

РОЗДІЛ II

Аналітична хімія

УДК 543.42:543.253

О. М. Бакланов – доктор хімічних наук, старший науковий співробітник, завідувач кафедри загальнонаукових дисциплін Української інженерно-педагогічної академії (УІПА), м. Харків;

І. Л. Марченко – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Донбаської державної машинобудівної академії (ДДМА);

Н. І. Євграфова – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Донбаської державної машинобудівної академії

Ультразвук у визначенні токсичних елементів у цукрі та продуктах на його основі

Роботу виконано на кафедрі загальнонаукових дисциплін УІПА та кафедрі хімії ДДМА

Показано, що використання одночасної дії ультразвуку високої та низької частот у пробопідготовці приводить до підвищення чутливості та експресності аналізу. Розроблено методику атомно-абсорбційного визначення свинцю, міді та кадмію із чутливістю визначення 0,067, 0,013 і 0,004 мг/кг відповідно.

Ключові слова: ультразвук, токсичні елементи, цукор.

Бакланов А. Н., Марченко І. Л., Євграфова Н. І. Ультразвук в определении токсических элементов в сахаре и продуктах на его основе. Показано, что использование одновременного воздействия ультразвука высокой и низкой частот в пробоподготовке приводит к увеличению чувствительности и экспрессности анализа. Разработана методика атомно-абсорбционного определения свинца, меди и кадмия с чувствительностью 0,067, 0,013 и 0,004 мг/кг соответственно.

Ключевые слова: ультразвук, токсичные элементы, сахар.

Baklanov A. N., Marchenko I. L., Yevgraphova N. I. Ultrasound in Determination of Toxic Elements in Sugar and Products on His Basis. It is shown that the simultaneous use of high- and low-frequency ultrasound in the sample preparation leads to higher sensitivity and faster analysis. The method of atomic absorption determination of lead, copper and cadmium was developed, with the sensitivity of 0.067, 0.013 and 0.004 mg/kg respectively.

Key words: ultrasound, toxic elements, sugar.

Постановка наукової проблеми та її значення. Під час аналізу цукру на токсичні елементи використовується суха мінералізація, яка полягає в обуглюванні продукту на електроплитці з подальшою термообробкою в муфельній печі при температурі від 150 до 450 °С [1; 2]. Відомо, що цукор є продуктом, який важко мінералізується (час сухої мінералізації займає більше 30 годин). Причому, при сухій мінералізації цукру можливі втрати елементів, що визначаються [1; 3].

Відомо [4] застосування екстрагування свинцю, міді та кадмію безпосередньо з розчинів цукру. Проте процес можливий лише з розчинів цукру з концентрацією не більше 15 г/л, при цьому ступінь витягання не перевищує 80 %.

Раніше нами запропоновано використовувати попередню обробку розчинів, що аналізуються, ультразвуком (УЗ) частотою 20–44 кГц протягом не менше як 3 хв. Це дало можливість проводити екстрагування свинцю, міді та кадмію з розчинів концентрацією до 50 г/л [4]. Однак використання інтенсивного УЗ інтенсивністю >10 Вт/см² не забезпечувало задовільних метрологічних характеристик аналізу, $S_r > 0,10$ [4].

© Бакланов О. М., Марченко І. Л., Євграфова Н. І., 2009

Відомо [5] використання одночасної дії УЗ високої та низької частот у пробопідготовці кухонної солі до визначення токсичних елементів.

Використання одночасної дії УЗ високої та низької частот у пробопідготовці цукру та продуктів на його основі до визначення токсичних елементів не відомо, у всякому разі в літературі нами не знайдено.

Метою нашої роботи є дослідження можливості використання одночасної дії УЗ високої і низької частот у пробопідготовці до атомно-абсорбційного визначення свинцю, міді та кадмію в цукрі та продуктах на його основі.

Матеріали та методи. УЗ обробку проводили в хімічному реакторі, конструкція якого дозволяє одночасно діяти на розчин, що досліджується, УЗ частотою 18–100 кГц і 1,0–5,0 МГц [5; 6]. Джерелами УЗ були магнітострикційні та п'єзоелектричні випромінювачі з робочими частотами від 18 кГц до 5,0 МГц, що підключаються до лампового генератора 24-УЗГИ-К-1,2 (Росія) і до ультразвукового модернізованого диспергатора УЗДН-1М (Україна). Використовували атомно-абсорбційний спектрометр ААС-3 (Німеччина).

