

**УСКОРЕННИЙ КОНТРОЛЬ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ  
В ПРОДУКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ**

Ф.О. Чмиленко, Л.П.Сидорова, А.В. Мирошниченко  
*Дніпропетровський національний університет*

**ПРИСКОРЕННИЙ КОНТРОЛЬ ВМІСТУ МІКРОЕЛЕМЕНТІВ У ПРОДУКТАХ  
РОСЛИННОГО ТА ТВАРИННОГО ПОХОДЖЕННЯ**

Розроблені експресні спектрофотометричні методики визначення Ni, Cr, Cu, Co, As, Sn та Zn у ряді груп харчових продуктів та біологічних об'єктах. Підібрані оптимальні параметри ультразвукової дії на кожен групу об'єктів (частота обробки – 22 кГц, інтервал часу – 1–3 хв., інтенсивність – 1,31–2,36 Вт/см<sup>2</sup>). Показано залежність повноти вилучення мікроелементів від кип'ятіння проб з окисниками перед ультразвуковою дією.

*Ключові слова: ультразвук, токсичні мікроелементи, харчові продукти, біологічні об'єкти.*

F.A. Chmilenko, L.P. Sidorova, A.V. Miroshnichenko  
*Dnipropetrovsk National University*

**EXPRESS CONTROL OF THE MICROELEMENTS CONTENT IN THE FOOD-STUFFS  
AND BIOLOGICAL OBJECTS**

The main idea of work is improvement of Ni, Cr, Cu, Co, As, Sn, Zn in the food-stuffs groups and biological objects. Optimal parameters of the ultrasonic action for other food-stuffs and bioobjects groups ( $\nu = 22$  kHz,  $I = 1,31-2,36$  W/cm<sup>2</sup>,  $t = 1-3$  min) have been selected. It is established, for the first, that for definition of microelements in food-stuffs and biological objects with ultrasonic sample preparation is necessary sparing heating tests with a mix of oxidizers (nitric acid and peroxide of hydrogen 33 % in the relation 2 : 1) at temperature more than 80 °C before dissolution of an analyzed biological material. That time of condition of tests after ultrasonic processing did not exceed 2 hours.

*Key words: sample preparation stage, ultrasonic, toxic microelements, food-stuffs, biological objects.*

Пищевые продукты, поступающие в организм человека, загрязняются токсичными элементами через газообразные, жидкие и твердые выбросы и отходы промышленных предприятий, электростанций, транспорта, коммуникационные бытовые отходы, сточные воды, средства защиты растений от вредных организмов, а также при нарушении технологической обработки и условий их хранения и т. д. (Позняковский, 1996). Токсичные элементы, в частности тяжелые металлы, через почву, воздух, воду проникают в растения, части которых мы используем как продовольственное сырье и продукты питания (Ильин, 1991).

В пищевых продуктах и биологических объектах обычно контролируется содержание таких микроэлементов, как ртуть, свинец, кадмий, цинк, медь, мышьяк и олово. В меньшей мере изучалось содержание хрома, никеля, молибдена, кобальта, марганца и других, хотя и эти элементы необходимо контролировать вследствие той важной роли, которую они играют в организме человека как метаболиты, особенно в энзимных процессах (Пономарьов, 1999). Поступившие в организм человека и животных токсичные элементы выводятся очень медленно, в основном с выделениями организма. В связи с этим растительная продукция даже со слабозараженных почв способна вызвать кумулятивный эффект – постепенное увеличение содержания тяжелых металлов у человека (животных), что приводит к появлению заболеваний и отравлений организма (Сидоренко, 1987). Содержание биоэлементов в пищевых продуктах и продовольственном сырье не должно превышать допустимые уровни, установленные Санитарными правилами и нормами (СанПиН), Медико-биологическими требованиями и санитарными нормами качества продовольственного сырья и продуктов питания № 5061–89, а также государственными стандартами Украины (ГОСТ 26929–94).

Существующие методики определения микроэлементов в продуктах питания, как известно, не всегда удовлетворяют требованиям аналитика, в частности, экспрессность и простота, что решается применением ультразвуковой обработки продукта на стадии пробоподготовки (Чмиленко, 1999). Ультразвуковое разложение матрицы исследуемого

продукта представляет серьезную альтернативу кипячению согласно ГОСТу, во много раз сокращая время анализа, расход реактивов и трудоемкость методики (Чмиленко, 2001).

