

Винахід відноситься до галузі виміру хімічного складу, до аналітичної хімії та хімічної технології харчових продуктів.

Відомий спосіб мінералізації харчових продуктів шляхом спалювання у муфельній печі. Спосіб забезпечує повну мінералізацію харчових продуктів. Недоліком способу є тривалість процесу (від 3 до 40 годин), а також втрати легколетючих елементів [1].

Більш експресним є спосіб мокрої мінералізації харчових продуктів дією окислювачів: пероксиду гідрогену, азотної кислоти, хлорної кислоти або їх сумішей [1]. Недоліком способу є забруднення проби елементами, що визначаються завдяки введенню великих кількостей окислювачів ($20-100\text{см}^3$ на $0,5-1,0\text{г}$ проби), а також тривалість процесу (3-6 годин).

Найбільш близьким до винаходу є спосіб мокрої мінералізації харчових продуктів [2], який включає мінералізацію проби окислювачем - пероксидом гідрогену або сумішшю пероксиду гідрогену та азотної кислоти з інтенсифікацією процесу дією ультразвуку частотою $18-47\text{кГц}$, інтенсивністю від $3,5\text{Вт/см}^2$ для соків до $7,5\text{Вт/см}^2$ для молокопродуктів протягом 1-3хв.

Недоліком відомого способу є необхідність використання для різних видів харчових продуктів різних окислювачів, що не дає можливості створити уніфіковану методику аналізу харчових продуктів. Крім того, відомий спосіб вимагає використання ультразвуку високих інтенсивностей $3,5-7,5\text{Вт/см}^2$ і більше, що призводить до підвищення енерговтрат та погіршення метрологічних характеристик аналізу і не дозволяє підвищити ступінь витягу елементів більш як 94-96%.

В основу винаходу поставлено задачу забезпечення можливості використання для різних видів харчових продуктів єдиного окислювача при підвищенні ступеню витягу елементів та поліпшенню метрологічних характеристик аналізу.

Поставлена задача досягається тим, що у способі мінералізації харчових продуктів, який включає мінералізацію проби окислювачем - пероксидом гідрогену або сумішшю пероксиду гідрогену та азотної кислоти з інтенсифікацією процесу ультразвуком низької частоти, ультразвукову інтенсифікацію процесу проводять одночасно дією ультразвуку низької $10-100\text{кГц}$ та високої $1-5\text{МГц}$ частот, а в якості окислювача використовують єдиний для усіх видів харчових продуктів окислювач - пероксид гідрогену.

У табл.1 наведено порівняння використання єдиного окислювача для різних видів харчових продуктів при проведенні мокрої мінералізації способом, що пропонується та способом за прототипом. Аналіз даних табл.1 свідчить, що спосіб, що пропонується, дає можливість використовувати єдиний окислювач при проведенні мокрої мінералізації різних видів харчових продуктів, при цьому ступінь витягу Плюмбуму та Купруму становить 97-100%. Спосіб же за прототипом не дає можливості використовувати єдиний окислювач через недостатню ступінь витягу 39-89% (табл.1).

У табл.2 наведено порівняння результатів аналізу способом, що пропонується та стандартним, в якості якого використано полум'яно-атомно-абсорбційну спектрометрію після мокрої мінералізації [3]. З табл.2 витікає, що метод аналізу, що пропонується, забезпечує одержання результатів з кращими метрологічними характеристиками ніж стандартний.

Зміна частоти низькочастотного ультразвуку від 18 до 47кГц на ступінь витягу елементів не впливала. При зміні частоти високочастотного ультразвуку від 800кГц до 3МГц , кращі результати були отримані при використанні $УЗ\ 900\text{кГц} - 1\text{МГц}$ (табл.3).

Оптимальна інтенсивність високочастотного та низькочастотного ультразвуку (при якій досягається найбільш можливий ступінь витягу елементів) залежить від виду харчового продукту і не перевищує $2,0\text{Вт/см}$ (табл.4).

Приклад конкретного використання.

До наважки харчового продукту тваринного походження масою $0,50\text{г}$ або рослинного масою $1,00\text{г}$ приливають 5мл пероксиду гідрогену (30%) та діють ультразвуком частотою 22кГц та частотою 1МГц з інтенсивностями $2,00$ та $2,50\text{Вт/см}^2$.

Час дії ультразвуку при мінералізації продуктів рослинного походження 2хв., а тваринного - 3хв. До отриманого мінералізату добавляють 1мл $0,01\text{мг/л}$ розчину $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$, розбавляють бідистильованою водою до об'єму 10мл та визначають вміст Плюмбуму електротермічним атомно-абсорбційним методом за температурно-часовою програмою, наведеною у табл.5. При визначенні Купруму, отриманий мінералізатор розбавляють бідистильованою водою до об'єму 10мл та визначають вміст Купруму полум'яним атомно-абсорбційним методом по аналітичній лінії $324,7\text{нм}$ у полум'ї ацетилен-повітря.

Перевірку способу, що заявляється проводили методом "введено-знайдено", а також аналізом тих самих проб стандартним методом (табл.6). Спосіб аналізу, що пропонується забезпечує одержання результатів з кращими метрологічними характеристиками ніж стандартний.