Методика експерименту. Наважку продукту розчиняли у воді, об'єм розбавляли водою до 1000 мл і діяли УЗ частотою 18–100 кГц і 1,0–5,0 МГц відповідної інтенсивності протягом певного часу. Одержаний розчин переносили в ділильну лійку і далі діяли згідно з описаним нами раніше в роботі [4]. Паралельно проводили “холостий” дослід для визначення домішок металів, що визначаються у використовуваних реагентах, а також досліди без дії УЗ.

Виклад основного матеріалу й обґрунтування отриманих результатів дослідження. Попередня обробка УЗ розчинів цукру дає змогу кількісно екстрагувати свинець, мідь і кадмій із розчинів із концентрацією цукру до 100 г/л (табл. 1). При цьому час екстрагування може бути скорочений із 8–10 до 5–7 хв порівняно з використанням УЗ однієї частоти за рахунок переходу свинцю, міді та кадмію в більш кінетично лабільні сполуки [6].

Таблиця 1

Вплив концентрації цукру на ступінь витягу мікроелементів свинцю, міді та кадмію і час екстрагування

Концентрація цукру, г/л	Ступінь вилучення мікроелементів (R), % час екстрагування, хв					
	Pb		Cu		Cd	
	R	t**	R	t**	R	t**
40	97	5	99	5	98	5
40*	94	10	98	8	96	10
50	97	5	99	5	98	5
50*	90	10	96	8	92	10
50***	–	10	–	10	–	10
50****	–	10	–	10	–	10
60	95	6	98	5	96	5
60*	80	10	87	9	83	10
70	94	5	96	5	95	5
80	93	5	97	5	94	5
90	93	7	95	5	94	5
100	92	7	94	5	93	5
110	81	7	87	5	84	5
120	74	7	80	5	76	5

У цій таблиці, як і в наступних, подано усереднені результати шести дослідів.

* Використано УЗ частотою 22 кГц, інтенсивністю 12 Вт/см² протягом 5 хв. Використовували одночасну дію ультразвуку частотою 22 кГц, інтенсивністю 2,0 Вт/см² та ультразвуку частотою 1,0 МГц, інтенсивністю 2,5 Вт/см² протягом 2 хв.

** Використовувався оптимальний час екстрагування, який забезпечував максимально можливий ступінь витягу мікроелементів.

*** Досліди проводили в умовах неможливості перебігу звукохімічних реакцій, при насичені проб СО₂ [7].

**** Досліди проводили без використання ультразвуку після попереднього кип'ятіння проб з оцтовою кислотою згідно з [4].

Зміна частоти низькочастотного УЗ від 18 до 100 кГц на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію майже не впливала (табл. 2). Порівняння результатів, одержаних із використанням високочастотного УЗ частотою 1–5 МГц, показало, що кращі результати отримано при використанні УЗ частотою 1,0–2,5 МГц (табл. 3). При цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 1,5–2,0 Вт/см², а високочастотного – 2,5–4,0 Вт/см² (табл. 4). Час дії УЗ повинен бути не менше як 1 хв.

Таблиця 2

Вплив частоти низькочастотного УЗ на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Мікроелемент	Ступінь витягу мікроелементів, %							
	18 кГц	22 кГц	44 кГц	50 кГц	60 кГц	80 кГц	100 кГц	110 кГц
Свинець	90	92	92	91	90	90	89	78
Мідь	93	94	93	93	92	91	91	84
Кадмій	93	93	93	92	92	81	90	82

Частота високочастотного УЗ 1,0 МГц, інтенсивність – 2,5 Вт/см². Інтенсивність низькочастотного УЗ – 2 Вт/см². Час дії УЗ – 2 хв. Використовували розчин цукру концентрацією 100 г/л

Таблиця 3

Вплив частоти високочастотного УЗ на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Мікроелемент	Ступінь витягу мікроелементів, %					
	1 МГц	2 МГц	2,5 МГц	3 МГц	4 МГц	5 МГц
Свинець	92	91	90	86	80	45
Мідь	94	93	90	89	78	43
Кадмій	93	92	90	87	69	38