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для измерения оптической плотности растворов использовали спектрофотометры Spcord M-40 и СФ-26 и фотоэлектрический колориметр КФК-2. Для звуковой обработки применяли ультразвуковой диспергатор УЗДН-1 с магнитострикционными излучателями, работающими при частотах 22 и 44 кГц в диапазоне интенсивностей от 0,24 до 3,48 Вт/см<sup>2</sup>. Использовали реактивы, квалификации не ниже химически чистого. Растворы готовили на бидистилляте. Параллельно для каждого определения проводили холостой опыт для учета мешающего влияния примесей элементов в применяемых реактивах, а также эксперименты без ультразвукового воздействия, согласно ГОСТу.

Навеску пробы пищевого продукта массой 0,5–2,0 г, в зависимости от содержания микроэлемента, растворяли в смеси концентрированной азотной кислоты и 33 %-ной перекиси водорода в соотношении 1 : 1. Анализируемую пробу биологического продукта массой 0,5–0,8 г, в зависимости от содержания микроэлемента, растворяли в смеси концентрированной азотной кислоты и 33 %-ной перекиси водорода в соотношении 2 : 1. Помещали приготовленный минерализат в пробирку и воздействовали на него ультразвуком на частоте 22 кГц в диапазоне интенсивностей 0,24–3,48 Вт/см<sup>2</sup> в течение определенного времени (до 5 минут).

В обработанном ультразвуком растворе после фильтрования определяли спектрофотометрически содержание микроэлементов со следующими реагентами: никель с диметилглиоксимом ( $l_{\max} = 465$  нм), хром – дифенилкарбазидом ( $l_{\max} = 540$  нм), медь – диэтилдитиокарбаматом свинца ( $l_{\max} = 440$  нм), кобальт – 2-нитрозо-1-нафтолом ( $l_{\max} = 530$  нм), цинк – дитизоном ( $l_{\max} = 540$  нм), олово – кверцетином ( $l_{\max} = 440$  нм).

В ходе работы были разработаны экспрессные методики с ультразвуковой пробоподготовкой для определения содержания микроэлементов в шести группах пищевых продуктов: крупах, бобовых, овощах, фруктах, соках и какао. Кроме того, исследовались биологические объекты, которые с точки зрения пробоподготовки были предварительно нами разделены на 3 группы: биологические жидкости, мягкие ткани и твердые биоматериалы. В них были найдены содержание никеля, меди, хрома, олова, кобальта и цинка (табл. 1, 2). Все полученные результаты определения микроэлементов не превышают предельно допустимые концентрации.

Определяющим фактором интенсифицирующего действия ультразвука на процесс мокрой минерализации является протекание звукохимических реакций с участием радикалов (Маргулис, 1986). В кавитационной области возникают также мощные гидродинамические возмущения в виде сильных импульсов сжатия и микропотоков, порождаемых пульсирующими пузырьками, которые вызывают разрушение органических веществ. Однако следует отметить, что окисление органических составляющих образца при действии только ультразвука, без применения минеральных кислот, невозможно (Чмиленко, 1994). Вводимые небольшие количества окислителей являются инициаторами образования радикалов.

Проведено комплексное изучение влияния состава, природы окислителей и окисляющих смесей на степень извлечения микроэлементов при разложении продуктов питания и биологических объектов. Были использованы такие окислители, как концентрированная азотная кислота (HNO<sub>3</sub>); смесь азотной кислоты и 33 %-ной перекиси водорода (HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) в соотношении 2 : 1 и 1 : 1; смесь концентрированных азотной и соляной кислот (HNO<sub>3</sub> : HCl) в соотношении 2 : 1; смесь концентрированных серной и азотной кислот (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : HNO<sub>3</sub>) в соотношении 1 : 2; смесь концентрированных соляной, серной и азотной кислот (HCl : H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : HNO<sub>3</sub>) в соотношении 1 : 1 : 2; смесь концентрированных соляной и азотной кислот и 33 %-ной перекиси водорода (HCl : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) в соотношении 1 : 2 : 1; смесь концентрированных серной и азотной кислот и 33 %-ной перекиси водорода (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : HNO<sub>3</sub>) в соотношении 1 : 1 : 2

Оптимальным окислителем оказалась смесь концентрированной азотной кислоты и 33 %-ной перекиси водорода в соотношениях 1 : 1 – для пищевых продуктов и 2 : 1 – для