У порівнянні з прототипом спосіб, що заявляється має наступні переваги:

- забезпечує можливість використання єдиного окислювача для усіх видів харчових продуктів, що дало можливість створити уніфіковану методику аналізу різних видів харчових продуктів;
- досягається більший ступінь витягу елементів 97-99%;

Джерела інформації:

1. ГОСТ 26924-94 Сырье и продукты пищевые. Минерализация для определения токсичных элементов.- К.: Госстандарт Украины, 1997. -16с.
2. Чмиленко Ф.А., Бакланов А.Н. Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика. -Днепропетровск: Изд-во Днепропетр. Ун-та, 2001.- 264с.
3. ГОСТ 30178-96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов.

Таблиця 1

Ступінь вилучення Плюмбуму та Купруму з різних харчових продуктів при спільному впливі $УЗ$ високих і низьких частот і $УЗ$ низької частоти або $УЗ$ низької частоти

Найменування проби	Ступінь вилучення, %			
	Одночасна дія УЗ високої та низької частот		Низькочастотний УЗ	
	Плюмбум	Купрум	Плюмбум	Купрум
М'ясо (курка)	100	97	39	54
Молоко, жирністю 1,5%	100	99	77	69
Борошно пшеничне, в/с	99	99	79	75
Крупа гречана	100	99	76	76
Хліб «Український»	100	99	62	73
Булочка з повидлом	98	99	57	65
Кава розчинна	98	97	85	89
Яблука	97	99	66	89
Сік абрикосовий	99	98	88	88
Напій "Кока-кола"	100	99	65	90

Таблиця 2

Результати визначення Плюмбуму та Купруму в харчових продуктах

Найменування проби	Знайдено, мг/кг / Sr(n=6, p=10,95)			
	Методом, що пропонується		Стандартним методом	
	Плюмбум	Купрум	Плюмбум	Купрум
М'ясо (курка)	0,127/0,07	1,23/0,05	0,124/0,09	1,15/0,07
Молоко, жирністю 1,5%	0,092/0,07	0,12/0,07	0,095/0,10	0,14/0,08
Борошно пшеничне, в/с	0,150/0,07	2,67/0,05	0,153/0,10	2,55/0,07
Крупа гречана	0,085/0,07	4,76/0,04	0,081/0,10	4,49/0,06
Хліб «Український»	0,159/0,08	3,98/0,04	0,153/0,10	4,07/0,06
Булочка з повидлом	0,217/0,07	3,67/0,04	0,211/0,09	3,43/0,06
Кава розчинна	0,114/0,06	0,69/0,05	0,114/0,10	0,65/0,07
Яблука	0,157/0,06	1,08/0,04	0,153/0,10	1,00/0,06
Сік абрикосовий	0,079/0,07	0,56/0,06	0,071/0,11	0,51/0,08
Напій "Кока-кола"	0,051/0,06	0,07/0,06	0,122/0,09	0,07/0,08

Таблиця 3

Вплив частоти високочастотної складової УЗ на ступінь витягу Плюмбуму та Купруму

Проба	Ступінь витягу, %											
	800кГц		900кГц		1МГц		2МГц		3МГц		4МГц	
	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu	Pb	Cu
М'ясо (курка)	91	89	97	95	10	97	92	95	90	90	78	77
Молоко, жирністю 1,5%	90	90	96	95	10	99	93	93	91	93	81	82
Борошно пшеничне, в/с	93	90	97	95	99	99	95	97	93	90	76	84
Крупа гречана	92	90	97	96	10	99	92	95	90	91	79	80
Хліб «Український»	90	90	97	96	100	99	91	94	88	90	75	79
Булочка з повидлом	93	90	96	96	98	99	89	91	86	89	73	80
Кава розчинна	91	90	96	95	98	97	95	98	90	94	79	80
Яблука	92	89	96	95	97	99	94	96	90	93	83	82
Сік абрикосовий	94	90	96	96	99	98	95	95	90	91	80	81
Напій "Кока-кола"	94	90	97	94	100	99	97	95	90	92	80	87

Інтенсивність високочастотного УЗ 2,0Вт/см², низькочастотного - 2,5Вт/см². Частота низькочастотного УЗ - 22кГц. Час дії УЗ - 3 хв.

Таблиця 4

Величина оптимальної* інтенсивності УЗ в залежності от виду харчового продукту та частоти УЗ

Проба	Оптимальна інтенсивність УЗ, Вт/см ²	
	1МГц	22Гц
М'ясо (курка)	1,7	2,1
Молоко, жирністю 1,5%	1,6	2,1
Борошно пшеничне, в/с	1,9	2,6
Крупа гречана	1,5	1,9
Хліб «Український»	1,6	2,0

Булочка з повидлом	1,5	2,0
Кава розчинна	1,6	1,8
Яблука	1,6	1,8
Сік абрикосовий	1,8	2,1

*Інтенсивність УЗ при якій досягається максимально можлива величина аналітичного сигналу

Таблиця 5

Температурно-часові режими роботи ЕА-3 при визначенні свинцю

Елемент. Стадія аналізу	T, °C	Витримка при даній температурі, с	Швидкість піднімання температури, °C/с	Витрати гелію, см ³ /хв
Висушування	100	25	10	150
Озолення	700	20	100	150
Атомізація*	1500	3	2500	0
Очистка	2500	3	1000	280

Примітка. *Режим "газ-стоп".