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

Таблиця 4

Вплив інтенсивності ультразвуку на ступінь витягу мікроелементів свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Інтенсивність низькочастотного УЗ, Вт/см ²	Інтенсивність УЗ високої частоти, Вт/см ²					
	2,0	2,5	3,0	4,0	5,0	6,0
Ступінь витягу свинцю, %						
1,0	65	66	71	74	75	77
1,5	85	91	92	91	83	80
2,0	89	92	93	91	84	82
2,5	89	89	88	84	82	77
Ступінь витягу міді, %						
1,0	76	62	65	70	72	74
1,5	80	97	96	93	84	85
2,0	87	94	94	92	83	84
2,5	86	89	88	85	80	83
Ступінь витягу кадмію, %						
1,0	72	62	65	70	72	74
1,5	79	93	93	92	84	85
2,0	83	93	92	91	83	84
2,5	82	84	88	87	82	81

Частота низькочастотного УЗ – 22 кГц, частота високочастотного УЗ – 1 МГц. Час дії УЗ – 2 хв.

Під час озвучування водних розчинів, насичених CO₂, звукохімічні реакції не відбуваються, оскільки CO₂ проникає в кавітаційну порожнину вже на ранній стадії її розвитку і перешкоджає електричному пробою або ефективно дезактивує збуджені стани [7].

Під час проведення дослідів в умовах неможливості проходження звукохімічних реакцій позитивного ефекту не спостерігалось (табл. 1).

Отже, в основі спостережуваного ефекту лежить перебіг звукохімічних реакцій, що приводять до певних структурних змін розчину [5, 7]. На користь цього припущення також говорить той факт, що перехід свинцю, міді та кадмію в кінетично лабільні сполуки кип'ятінням проб з оцтовою кислотою до підвищення ступеня витягу не привів (табл. 1).

У табл. 5 наведено порівняльні результати визначення свинцю, міді та кадмію в цукрі з використанням у пробопідготовці одночасної дії УЗ високої та низької частот і УЗ тільки однієї низької частоти та стандартним методом після сухої мінералізації. Кращі метрологічні характеристики результатів аналізу отримано під час використання одночасної дії УЗ високої та низької частот.

Таблиця 5

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

Найменування продукту	Введено Pb, Cu, Cd по мг/кг	Знайдено мікроелементів, мг/кг / Відносне стандартне відхилення (n = 6)		
		Свинець	Мідь	Кадмій
Використано одночасну дію УЗ частотою 22 кГц і 1 МГц, інтенсивністю 2,0 та 2,5 см ² відповідно протягом 2 хв				
Цукор	0	0,302/0,070	0,253/0,058	0,0045/0,087
	0,100	0,394/0,077	0,349/0,056	0,1032/0,056
Напій "Оранж"	0	0,383/0,080	0,294/0,056	0,0052/0,089
	0,100	0,465/0,077	0,387/0,057	0,1048/0,063
Напій "Вишня"	0	0,311/0,080	0,229/0,056	0,0032/0,091
	0,100	0,408/0,077	0,325/0,057	0,1028/0,064
Напій "Лимонний"	0	0,229/0,080	0,220/0,056	0,0043/0,090
	0,100	0,321/0,079	0,319/0,057	0,1045/0,067
Використано дію УЗ частотою 22 кГц, інтенсивністю 12 Вт/см ² протягом 5 хв [4]				
Цукор	0	0,289/0,094	0,247/0,077	0,0043/0,107
	0,100	0,379/0,095	0,332/0,078	0,1020/0,096
Напій "Оранж"	0	0,370/0,093	0,287/0,074	0,0050/0,105
	0,100	0,450/0,096	0,369/0,077	0,1012/0,094
Напій "Вишня"	0	0,306/0,093	0,218/0,075	0,0029/0,109
	0,100	0,400/0,096	0,310/0,078	0,1017/0,095
Напій "Лимонний"	0	0,217/0,092	0,214/0,076	0,0040/0,102
	0,100	0,311/0,097	0,308/0,077	0,1021/0,091
Визначено атомно-абсорбційним методом після сухої мінералізації [4, 8]				
Цукор	0	0,280/0,116	0,243/0,114	0,0041/0,123
	0,100	0,367/0,116	0,319/0,112	0,0975/0,114
Напій "Оранж"	0	0,365/0,116	0,278/0,114	0,0048/0,121
	0,100	0,436/0,115	0,360/0,115	0,0990/0,115
Напій "Вишня"	0	0,306/0,115	0,211/0,114	0,0026/0,127
	0,100	0,379/0,116	0,295/0,112	0,9546/0,122
Напій "Лимонний"	0	0,204/0,115	0,200/0,116	0,0036/0,120
	0,100	0,277/0,115	0,279/0,117	0,1005/0,117

Для аналізів використали сухі напої Слов'янської солевидобувної компанії.