Таблица 1

Содержание микроэлементов для групп пищевых продуктов, мг/кг,  
для олова – г/кг (n = 5)

Продукт	Элемент	Ультразвуковая пробоподготовка		Мокрая минерализация		
		$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_T$	$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_T$	
ОВОЩИ:	картофель	Cu	2,40 ± 0,03	0,01	2,01 ± 0,03	0,01
		Cr	0,50 ± 0,04	0,06	0,42 ± 0,05	0,09
		Co	0,62 ± 0,06	0,08	0,57 ± 0,07	0,09
		Ni	0,61 ± 0,04	0,05	0,58 ± 0,03	0,05
		Sn	0,82 ± 0,05	0,05	0,71 ± 0,06	0,07
		Zn	8,39 ± 0,20	0,02	8,11 ± 0,25	0,03
	капуста белокачанная	Cu	1,55 ± 0,03	0,02	1,31 ± 0,03	0,02
		Cr	0,30 ± 0,03	0,08	0,25 ± 0,03	0,09
		Co	0,45 ± 0,04	0,07	0,37 ± 0,04	0,09
		Ni	0,53 ± 0,03	0,04	0,46 ± 0,03	0,05
	перец сладкий	Cu	1,00 ± 0,06	0,05	0,93 ± 0,07	0,06
		Ni	0,57 ± 0,06	0,08	0,48 ± 0,05	0,09
	морковь	Cu	2,10 ± 0,04	0,01	2,05 ± 0,04	0,02
		Sn	0,59 ± 0,01	0,02	0,57 ± 0,02	0,03
лук репчатый	Cu	1,30 ± 0,09	0,06	1,17 ± 0,09	0,06	
	Ni	0,43 ± 0,04	0,08	0,39 ± 0,04	0,09	
свекла	Cu	3,10 ± 0,09	0,02	2,96 ± 0,09	0,03	
ФРУКТЫ:	яблоко	Cu	2,17 ± 0,04	0,01	1,99 ± 0,04	0,02
		Cr	0,42 ± 0,03	0,06	0,38 ± 0,04	0,09
		Co	0,53 ± 0,06	0,09	0,49 ± 0,06	0,09
		Ni	0,42 ± 0,02	0,03	0,41 ± 0,02	0,04
		Zn	4,00 ± 0,09	0,02	3,95 ± 0,11	0,02
	груша	Cu	1,59 ± 0,03	0,01	1,56 ± 0,03	0,02
		Cr	0,46 ± 0,03	0,05	0,40 ± 0,04	0,08
		Co	0,58 ± 0,04	0,06	0,53 ± 0,05	0,08
	виноград	Ni	0,37 ± 0,02	0,05	0,36 ± 0,02	0,05
		Cu	2,80 ± 0,07	0,02	2,40 ± 0,06	0,02
	банан	Cu	1,90 ± 0,04	0,02	1,85 ± 0,05	0,02
	айва	Cu	0,84 ± 0,01	0,01	0,83 ± 0,02	0,02
	киви	Cu	1,75 ± 0,03	0,01	1,68 ± 0,04	0,02
	КРУПЫ:	гречневая	Cu	5,41 ± 0,07	0,01	5,02 ± 0,07
Cr			0,37 ± 0,03	0,07	0,33 ± 0,04	0,09
Co			0,46 ± 0,04	0,07	0,44 ± 0,07	0,08
Ni			1,22 ± 0,04	0,03	1,11 ± 0,04	0,03
Sn			0,31 ± 0,01	0,04	0,29 ± 0,02	0,04
Cu			2,61 ± 0,05	0,02	2,39 ± 0,06	0,02
Cr			0,45 ± 0,02	0,04	0,39 ± 0,03	0,06

