

УДК 543.42.613

*А.П. Авдєєнко<sup>а</sup>, О.М. Бакланов<sup>б</sup>, С.О. Коновалова<sup>а</sup>, Л.О. Хмарська<sup>а</sup>, Л.В. Бакланова<sup>б</sup>*

## ІНТЕНСИФІКАЦІЯ СУХОЇ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ ПРИ ВИЗНАЧЕННІ СВИНЦЮ І КАДМІЮ У ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ

<sup>а</sup> Донбаська державна машинобудівна академія, м. Краматорськ, Україна<sup>б</sup> Українська інженерно-педагогічна академія, м. Харків, Україна<sup>в</sup> ТОВ «ТБ «Аква-Холдинг», м. Дніпро, Україна

Для інтенсифікації сухої мінералізації харчових продуктів запропоновано використання надвисокочастотного ультразвуку у поєднанні з обробленням парами газоподібних окисників (хлору або оксидів азоту). Експериментально встановлені оптимальні параметри ультразвуку: частота 11,0–14,0 МГц, інтенсивність 17,0–19,0 Вт/см<sup>2</sup>, температура процесу 60–65°C. При цьому ступінь витягу свинцю і кадмію при мінералізації різних груп харчових продуктів становила 94,5–98,1% і 96,7–99,0%, відповідно. За рахунок виключення оброблення проби в муфельній печі, кількість етапів пробопідготовки зменшується з трьох до двох, що приводить до підвищення експресності мінералізації в 12–14 разів та до покращення метрологічних характеристик результатів аналізу харчових продуктів.

**Ключові слова:** суха мінералізація, харчові продукти, надвисокочастотний ультразвук, свинець, кадмій.

**DOI:** 10.32434/0321-4095-2022-140-1-3-10

### *Вступ*

Суха мінералізація широко застосовується у лабораторній практиці, незважаючи на певні недоліки – втрату легколетких елементів і тривалість процесу, що пов'язано з простотою апаратурного оформлення, а також з можливістю одночасної мінералізації 70 і більше проб без постійної присутності персоналу хімічної лабораторії [1–5].

Тривалість процесу може складати від 1 до 40 годин, що залежить від виду харчового продукту і методу інтенсифікації [1,6–9]. Процес сухої мінералізації складається із наступних стадій [1,10]:

- обвуглювання проби харчового продукту,
- окиснення карбону харчового продукту до вуглекислого газу і отримання золи.

Обвуглювання проби харчового продукту повинно мати оптимальну швидкість, яка залежить від виду продукту. Низька швидкість обвуглювання збільшує тривалість процесу аналізу, а надмірна може викликати занадто бурхливий перебіг сухої перегонки органічної речовини і розбризкування проби, що призводить до втрат елементів, що визначаються.

Для окиснення всього вуглецю харчового продукту до вуглекислого газу температура мінералізації повинна бути 500–550°C. При цьому зола набуває білого або біло-сірого кольору [1,4,10]. Чинним в Україні державним стандартом допускається інтенсифікація сухої мінералізації інфрачервоним випромінюванням від ІЧ-лампи потужністю 500 Вт. При цьому час мінералізації харчового продукту може бути скорочено на 9–10% [10].

Для прискорення процесу сухої мінералізації раніше [10] запропоновано першу стадію сухої мінералізації харчових продуктів (обвуглювання проби) інтенсифікувати ІЧ випромінюванням відповідно до рекомендації [4], а на другій стадії сухої мінералізації інтенсифікувати процес оброблення парами окисників – оксидами азоту або хлору протягом 10–40 хв. На третій стадії пробу поміщають в муфельну піч, нагріту до температури 150–200°C, і поступово кожні півгодини підвищують температуру до 500°C і витримують пробу при цій температурі до появи золи білого або біло-сірого кольору. Завдяки цьому експресність сухої мінералізації порівняно з класичним варіантом підвищується

у 2,5–3,0 рази [10]. Недоліком такої сухої мінералізації є складність і тривалість процесу: підготовка проби складається з трьох етапів і триває 2–9 годин залежно від виду харчового продукту. Це пов'язано з тим, що обвуглена проба знаходиться в реакторі у вигляді щільної маси і пара окисників не може одночасно впливати на всю пробу, що обумовлює необхідність для окиснення всього вуглецю харчового продукту до  $\text{CO}_2$  використовувати оброблення проб в муфельній печі при температурі  $500^\circ\text{C}$  [10].

У хімічній технології використовується сушіння різних видів сировини і матеріалів в «киплячому шарі». При цьому, кожна частка матеріалу, що піддається сушінню, «кипить» в шарі теплоносія і процес інтенсифікується за рахунок значного поліпшення контакту матеріалу з теплоносієм [11]. Раніше для інтенсифікації другої стадії сухої мінералізації нами було запропоновано використовувати ефект «киплячого шару», створюваний дією ультразвуку з частотою 2,5–5,0 МГц і інтенсивністю 8,5–12,0 Вт/см<sup>2</sup>. При цьому час сухої мінералізації скорочується в 5–6 разів [12]. Однак величина відносного стандартного відхилення результатів визначення свинцю і кадмію в харчових продуктах з використанням даної процедури сухої мінералізації перевищувала 0,09. Це пов'язано з недостатньою рівномірністю роботи п'єзоелектричних випромінювачів ультразвуку при частотах до 9 МГц, що приводило до появи флуктуацій «киплячого шару» і, як результат, до неповної мінералізації частини проби [12,13].