Методика аналізу. Близько 100 г цукру (або продукту на його основі) зважують із точністю до 0,01 г, розчиняють у воді. Об'єм розчину розбавляють до 1000 мл і діють УЗ частотою 18–100 кГц та 1,0–1,5 МГц, при цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 1,5–2,5 Вт/см², а високо-частотного – 1,5–3,0 Вт/см², час дії УЗ повинен бути 1–3 хв.

Одержаний розчин переносять у ділільну лійку, приливають 3 М розчин NaOH до pH 9,5 мл 3%-го розчину діетилдитіокарбамінату натрію, 10 мл хлороформу й екстрагують мікроелементи протягом певного часу з використанням механічного підтрушувача (120 струшувань у хв). Після

розділення шарів екстракт зливають у фарфорову чашку. Екстракцію повторюють і екстракти об'єднують. Далі екстракти обережно упарюють на електроплитці в присутності 5 мл азотної кислоти (1:1). Сухий залишок розчиняють у 5 мл соляної кислоти (1:1). В одержаному розчині визначають ~~уміст свинцю~~, міді та кадмію полум'яним атомно-абсорбційним методом. Умови визначення ~~свинцю~~, міді та кадмію: довжина хвилі 283,3, 324,7, 228,8 нм, величина струму ламп "Narva" – 5, 3 і 3 мА, ширина спектральної щілини монохроматора – 0,20 мм, витрата ацетилену – 2, повітря – 13 л/хв.

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

Правильність методик перевіряли методом добавок на розчинах цукру і різних напоях. Крім того, ті самі проби аналізувалися стандартним атомно-абсорбційним методом після сухої мінералізації (табл. 2). Паралельно проводили "холостий" дослід для визначення домішок металів, що можуть бути в реагентах, які використовуються.

Висновок. Розроблено експресну методику визначення свинцю, міді, кадмію в цукрі та продуктах на його основі з виключенням стадії мінералізації. Показано, що попередня обробка УЗ високої і низької частот розчинів, що аналізуються, приводить до збільшення чутливості й експресності визначення та покращення метрологічних характеристик результатів аналізу. Експериментально встановлено, що в основі ефекту підвищення чутливості й експресності аналізу цукру з використанням попередньої ультразвукової обробки розчинів лежить проходження відповідних звукохімічних реакцій.

Література

1. ГОСТ 26927-86, ГОСТ 26935-86. Сырьё и продукты пищевые : Методы определения токсичных элементов. – М. : Гос. ком. СССР по стандартам, 1986. – 85 с.
2. Хавезов И. Атомно-абсорбционный анализ / И. Хавезов, Д. Цалев // Атомно-абсорбционный анализ. – Л. : Химия, 1983. – 144 с.
3. Чмиленко Ф. А. Атомно-абсорбционное определение токсичных элементов в сахаре и продуктах на его основе с использованием ультразвуковой пробоподготовки / Ф. А. Чмиленко, Л. В. Бакланова // Журн. аналит. химии. – 1998. – Т. 53, № 8. – С. 891–894.
4. Чмиленко Ф. А. Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика / Ф. А. Чмиленко, А. Н. Бакланов. – Днепропетровск : Изд-во Днепропетр. ун-та, 2001. – 264 с.
5. Бакланов А. Н. Ультразвук в интенсификации мокрой минерализации различных видов пищевых продуктов / А. Н. Бакланов // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2003. – Т. 46, № 7. – С. 52–58.
6. Маргулис М. А. Звукохимические реакции и сонолюминесценция / Маргулис М. А. – М. : Химия, 1986. – 288 с.
7. ГОСТ 26929-86. Сырьё и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов.

Статтю подано до редколегії
22.12.2009 р.

