

Винахід відноситься до способів визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі і може бути використаний у харчовій промисловості.

Відомий спосіб визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі, який включає суху мінералізацію, розчинення золи у соляній кислоті та визначення вмісту елементів полярографічним методом (ГОСТ 26927-86 - ГОСТ 26935-86 Сырье и продукты пищевые: Методы определения токсичных элементов. М.: Гос.ком.СССР по стандартам, 1986. 85с.). Недоліком способу є тривалість мінералізації, 30 годин і більше та втрата елементів, що визначаються.

Є також спосіб визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі, який включає суху мінералізацію, розчинення золи у соляній кислоті та визначення вмісту елементів полум'яним атомно-абсорбційним методом (СТ СЭВ 5341 Атомно-абсорбционное определение тяжелых металлов в пищевых продуктах). Недоліком способу є тривалість мінералізації, 30 годин і більше та втрата елементів, що визначаються.

Найбільш близьким до способу, що заявляється (прототип), є спосіб визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі, який включає розчинення продукту у воді, кип'ятіння розчину з оцтовою кислотою, екстрагування елементів у вигляді діетилдитіокарбамінатів у хлороформ та визначення вмісту елементів атомно-абсорбційним методом (Хавезов И.; Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ. Л.: Химия, 1983. 144с.). Недоліком способу є невелика ступінь витягнення елементів - 90% та неможливість кількісної екстракції елементів при концентрації цукру більш ніж 15г/дм та у зв'язку з чим, невелика чутливість аналізу. Також недоліком способу є тривалість екстрагування до 30хв.

У основу винаходу поставлена задача збільшення ступіні витягнення свинцю, міді та кадмію, шляхом обробки розчину дією ультразвукових коливань, що забезпечує зменшення часу екстрагування та збільшення концентрації цукру при якій досягається кількісне екстрагування елементів.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі визначення свинцю, міді і кадмію у цукрі та продуктах на його основі, що включає розчинення продукту у воді, кип'ятіння розчину з оцтовою кислотою, екстрагування елементів у вигляді діетилдитіокарбамінатів у хлороформ та визначення вмісту елементів атомно-абсорбційним методом; продукт розчиняють у воді до концентрації цукру не більш ніж 75г/дм<sup>3</sup>, а отриманий розчин обробляють дією ультразвукових коливань частотою 20-44кГц, інтенсивністю, не менш ніж 10вт/см на протязі не менш ніж 3-хвилин.

Кількісне (ступінь витягнення >90% екстракційне концентрування свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру можливо, при попередньому кип'ятінні, до концентрації цукру <15г/дм<sup>3</sup> при попередній обробці розчинів ультразвуком, до концентрації <75г/дм<sup>3</sup> (табл.1). Без попередньої обробки розчинів цукру кількісного екстрагування елементів не відбувається (табл.1). Таким чином попередня обробка розчинів цукру ультразвуком дає можливість аналізувати більш концентровані розчини цукру. Оптимальними параметрами ультразвуку є частота - 20-44кГц, інтенсивність >10Вт/см<sup>2</sup>, час дії >3хв (Табл.2, 3, 4). Обробка розчинів цукру ультразвуком таких параметрів приводить до збільшення ступіні вилучення свинцю з 90 до 95%, міді з 90 до 99% кадмію з 90 до 97%. При цьому час екстрагування свинцю і кадмію зменшується з 30 до 5хв., а міді з 30 до 3хв. (Табл.2, 3, 4).

У табл.5, 6 наведені результати дослідів по порівнянню способів визначення свинцю, міді і кадмію по прототипу та по способу, що заявляється. З табл.5, 6 слідує, що спосіб, який заявляється, має більшу чутливість та експресність та кращі метрологічні характеристики. Для кращого розуміння винаходу, що заявляється наводимо такий приклад:

Приклад

75,00г цукру (або продукту на його основі) розчиняють у 500-700см<sup>3</sup> дистильованої води. Об'єм розчину розбавляють до 1000см<sup>3</sup>, у розчин опускають іагнострикийний випромінювач та обробляють його ультразвуком частотою 20-44кГц, інтенсивністю не менш ніж 10Вт/см<sup>2</sup> на протязі не менш ніж 3хв. Розчин переносять у лійку ділілну та приливають 3м розчин NaOH до рН 9,5см 3% розчину діетилдитіокарбамінату натрію, 10см<sup>3</sup> хлороформу і екстрагують свинець; мідь та кадмій на протязі 5хв. Екстракт зливають у фарфорову чашку. Екстракцію повторюють, а екстракти об'єднують.

Екстракти випарюють на електроплитці до сухого залишку у присутності 5см<sup>3</sup> азотної кислоти (1:1). Сухий залишок розчиняють у 5см<sup>3</sup> соляної кислоти (1:1). У отриманому розчині визначають вміст свинцю, міді та кадмію полум'яним атомно-абсорбційним методом (Хавезов И., Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ. Л.: Химия, 1983. 144с.).

Чутливість визначення свинцю, міді та кадмію - 0,067, 0,013 і 0,004мг/кг відповідно.

Результати дослідів наведені у табл.1-6.

Таблица 1.