Продукт	Элемент	Ультразвуковая пробоподготовка		Мокрая минерализация		
		$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_{гр}$	$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_{г}$	
пшеничная	Cu	$2,61 \pm 0,05$	0,02	$2,39 \pm 0,06$	0,02	
	Cr	$0,45 \pm 0,02$	0,04	$0,39 \pm 0,03$	0,06	
	Co	$0,55 \pm 0,05$	0,07	$0,51 \pm 0,06$	0,09	
	Ni	$1,05 \pm 0,03$	0,02	$0,99 \pm 0,03$	0,03	
	Sn	$0,25 \pm 0,02$	0,06	$0,23 \pm 0,03$	0,09	
гороховая	Cu	$6,31 \pm 0,08$	0,01	$6,11 \pm 0,08$	0,01	
	Cr	$0,54 \pm 0,05$	0,08	$0,50 \pm 0,06$	0,09	
	Co	$0,66 \pm 0,06$	0,07	$0,61 \pm 0,07$	0,09	
ячневая	Sn	$0,29 \pm 0,01$	0,04	$0,25 \pm 0,03$	0,08	
БОБОВЫЕ: фасоль консервированная	Sn	$0,72 \pm 0,03$	0,03	$0,63 \pm 0,04$	0,05	
	горох консервированный	Sn	$0,90 \pm 0,03$	0,03	$0,85 \pm 0,05$	0,05
какао-порошок	Co	$0,75 \pm 0,07$	0,07	$0,70 \pm 0,08$	0,09	
	Cr	$0,60 \pm 0,04$	0,05	$0,54 \pm 0,05$	0,08	
	Cu	$6,87 \pm 0,08$	0,01	$6,75 \pm 0,09$	0,01	
СОКИ*: виноградный	Cr	$1,82 \pm 0,07$	0,03	$1,60 \pm 0,06$	0,04	
	морковный	Cr	$1,68 \pm 0,07$	0,04	$1,47 \pm 0,06$	0,04
	грушевый	Cr	$0,47 \pm 0,04$	0,06	$0,33 \pm 0,02$	0,07

\* Содержание хрома, кобальта и олова –  $\times 10$  (мг/кг).

биообъектов. Объяснить более эффективное действие окислителей именно такого состава можно тем, что при ионизации перекиси водорода и азотной кислоты в кавитационном пузырьке образуются радикалы, обладающие наибольшей способностью к инициированию звукохимической реакции разрушения органической основы пищевых продуктов или биологических объектов. Различие в соотношении окисляющих агентов (концентрированная азотная кислота и 33 %-ная перекись водорода для пищевых продуктов в соотношении 1 : 1, а для биообъектов – 2 : 1) можно объяснить тем, что биологические объекты по своей природе и структуре более сложны и многокомпонентны, чем пищевые. Для разрушения органической матрицы биоматериала недостаточно того количества азотной кислоты, которая расходуется на разрушение органической основы пищевого продукта, поэтому и наблюдается такая разница в соотношении окисляющих агентов.

Исследовано влияние параметров ультразвукового воздействия (интенсивность и время обработки) при частоте 22 кГц на степень извлечения микроэлементов в пищевых продуктах и биологических объектах. Диапазон оптимальных интенсивностей для пищевых продуктов – 1,31–2,36 Вт/см<sup>2</sup> (крупы, бобовые, соки – 1,31 Вт/см<sup>2</sup>, овощи, фрукты – 2,36 Вт/см<sup>2</sup>), время воздействия – 1–3 мин. (крупы: 1,5–2 мин., овощи: 1–2 мин., фрукты: 2–2,5 мин., соки – 3 мин.). Для биологических объектов оптимальными параметрами ультразвукового воздействия оказались следующие: интенсивность – 1,31 Вт/см<sup>2</sup>, время обработки – 3 мин.

Для разложения труднорастворимых объектов перед ультразвуковой обработкой применялось непродолжительное кипячение пробы с окислителями. В зависимости от структуры объекта кипячение имело различную продолжительность: твердые биоматериалы и крупы разлагались в течение 5–7 мин., мягкие ткани или внутренние органы, овощи и фрукты – в течение 2–4 мин., биологические жидкости организма кипятились до обесцвечивания пробы в течение 1–2 мин., для соков предварительного кипячения с окислителями не проводилось.