РОЗДІЛ II **Аналітична хімія**

УДК 543.42:543.253

О. М. Бакланов – доктор хімічних наук, старший науковий співробітник, завідувач кафедри загальнонаукових дисциплін Української інженерно-педагогічної академії (УІПА), м. Харків;
І. Л. Марченко – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Донбаської державної машинобудівної академії (ДДМА);

Н. І. Євграфова – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Донбаської державної машинобудівної академії

Ультразвук у визначенні токсичних елементів у цукрі та продуктах на його основі

Роботу виконано на кафедрі загальнонаукових дисциплін УПА та кафедрі хімії ДДМА

Показано, що використання одночасної дії ультразвуку високої та низької частот у пробопідготовці приводить до підвищення чутливості та експресності аналізу. Розроблено методику атомно-абсорбційного визначення свинцю, міді та кадмію із чутливістю визначення 0,067, 0,013 і 0,004 мг/кг відповідно.

Ключові слова: ультразвук, токсичні елементи, цукор.

Бакланов А. Н., Марченко І. Л., Євграфова Н. І. Ультразвук в определении токсических элементов в сахаре и продуктах на его основе. Показано, что использование одновременного воздействия ультразвука высокой и низкой частот в пробоподготовке приводит к увеличению чувствительности и экспрессности анализа. Разработана методика атомно-абсорбционного определения свинца, меди и кадмия с чувствительностью 0,067, 0,013 и 0,004 мг/кг соответственно.

Ключевые слова: ультразвук, токсичные элементы, сахар.

Baklanov A. N., Marchenko I. L., Yevgraphova N. I. Ultrasound in Determination of Toxic Elements in Sugar and Products on His Basis. It is shown that the simultaneous use of high- and low-frequency ultrasound in the sample preparation leads to higher sensitivity and faster analysis. The method of atomic absorption determination of lead, copper and cadmium was developed, with the sensitivity of 0.067, 0.013 and 0.004 mg/kg respectively.

Key words: ultrasound, toxic elements, sugar.

Постановка наукової проблеми та її значення. Під час аналізу цукру на токсичні елементи використовується суха мінералізація, яка полягає в обуглюванні продукту на електроплитці з подальшою термообробкою в муфельній печі при температурі від 150 до 450 °С [1; 2]. Відомо, що цукор є продуктом, який важко мінералізується (час сухої мінералізації займає більше 30 годин). Причому, при сухій мінералізації цукру можливі втрати елементів, що визначаються [1; 3].

Відомо [4] застосування екстрагування свинцю, міді та кадмію безпосередньо з розчинів цукру. Проте процес можливий лише з розчинів цукру з концентрацією не більше 15 г/л, при цьому ступінь витягання не перевищує 80 %.

Раніше нами запропоновано використовувати попередню обробку розчинів, що аналізуються, ультразвуком (УЗ) частотою 20–44 кГц протягом не менше як 3 хв. Це дало можливість проводити екстрагування свинцю, міді та кадмію з розчинів концентрацією до 50 г/л [4]. Однак використання інтенсивного УЗ інтенсивністю $>10 \text{ Вт/см}^2$ не забезпечувало задовільних метрологічних характеристик аналізу, $S_r > 0,10$ [4].

Відомо [5] використання одночасної дії УЗ високої та низької частот у пробопідготовці кухонної солі до визначення токсичних елементів.

Використання одночасної дії УЗ високої та низької частот у пробопідготовці цукру та продуктів на його основі до визначення токсичних елементів не відомо, у всякому разі в літературі нами не знайдено.

Метою нашої роботи є дослідження можливості використання одночасної дії УЗ високої і низької частот у пробопідготовці до атомно-абсорбційного визначення свинцю, міді та кадмію в цукрі та продуктах на його основі.

Матеріали та методи. УЗ обробку проводили в хімічному реакторі, конструкція якого дозволяє одночасно діяти на розчин, що досліджується, УЗ частотою 18–100 кГц і 1,0–5,0 МГц [5; 6]. Джерелами УЗ були магніострикційні та п'єзоелектричні випромінювачі з робочими частотами від 18 кГц до 5,0 МГц, що підключаються до лампового генератора 24-УЗГИ-К-1,2 (Росія) і до ультразвукового модернізованого диспергатора УЗДН-1М (Україна). Використовували атомно-абсорбційний спектрометр ААС-3 (Німеччина).

