

УЛЬТРАЗВУК В ИНТЕНСИФИКАЦИИ НЕПОЛНОЙ СУХОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ КАК ВАЖНЕЙШИЙ АСПЕКТ БЕЗОПАСНОСТИ ПИТАНИЯ

Бакланова Л.В., Бакланов А.Н.

Украинская инженерно-педагогическая академия, г. Харьков, Украина

Сухая минерализация пищевых продуктов широко применяется в лабораторной практике вследствие простоты аппаратного оформления и возможности одновременной минерализации значительного количества проб (до шестидесяти и более) без необходимости постоянного присутствия персонала лаборатории. Существенным недостатком сухой минерализации является ее длительность, занимает от 8 до 30 часов, что составляет более 90 % времени, затрачиваемого на процесс анализа.

Для ускорения анализа используется неполная минерализация – карбонизация хорошо сочетающаяся с электротермической атомно-абсорбционной спектроскопией. При этом, проба после высушивания и последующей термообработки в муфельной печи подвергается измельчению и вводится в электротермический атомизатор в виде водной суспензии. Время карботермии не превышает 30 минут. Существенным недостатком такого метода анализа является неудовлетворительная воспроизводимость результатов, ($S_r > 0,15$), что связано как с неполным выгоранием органической матрицы, так и с недостаточной стабильностью водной суспензии, получаемой простым перемешиванием измельченного карбонизата с водой.

Нами предложено для более полного выгорания органической матрицы вести процесс получения карбонизата в «кипящем слое», для получения которого предложено воздействовать на систему проба-теплоноситель ультразвуком определенных параметров, благодаря чему и создается эффект «кипящего» слоя и время сухой минерализации пищевых продуктов сокращается в 5-20 раз. Для стабилизации водной суспензии карбонизата и для ее дополнительного измельчения предложено также использовать ультразвук определенных параметров. Уровень неселективного поглощения (в интервале длин волн 200-350 нм) суспензии карбонизата пищевых продуктов не превышал 0,05 единицы оптической плотности), что позволяет уверенно выделить аналитический сигнал с использованием дейтериевого корректора фона и использовать электротермическую атомно-абсорбционную спектроскопию для определения тяжелых металлов в пищевых продуктах.

Методика подготовки проб пищевых продуктов для электротермического атомно-абсорбционного определения кадмия.

Навеску испытуемых образцов (3,00-5,00 г) помещали в кварцевые реакторы вместимостью 10 см³. Пробу осторожно обугливали на электроплитке до прекращения выделения дыма и затем истирали в ступке и помещали в муфельную печь, выполненную в виде кварцевой трубы с насаженными электрическими нагревателями и пьезоэлектрическими излучателями ультразвука изготовленными из титаната бария-свинца. Вначале печь нагревали до 200 °С, и постепенно повышали температуру до 300 °С. При этом на систему воздействовали ультразвуком частотой 3,0 МГц, интенсивностью 6,0 Вт/см². При этом частички пробы образовывали «кипящий слой»,

где каждая частичка контактировала с теплоносителем (нагретый воздух), благодаря чему минерализация протекала более полно. Об этом говорит светло-серый цвет карбонизата, в то время как при проведении процесса в простой муфельной печи цвет карбонизата был черным. Время нахождения в печи (общее) проб растительных продуктов – 10 мин, животного – 15 мин. Твердый остаток, полученный после карбонизации, взвешивали и растирали в агатовой ступке до тонкодисперсного состояния. Навеску порошка 0,030 г помещали в мерную пробирку, вместимостью 5 см³ и приливали 1 см³ 0,01 г/дм³ раствора Pd(NO₃)₂). Пробирку закрывали крышкой с просеченным микроотверстием.

На систему воздействовали ультразвуком частотой 22 кГц, интенсивностью 4 Вт/см². 20 мкл полученной суспензии вводили в электротермический атоизатор и определяли содержание кадмия согласно ГОСТ 30178-96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. Дополнение № 1. Ниже, в табл.1, приведены результаты определения кадмия в пищевых продуктах животного происхождения. Следует также отметить, что разработанная методика позволяет использовать нетоксичные вещества (отсутствуют органические растворители) и имеет метрологические характеристики почти такие же как и у стандартной методики для мяса постного табл. 1).

Однако, при использовании данной методики для анализа молокопродуктов метрологические характеристики результатов анализа были значительно хуже чем у стандартной методики. Мы предполагаем, что это связано с возможно более высокой термоустойчивостью компонентов молока или сложностью термодеструкции жиров вообще, в пользу последнего предположения говорит факт некоторого ухудшения метрологических характеристик результатов анализа для мяса курицы, где содержание жиров было выше, чем в мясе постном.

Таблица 1

Результаты определения кадмия в пищевых продуктах с использованием карботермии

Проба	Введено, мг/кг	Найдено, мг/кг; (n=6)			
		Предлагаемым методом		Стандартным методом*	
		Cd	S _r	Cd	S _r
Мясо (говядина)	0	0,071	0,09	0,067	0,08
	0,050	0,115	0,08	0,112	0,08
Мясо (курица)	0	0,022	0,11	0,019	0,10
	0,020	0,041	0,11	0,040	0,09
Молоко	0	0,014	0,13	0,012	0,10
	0,020	0,035	0,14	0,020	0,09
Ряженка	0	0,010	0,14	0,011	0,10
	0,020	0,028	0,14	0,020	0,09

*Использован пламенный атомно-абсорбционный метод после сухой минерализации