Вплив концентрації цукру на ступінь витягнення свинцю, міді та кадмію ,

Концентрація цукру, г/дм <sup>3</sup> ,	Ступінь вилучення Pb, Cu, Cd, %								
	1)			2)			3)		
	Pb	Cu	Cd	Pb,	Cu	Cd	Pb	Cu	Cd
10	12	16	14	90	92	92	90	99	99
15	4	6	5	90	90	90	98	99	99
16	-	-	-	88	90	89	98	99	99
20	-	-	-	80	84	82	98	99	98
30	-	-	-	55	58	56	96	99	98
70	-	-	-	12	17	14	95	99	97
75	-	-	-	10	12	11	94	97	95
76	-	-	-	8	10	10	88	93	89

80	-	-	-	5	7	6	74	88	78
----	---	---	---	---	---	---	----	----	----

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів.

1) - попередня обробка розчинів цукру не проводилася

2) - розчини цукру кип'ятили на протязі 20хв. в 20см<sup>3</sup> льодяної оцтової кислоти (на 1дм<sup>3</sup> розчину).

3) - розчини цукру обробляли ультразвуком частотою 36кГц, інтенсивністю 10Вт/см на протязі 3хв.

Таблиця 2

Вплив частоти ультразвуку на ступінь вилучення та на час екстрагування свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Частота УЗ кГц	Ступінь вилучення мікроелементів R, (%) і час екстрагування, t, хв					
	Pb		Cu		Cd	
	R	t	R	t	R	t
18	82	12	93	8	90	10
20	94	5	98	4	97	6
24	95	6	99	4	96	6
28	94	5	98	4	96	6
32	95	5	99	4	96	6
36	95	6	99	3	97	5
40	95	5	99	4	97	5
44	95	5	99	3	97	5
46	92	8	99	4	96	5
47	90	11	95	6	93	8

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів. Інтенсивність ультразвуку - 10Вт/см<sup>2</sup>, час дії - 3хв. Концентрація цукру - 75г/дм<sup>3</sup>.

Таблиця 3

Вплив інтенсивності ультразвуку на ступінь вилучення та на час екстрагування свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Інтенсивність Вт/см <sup>2</sup>	Ступінь вилучення мікроелементів R, (%) і час екстрагування, t, хв.					
	Pb		Cu		Cd	
	R	t	R	t	R	t
0	75	37	93	15	84	15
2	78	30	94	15	85	15
5	78	30	94	10	89	12
8	83	18	95	8	90	10
10	95	6	99	3	97	5
12	95	5	99	3	97	5

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів. Частота ультразвуку - 36кГц, час дії - 3хв. Концентрація цукру - 75г/дм<sup>3</sup>.

Таблиця 4

Вплив часу дії ультразвуку на ступінь вилучення та на час екстрагування свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Час дії УЗ, хв.	Ступінь вилучення мікроелементів R, (%) і час екстрагування, t, хв					
	Pb		Cu		Cd	
	R	t	R	t	R	t
0	75	37	93	15	84	15
1,0	87	15	94	10	90	8
1,5	90	12	95	10	94	8
2,0	93	10	95	7	96	6
2,5	94	8	97	5	96	6
3,0	95	6	99	3	97	5
3,5	95	6	99	4	97	5
4,0	95	5	99	4	97	5

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів. Інтенсивність ультразвуку - 10Вт/см<sup>2</sup> Частота - 36кГц. Концентрація цукру - 75г/дм<sup>3</sup>.

Таблиця 5

Результати визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі

Найменування проби	Введено Pb, Cu, Cd мг/кг	Знайдено мікроелементів, мг/кг											
		Спосіб визначення, що заявляється						Спосіб визначення по прототипу					
		Pb	Sr	Cu	Sr	Cd	Sr	Pb	Sr	Cu	Sr	Cd	Sr
Цукор	0	0,302	0,075	0,254	0,058	0,0045	0,085	0,287	0,118	0,243	0,114	0,0041	0,125
	0,100	0,398	0,071	0,256	0,055	0,1038	0,056	0,365	0,116	0,314	0,112	0,0972	0,115
Напій "Вишня"	0	0,365	0,073	0,328	0,053	0,0061	0,078	0,341	0,117	0,311	0,112	0,0057	0,127
	0,100	0,499	0,068	0,425	0,050	0,1054	0,058	0,427	0,115	0,488	0,113	0,1025	0,114
Напій "Барбарис"	0	0,421	0,069	0,275	0,054	0,0063	0,083	0,396	0,115	0,257	0,115	0,0058	0,126
	0,100	0,517	0,065	0,373	0,052	0,1052	0,057	0,473	0,112	0,341	0,110	0,1005	0,112
Напій "Лимон"	0	0,356	0,073	0,392	0,051	0,0057	0,085	0,328	0,116	0,373	0,112	0,0052	0,123
	0,100	0,460	0,068	0,489	0,053	0,1053	0,054	0,407	0,115	0,447	0,108	0,1031	0,115
Напій "Оранж"	0	0,383	0,070	0,294	0,054	0,0052	0,087	0,365	0,116	0,278	0,114	0,0048	0,125
	0,100	0,481	0,066	0,392	0,052	0,1056	0,053	0,439	0,114	0,362	0,115	0,0991	0,115

У таблиці представлені усереднені результати шести дослідів. Аналізували сухі напої виробництва Слов'янського солевиварювального комбінату.

Таблиця 6

Порівняння способів визначення свинцю, міді та кадмію у цукрі та продуктах на його основі

Методики аналізу	Спосіб, що заявляється			Спосіб по прототипу		
Показники	Pb	Cu	Cd	Pb	Cu	Cd
1	2	3	4	5	6	7
Чутливість, мг/кг	0,07	0,013	0,004	0,34	0,065	0,02
Відносне стандартне відхилення; не більше	0,075	0,058	0,087	0,118	0,115	0,127
Час аналізу однієї проби, не більше, хв.	18-25			48-55		