Методика експерименту. Наважку продукту розчиняли у воді, об'єм розбавляли водою до 1000 мл і діяли УЗ частотою 18–100 кГц і 1,0–5,0 МГц відповідної інтенсивності протягом певного часу. Одержаний розчин переносили в ділильну лійку і далі діяли згідно з описаним нами раніше в роботі [4]. Паралельно проводили “холостий” дослід для визначення домішок металів, що визначаються у використовуваних реагентах, а також досліди без дії УЗ.

Виклад основного матеріалу й обґрунтування отриманих результатів дослідження. Попередня обробка УЗ розчинів цукру дає змогу кількісно екстрагувати свинець, мідь і кадмій із розчинів із концентрацією цукру до 100 г/л (табл. 1). При цьому час екстрагування може бути скорочений із 8–10 до 5–7 хв порівняно з використанням УЗ однієї частоти за рахунок переходу свинцю, міді та кадмію в більш кінетично лабільні сполуки [6].

Таблиця 1

Вплив концентрації цукру на ступінь витягу мікроелементів свинцю, міді та кадмію і час екстрагування

Концентрація цукру, г/л	Ступінь вилучення мікроелементів (R), % час екстрагування, хв					
	Pb		Cu		Cd	
	R	t**	R	t**	R	t**
40	97	5	99	5	98	5
40*	94	10	98	8	96	10
50	97	5	99	5	98	5
50*	90	10	96	8	92	10
50***	–	10	–	10	–	10
50****	–	10	–	10	–	10
60	95	6	98	5	96	5
60*	80	10	87	9	83	10
70	94	5	96	5	95	5
80	93	5	97	5	94	5
90	93	7	95	5	94	5
100	92	7	94	5	93	5
110	81	7	87	5	84	5
120	74	7	80	5	76	5

У цій таблиці, як і в наступних, подано усереднені результати шести дослідів.

*Використано УЗ частотою 22 кГц, інтенсивністю 12 Вт/см² протягом 5 хв. Використовували одночасну дію ультразвуку частотою 22 кГц, інтенсивністю 2,0 Вт/см² та ультразвуку частотою 1,0 МГц, інтенсивністю 2,5 Вт/см² протягом 2 хв.

**Використовувався оптимальний час екстрагування, який забезпечував максимально можливий ступінь витягу мікроелементів.

***Досліди проводили в умовах неможливості перебігу звукохімічних реакцій, при насиченні проб СО₂ [7].

****Досліди проводили без використання ультразвуку після попереднього кип'ятіння проб з оцтовою кислотою згідно з [4].

Зміна частоти низькочастотного УЗ від 18 до 100 кГц на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію майже не впливала (табл. 2). Порівняння результатів, одержаних із використанням високочастотного УЗ частотою 1–5 МГц, показало, що кращі результати отримано при використанні УЗ частотою 1,0–2,5 МГц (табл. 3). При цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 1,5–2,0 Вт/см², а високочастотного – 2,5–4,0 Вт/см² (табл. 4). Час дії УЗ повинен бути не менше як 1 хв.

Таблиця 2

Вплив частоти низькочастотного УЗ на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Мікроелемент	Ступінь витягу мікроелементів, %							
	18 кГц	22 кГц	44 кГц	50 кГц	60 кГц	80 кГц	100 кГц	110 кГц
Свинець	90	92	92	91	90	90	89	78
Мідь	93	94	93	93	92	91	91	84
Кадмій	93	93	93	92	92	81	90	82

Частота високочастотного УЗ 1,0 МГц, інтенсивність – 2,5 Вт/см². Інтенсивність низькочастотного УЗ – 2 Вт/см². Час дії УЗ – 2 хв. Використовували розчин цукру концентрацією 100 г/л

Таблиця 3

Вплив частоти високочастотного УЗ на ступінь витягу свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Мікроелемент	Ступінь витягу мікроелементів, %					
	1 МГц	2 МГц	2,5 МГц	3 МГц	4 МГц	5 МГц
Свинець	92	91	90	86	80	45
Мідь	94	93	90	89	78	43
Кадмій	93	92	90	87	69	38

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

Таблиця 4

Вплив інтенсивності ультразвуку на ступінь витягу мікроелементів свинцю, міді та кадмію з розчинів цукру