Таблица 2

Содержание микроэлементов для групп биологических объектов (мг/кг), для олова – в г/кг (для мочи:  $\times 10^2$  мг/кг, кроме олова (n = 5))

Объекты биологического происхождения	Элемент	Ультразвуковая пробоподготовка		Мокрая минерализация	
		$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_r$	$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_r$
<b>ТВЕРДЫЕ ОБЪЕКТЫ:</b>					
шерсть собачья	Cu	40,41 $\pm$ 0,99	0,02	38,10 $\pm$ 0,98	0,02
	Cr	2,42 $\pm$ 0,05	0,02	2,01 $\pm$ 0,05	0,03
	Co	3,68 $\pm$ 0,11	0,03	3,40 $\pm$ 0,12	0,03
	Ni	5,20 $\pm$ 0,06	0,01	5,11 $\pm$ 0,08	0,02
	Sn	0,19 $\pm$ 0,01	0,04	0,18 $\pm$ 0,01	0,05
	Zn	20,24 $\pm$ 0,75	0,03	19,70 $\pm$ 0,81	0,04
перья куриные	Cu	16,75 $\pm$ 0,60	0,03	16,51 $\pm$ 0,53	0,03
	Cr	1,96 $\pm$ 0,06	0,03	1,84 $\pm$ 0,06	0,03
	Co	4,14 $\pm$ 0,12	0,03	3,94 $\pm$ 0,13	0,03
	Sn	0,13 $\pm$ 0,01	0,06	0,12 $\pm$ 0,01	0,07
	Zn	12,24 $\pm$ 0,40	0,03	12,08 $\pm$ 0,42	0,03
кости куриные	Cu	18,40 $\pm$ 0,67	0,03	18,05 $\pm$ 0,75	0,04
	Cr	0,83 $\pm$ 0,05	0,05	0,78 $\pm$ 0,06	0,07
	Co	5,50 $\pm$ 0,20	0,03	5,05 $\pm$ 0,30	0,05
	Ni	2,90 $\pm$ 0,09	0,02	2,68 $\pm$ 0,09	0,03
	Zn	10,50 $\pm$ 0,53	0,04	10,24 $\pm$ 0,55	0,05
волосы человека	Cu	32,30 $\pm$ 0,89	0,02	29,61 $\pm$ 0,93	0,03
	Cr	1,21 $\pm$ 0,04	0,03	1,11 $\pm$ 0,04	0,04
	Co	2,68 $\pm$ 0,07	0,02	2,34 $\pm$ 0,08	0,03
	Ni	4,20 $\pm$ 0,09	0,02	4,11 $\pm$ 0,09	0,02
	Sn	0,16 $\pm$ 0,01	0,04	0,16 $\pm$ 0,01	0,04
	Zn	16,08 $\pm$ 0,70	0,04	15,92 $\pm$ 0,73	0,04
<b>МЯГКИЕ ТКАНИ:</b>					
печень говяжья	Cu	14,40 $\pm$ 0,67	0,04	13,86 $\pm$ 0,59	0,04
	Cr	0,67 $\pm$ 0,02	0,05	0,61 $\pm$ 0,05	0,07
	Co	1,20 $\pm$ 0,07	0,04	1,06 $\pm$ 0,06	0,05
	Ni	1,08 $\pm$ 0,03	0,02	0,96 $\pm$ 0,06	0,06
	Sn	0,14 $\pm$ 0,01	0,06	0,14 $\pm$ 0,01	0,06
	Zn	8,92 $\pm$ 0,52	0,04	8,72 $\pm$ 0,53	0,05
почки говяжьи	Cu	12,90 $\pm$ 0,91	0,06	12,50 $\pm$ 0,92	0,06
	Cr	0,92 $\pm$ 0,03	0,02	0,89 $\pm$ 0,03	0,03
	Co	2,12 $\pm$ 0,07	0,06	2,04 $\pm$ 0,09	0,04
	Ni	1,57 $\pm$ 0,08	0,04	1,31 $\pm$ 0,08	0,05
	Sn	0,11 $\pm$ 0,01	0,08	0,10 $\pm$ 0,01	0,09
	Zn	6,12 $\pm$ 0,09	0,02	5,92 $\pm$ 0,11	0,03
легкие	Ni	2,42 $\pm$ 0,07	0,03	2,10 $\pm$ 0,08	0,03
сердце	Ni	3,14 $\pm$ 0,09	0,02	2,85 $\pm$ 0,09	0,03

Объекты биологического происхождения	Элемент	Ультразвуковая пробоподготовка		Мокрая минерализация	
		$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_r$	$X_{cp} \pm \Delta X$	$S_r$
БИОЖИДКОСТИ:  моча человека	Cu	9,03 ± 0,60	0,05	8,50 ± 0,60	0,08
	Cr	2,94 ± 0,21	0,07	2,04 ± 0,23	0,08
	Co	2,30 ± 0,22	0,07	2,10 ± 0,21	0,08
	Ni	6,60 ± 0,72	0,09	5,72 ± 0,62	0,09
	Zn	13,30 ± 0,54	0,05	11,11 ± 0,64	0,04
	Sn	2,20 ± 0,13	0,05	2,01 ± 0,20	0,09

