводити масові експресні визначення у промислових умовах.

Порівняльна характеристика методик визначення мікрокількостей купруму (П) у харчових об'єктах за прототипом і за запропонованим способом наведена у таблиці 1.

Спосіб здійснюється таким чином: у п'ять

фарфорових тиглів вносять по 10 г аналізованого продукту, висушують на пісочній бані, прожарюють у муфельній печі, починаючи з 250°C, піднімаючи температуру на 50° кожні 30 хв до 450°C. Потім додають 4 краплі HNO_3 конц. і прожарюють іще 30 хв при 450°C, до отримання білої золи. Останню розчиняють у 2 м HNO_3 і кількісно переводять з усіх тиглів в мірну колбу місткістю 100,00 cm^3 , доводять до риски дистильованою водою. З вихідного розчину золи відбирають піпеткою 5,00 cm^3 в мірну колбу місткістю 25,00 cm^3 , створюють рН 5 - 7 розчинами HNO_3 і NaOH , контролюючи кислотність за допомогою іонометра И-160, додають 1 cm^3 10^{-3} м водного розчину сульфоназо Ш, доводять водою до риски, перемішують і вимірюють оптичну густину при 600 нм відносно контрольної проби, яка містить всі компоненти крім аналізованого розчину. Вимірювання проводять при $l = 1$ см на КФК - 3 через 10 хв після змішування розчинів. Комплекс купруму (П) з сульфоназо Ш стійкий на протязі доби. При аналізі м'ясопродуктів доцільне маскування феруму (Ш) гідроксиламіном перед внесенням розчину сульфоназо Ш.

Паралельно готують п'ять таких самих проб, що містять по 0,1 cm^3 10^{-3} м розчину купруму (П) у кожному тиглі і виконують всі вищевказані операції.

Вміст купруму (П) обчислюють за формулою:

$$m_{Cu} = m_{ст} \cdot A_x / (A_{x+ст} - A_x),$$

де: m_{Cu} - вміст купруму (П) у досліджуваній пробі, мкг;

$m_{ст}$ - маса стандартної добавки купруму (П), мкг;

A_x - оптична густина досліджуваного розчину;

$A_{x+ст}$ - оптична густина досліджуваного розчину з добавкою.

Таким чином, впровадження даного способу дасть змогу значно спростити експериментальну частину визначення мікрокількостей купруму (П) у харчових продуктах та сировині; підвищити селективність і точність визначення; дозволить не використовувати токсичні органічні розчинники; проводити масові експресні визначення у промислових умовах.

Таблиця 1

Результати визначення купруму (П).

Назва продукту	Вміст купруму(П) за запропонованим способом, мкг/л	Вміст купруму(П) за способом прототипу, мкг/л	Вміст купруму(П), визначений за стандартною діетилдітіокарбаматною методикою, мкг/л
Кукурудзяні пластівці	0,78 ± 0,03	0,77 ± 0,03	0,73 ± 0,04
Гречані палички	1,30 ± 0,02	1,50 ± 0,03	1,48 ± 0,05
Горохові палички	2,10 ± 0,02	2,20 ± 0,03	2,28 ± 0,04