Інтенсивність низькочастотного УЗ, Вт/см ²	Інтенсивність УЗ високої частоти, Вт/см ²					
	2,0	2,5	3,0	4,0	5,0	6,0
Ступінь витягу свинцю, %						
1,0	65	66	71	74	75	77
1,5	85	91	92	91	83	80
2,0	89	92	93	91	84	82
2,5	89	89	88	84	82	77
Ступінь витягу міді, %						
1,0	76	62	65	70	72	74
1,5	80	97	96	93	84	85
2,0	87	94	94	92	83	84
2,5	86	89	88	85	80	83
Ступінь витягу кадмію, %						
1,0	72	62	65	70	72	74
1,5	79	93	93	92	84	85
2,0	83	93	92	91	83	84
2,5	82	84	88	87	82	81

Частота низькочастотного УЗ – 22 кГц, частота високочастотного УЗ – 1 МГц. Час дії УЗ – 2 хв.

Під час озвучування водних розчинів, насичених СО₂, звукохімічні реакції не відбуваються, оскільки СО₂ проникає в кавітаційну порожнину вже на ранній стадії її розвитку і перешкоджає електричному пробію або ефективно дезактивує збуджені стани [7].

Під час проведення дослідів в умовах неможливості проходження звукохімічних реакцій позитивного ефекту не спостерігалось (табл. 1).

Отже, в основі спостережуваного ефекту лежить перебіг звукохімічних реакцій, що приводять до певних структурних змін розчину [5, 7]. На користь цього припущення також говорить той факт, що перехід свинцю, міді та кадмію в кінетично лабільні сполуки кип'ятінням проб з оцтовою кислотою до підвищення ступеня витягу не привів (табл. 1).

У табл. 5 наведено порівняльні результати визначення свинцю, міді та кадмію в цукрі з використанням у пробопідготовці одночасної дії УЗ високої та низької частот і УЗ тільки однієї низької частоти та стандартним методом після сухої мінералізації. Кращі метрологічні характеристики результатів аналізу отримано під час використання одночасної дії УЗ високої та низької частот.

Таблиця 5

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

Найменування продукту	Введено Pb, Cu, Cd по мг/кг	Знайдено мікроелементів, мг/кг / Відносне стандартне відхилення ($n = 6$)		
		Свинець	Мідь	Кадмій
Використано одночасну дію УЗ частотою 22 кГц і 1 МГц, інтенсивністю 2,0 та 2,5 см ² відповідно протягом 2 хв				
Цукор	0	0,302/0,070	0,253/0,058	0,0045/0,087
	0,100	0,394/0,077	0,349/0,056	0,1032/0,056
Напій "Оранж"	0	0,383/0,080	0,294/0,056	0,0052/0,089
	0,100	0,465/0,077	0,387/0,057	0,1048/0,063
Напій "Вишня"	0	0,311/0,080	0,229/0,056	0,0032/0,091
	0,100	0,408/0,077	0,325/0,057	0,1028/0,064
Напій "Лимонний"	0	0,229/0,080	0,220/0,056	0,0043/0,090
	0,100	0,321/0,079	0,319/0,057	0,1045/0,067
Використано дію УЗ частотою 22 кГц, інтенсивністю 12 Вт/см ² протягом 5 хв [4]				
Цукор	0	0,289/0,094	0,247/0,077	0,0043/0,107
	0,100	0,379/0,095	0,332/0,078	0,1020/0,096
Напій "Оранж"	0	0,370/0,093	0,287/0,074	0,0050/0,105
	0,100	0,450/0,096	0,369/0,077	0,1012/0,094
Напій "Вишня"	0	0,306/0,093	0,218/0,075	0,0029/0,109
	0,100	0,400/0,096	0,310/0,078	0,1017/0,095
Напій "Лимонний"	0	0,217/0,092	0,214/0,076	0,0040/0,102
	0,100	0,311/0,097	0,308/0,077	0,1021/0,091
Визначено атомно-абсорбційним методом після сухої мінералізації [4, 8]				
Цукор	0	0,280/0,116	0,243/0,114	0,0041/0,123
	0,100	0,367/0,116	0,319/0,112	0,0975/0,114
Напій "Оранж"	0	0,365/0,116	0,278/0,114	0,0048/0,121
	0,100	0,436/0,115	0,360/0,115	0,0990/0,115
Напій "Вишня"	0	0,306/0,115	0,211/0,114	0,0026/0,127
	0,100	0,379/0,116	0,295/0,112	0,9546/0,122
Напій "Лимонний"	0	0,204/0,115	0,200/0,116	0,0036/0,120
	0,100	0,277/0,115	0,279/0,117	0,1005/0,117

Для аналізів використали сухі напої Слов'янської солевидобувної компанії.