Установлено, что для биологических объектов и для группы круп кипячение с окислителями обязательно, для овощей и фруктов – только в случае, если методика анализа предполагает экстракцию, для соков – необязательно. Отличие пробоподготовки для круп от других групп пищевых продуктов можно объяснить наличием большого количества крахмала, который при набухании вызывает процесс клейстеризации, затрудняющий дальнейшее определение микроэлементов. Причем при экстракции на стадии разделения фаз образуется белая суспензия, которая мешает успешному разделению фаз и полному переходу определяемого микроэлемента из одной фазы в другую. При невысокой температуре нагревания пробы перед ультразвуковой обработкой для группы круп наблюдается значительный спад аналитического сигнала определяемых микроэлементов, а затем начинается резкое увеличение степени извлечения ионов металлов. Именно при небольших температурах нагревания анализируемых проб (40–60 °С) происходит стабилизация гелевых систем на основе крахмала, пектина, олигосахаридов и др., которые мешают успешному разделению фаз при экстракции и полному переходу определяемого микроэлемента из одной фазы в другую.

Зависимость полноты извлечения микроэлементов от различных способов пробоподготовки показана в табл. 3, 4, где 1 – ультразвуковая пробоподготовка без предварительного кипячения проб, 2 – с кипячением на водяной бане и 3 – мокрая минерализация

Таблица 3

**Содержание никеля и хрома в биообъектах в зависимости от нагревания пробы перед ультразвуковой обработкой, мг/кг**

Объект исследования	Никель			Хром		
	$\bar{X} \pm \Delta X$					
	$S_r$					
	Способ пробоподготовки					
	1	2	3	1	2	3
Биообъекты и объекты биологического происхождения						
Почки говяжьей	<u>0,50 ± 0,04</u>	<u>1,57 ± 0,08</u>	<u>1,31 ± 0,09</u>	<u>0,16 ± 0,02</u>	<u>0,92 ± 0,03</u>	<u>0,89 ± 0,03</u>
	0,07	0,04	0,06	0,08	0,02	0,03
Шерсть кошачья	<u>2,70 ± 0,09</u>	<u>5,20 ± 0,06</u>	<u>5,11 ± 0,08</u>	<u>0,86 ± 0,05</u>	<u>2,42 ± 0,05</u>	<u>2,01 ± 0,05</u>
	0,03	0,01	0,02	0,05	0,02	0,03
Моча человека*	<u>3,70 ± 0,30</u>	<u>6,60 ± 0,60</u>	<u>5,70 ± 0,63</u>	<u>1,24 ± 0,12</u>	<u>2,94 ± 0,21</u>	<u>2,04 ± 0,23</u>
	0,08	0,09	0,09	0,08	0,07	0,08

\* Содержание металлов в моче  $\times 10^2$  мг/кг.

(ГОСТ 26929-94). Предварительное кипячение проб перед ультразвуковой обработкой повышает полноту извлечения микроэлементов для биообъектов в 2–5 раз, для группы круп – в 1,5–2 раза, при экстракционном выделении из овощей и фруктов – в 1–1,2 раза.

Стадия кипячения проб с окислителями значительно уменьшает имеющийся разброс результатов, влияя, таким образом, и на воспроизводимость анализа.

Следует указать на то, что более двух часов оставлять пробы после ультразвуковой обработки нерационально, рекомендуется после каждой обработки проводить непосредственное определение микроэлемента в анализируемой пробе, так как происходит уменьшение аналитического сигнала определяемых микроэлементов.