Методика аналізу. Близько 100 г цукру (або продукту на його основі) зважують із точністю до 0,01 г, розчиняють у воді. Об'єм розчину розбавляють до 1000 мл і діють УЗ частотою 18–100 кГц та 1,0–1,5 МГц, при цьому інтенсивність низькочастотного УЗ повинна бути 1,5–2,5 Вт/см², а високочастотного – 1,5–3,0 Вт/см², час дії УЗ повинен бути 1–3 хв.

Одержаний розчин переносять у ділільну лійку, приливають 3 М розчин NaOH до рН 9,5 мл 3%-го розчину діетилдітіокарбаміна натрію, 10 мл хлороформу й екстрагують мікроелементи протягом певного часу з використанням механічного підтрушувача (120 струшвань у хв). Після розділення шарів екстракт зливають у фарфорову чашку. Екстракцію повторюють і екстракти об'єднують. Далі екстракти обережно упарюють на електроплитці в присутності 5 мл азотної кислоти (1:1). Сухий залишок розчиняють у 5 мл соляної кислоти (1:1). В одержаному розчині визначають уміст свинцю, міді та кадмію полум'яним атомно-абсорбційним методом. Умови визначення свинцю, міді та кадмію: довжина хвилі 283,3, 324,7, 228,8 нм, величина струму ламп "Narva" – 5, 3 і 3 мА, ширина спектральної щілини монохроматора – 0,20 мм, витрата ацетилену – 2, повітря – 13 л/хв.

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

Правильність методик перевіряли методом добавок на розчинах цукру і різних напоях. Крім того, ті самі проби аналізувалися стандартним атомно-абсорбційним методом після сухої мінералізації (табл. 2). Паралельно проводили "холостий" дослід для визначення домішок металів, що можуть бути в реагентах, які використовуються.

Висновок. Розроблено експресну методику визначення свинцю, міді, кадмію в цукрі та продуктах на його основі з виключенням стадії мінералізації. Показано, що попередня обробка УЗ високої і

низької частот розчинів, що аналізуються, приводить до збільшення чутливості й експресності визначення та покращення метрологічних характеристик результатів аналізу. Експериментально встановлено, що в основі ефекту підвищення чутливості й експресності аналізу цукру з використанням попередньої ультразвукової обробки розчинів лежить проходження відповідних звукохімічних реакцій.

Література

1. ГОСТ 26927-86, ГОСТ 26935-86. Сырье и продукты пищевые : Методы определения токсичных элементов. – М. : Гос. ком. СССР по стандартам, 1986. – 85 с.
2. Хавезов И. Атомно-абсорбционный анализ / И. Хавезов, Д. Цалев // Атомно-абсорбционный анализ. – Л. : Химия, 1983. – 144 с.
3. Чмиленко Ф. А. Атомно-абсорбционное определение токсичных элементов в сахаре и продуктах на его основе с использованием ультразвуковой пробоподготовки / Ф. А. Чмиленко, Л. В. Бакланова // Журн. аналит. химии. – 1998. – Т. 53, № 8. – С. 891–894.
4. Чмиленко Ф. А. Ультразвук в аналитической химии. Теория и практика / Ф. А. Чмиленко, А. Н. Бакланов. – Днепропетровск : Изд-во Днепропетр. ун-та, 2001. – 264 с.
5. Бакланов А. Н. Ультразвук в интенсификации мокрой минерализации различных видов пищевых продуктов / А. Н. Бакланов // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2003. – Т. 46, № 7. – С. 52–58.
6. Маргулис М. А. Звукохимические реакции и сонолюминесценция / Маргулис М. А. – М. : Химия, 1986. – 288 с.
7. ГОСТ 26929-86. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов.

Статтю подано до редколегії
22.12.2009 р.