Таблица 4

**Содержание никеля и меди в биообъектах в пищевых продуктах в зависимости от нагревания пробы перед ультразвуковой обработкой, мг/кг**

Продукт	Никель			Медь		
	$\bar{X} \pm \Delta X$					
	$S_r$					
Способ пробоподготовки						
	1	2	3	1	2	3
Капуста	$0,45 \pm 0,03$ 0,05	$0,53 \pm 0,03$ 0,04	$0,46 \pm 0,03$ 0,05	$1,28 \pm 0,03$ 0,02	$1,55 \pm 0,03$ 0,01	$1,31 \pm 0,03$ 0,02
Картофель	$0,57 \pm 0,04$ 0,05	$0,61 \pm 0,04$ 0,05	$0,583 \pm 0,03$ 0,05	$2,00 \pm 0,04$ 0,02	$2,40 \pm 0,03$ 0,01	$2,02 \pm 0,03$ 0,01
Яблоко	$0,39 \pm 0,02$ 0,04	$0,42 \pm 0,02$ 0,03	$0,41 \pm 0,02$ 0,04	$1,96 \pm 0,05$ 0,02	$2,17 \pm 0,04$ 0,01	$1,99 \pm 0,04$ 0,02
Гречневая крупа	$0,81 \pm 0,03$ 0,03	$1,22 \pm 0,04$ 0,02	$1,111 \pm 0,04$ 0,03	$2,61 \pm 0,05$ 0,01	$5,41 \pm 0,07$ 0,01	$5,02 \pm 0,07$ 0,01

## ВЫВОДЫ

Сложность определения микроэлементов в продуктах растительного и животного происхождения обусловлена не только малым их содержанием, но и высокой летучестью некоторых соединений, длительностью и трудоемкостью пробоподготовки, что приводит к их потерям. Разрушение органической матрицы пищевых продуктов и биообъектов является лимитирующей стадией аналитического процесса и занимает 95 % общего времени анализа. В процессе определения микроэлементов используют мокрый и сухой способ минерализации. Мокрая минерализация проводится в течение 20–24 часов, сухая – в течение 5–15 часов, но усложняется строгим соблюдением температурного режима, особенно на втором этапе, когда температура должна изменяться от 250 до 450 °С с шагом 50 °С.

Применение ультразвука для интенсификации мокрого и сухого озоления после прибавления к анализируемым пробам определенного количества смеси окислителей в сотни раз ускоряет стадию минерализации, в десятки раз уменьшает общую продолжительность анализа, в несколько раз – расход вводимых окислителей, значительно сокращается минимальная масса навески анализируемого продукта, а также иногда снижается температура разложения образца.

Разложение объектов животного и растительного происхождения с применением ультразвуковой обработки не связано с большими капитальными затратами и успешно может быть применено для проведения массовых анализов растений, пищевых продуктов, кормов, органических тканей, биологических жидкостей и других материалов.

Сам процесс подготовки образца с момента взятия навески до получения анализируемого раствора не превышает 10–15 мин. Продолжительность озвучивания в некоторых случаях может быть увеличена до трех минут.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов. – К.: Госстандарт Украины, 1997.

- Ильин В.Б. Тяжелые металлы в системе почва – растение. – Новосибирск: Наука, 1991. – 148 с.
- Маргулис М.А. Звукохимические реакции и солюминесценция. – М: Химия, 1986. – 288 с.
- Позняковский В.Г. Гигиенические основы питания и экспертизы продовольственных товаров. – Новосибирск: Изд-во Новосибир. ун-та, 1996. – 432 с.
- Пономарьов П.Х., Сирохман І.В. Безпека харчових продуктів та продовольчої сировини. – К.: Лібра, 1999. – 272 с.
- Сидоренко Г.И., Можаяв Е.А. Санитарное состояние окружающей среды и здоровья населения. – М.: Медицина, 1987. – 122 с.
- Скурихин И.М., Нечаев А.П. Все о пище с точки зрения химика: Справ. издание. – М.: Высш. шк., 1991. – 288 с.
- Ультразвук в аналитической химии / Ф.А. Чмиленко, А.Н. Бакланов, Л.П. Сидорова, Ю.М. Пискун // Журн. аналит. химии. – 1994. – Т. 49, № 6. – С. 501-506.
- Чмиленко Ф.А., Бакланов А.Н. Интенсификация пробоподготовки при определении элементов-примесей в пищевых продуктах // Журн. аналит. химии. – 1999. – Т. 54, № 1. – С. 6-16.
- Чмиленко Ф.А., Бакланов А.Н. Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика. – Д.: Вид-во ДНУ, 2001. – 264 с.
- Ультразвуковая интенсификация пробоподготовки для спектрофотометрического определения мышьяка в пищевых продуктах / Ф.А. Чмиленко, А.Н. Бакланов, Л.П. Сидорова и др. // Журн. аналит. химии. – 2001. – Т. 56, № 1. – С. 18-22.

*Надійшла до редколегії 14.07.03*