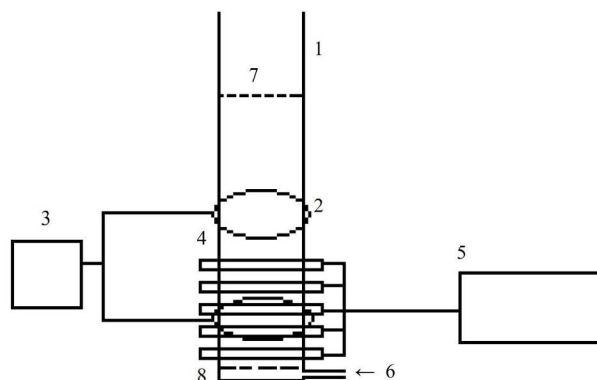
Метою даної роботи є поліпшення метрологічних характеристик результатів аналізу харчових продуктів на вміст свинцю і кадмію при використанні інтенсифікації сухої мінералізації за рахунок ефекту «киплячого шару» під дією ультразвуку частотою вище 10 МГц.

#### **Експериментальна частина**

##### *Суша мінералізація*

Сушу мінералізацію харчових продуктів виконували з використанням запропонованого в роботі [10] приладу (рисунок), що складається з циліндричного кварцового реактора 1, на який одягнені кільцеподібні п'єзоелектричні випромінювачі ультразвуку 4, підключені до генератора ультразвуку 5, що дозволяють створювати ультразвукові коливання з частотою від 10 МГц до 20 МГц. Реактор має вплавлені ніхромові термоелементи 2, які підключаються до лабораторного автотрансформатора 3, завдяки чому можливе плавне підвищення температури до  $400^\circ\text{C}$ . Як джерело надвисокочастотного ультразвуку ви-

користані сертифіковані магнітострикційні випромінювачі, виготовлені з цирконату титану-свинцю із захисним покриттям з фторопласту з резонансними частотами 10, 12, 13, 14, 15, 17, 19 і 20 МГц виробництва дослідного машинобудівного заводу Українського науково-дослідного інституту соляної промисловості [13]. Дані випромінювачі підключалися до лампового генератора типу 24-УЗГІ-К-2,5М, що дозволяє змінювати частоти ультразвуку від 10 МГц до 20 МГц з інтенсивністю до 22 Вт/см<sup>2</sup> [13].



Прилад для інтенсифікації мінералізації харчових продуктів дією ультразвуку: 1 – циліндричний кварцовий реактор; 2 – ніхромові термоелементи; 3 – лабораторний автотрансформатор; 4 – п'єзоелектричні випромінювачі ультразвуку; 5 – генератор ультразвуку; 6 – подача газоподібних окисників; 7, 8 – сітка з нанопористого скла

#### **Методика визначення свинцю і кадмію в харчових продуктах**

Для дослідження були обрані харчові продукти різної складності щодо класичної сухої мінералізації [1,10]. Серед харчових продуктів легкої складності щодо сухої мінералізації обрано хліб білий вищого сорту – час мінералізації до 15 годин, а втрати елементів, що визначаються, практично відсутні. До харчових продуктів середньої складності щодо сухої мінералізації відноситься м'ясо свинина нежирна – час мінералізації до 20 годин, втрати елементів, що визначаються, незначні і практично не впливають на результати аналізу. Серед харчових продуктів високої складності щодо сухої мінералізації обрано жир свинячий – час мінералізації від 20 годин, можливі значні втрати елементів, що визначаються [10].

Тверді продукти харчування подрібнювали, рідкі гомогенізували перемішуванням. Відбирали наважку харчового продукту тваринного походження масою 7,00 г; рослинного – 10,00 г.

Пробу харчового продукту підсушували, потім, поступово підвищуючи температуру, обвуглювали на електроплитці, не допускаючи розбризкування. При цьому, пробу опромінювали ІЧ-лампю 500 Вт. Відстань від лампи до проби і температуру нагрівання регулювали таким чином, щоб не допустити розбризкування проби. Після обвуглювання, пробу обережно подрібнювали за допомогою скляної палички. Наважку обвугленої і подрібненої проби масою 2,00 г переносили у циліндричний кварцовий реактор. На кварцовий реактор одягали кільцеподібні п'єзоелектричні випромінювачі ультразвуку. Далі на систему діяли ультразвуком частотою 11,0–14,0 МГц, інтенсивністю 17–19 Вт/см<sup>2</sup>, візуаль-

но контролюючи появу ефекту киплячого шару. Систему підігрівали до 50–80°C і подавали газоподібний окисник. Як окисники використовували хлор, одержаний при взаємодії хлоридної кислоти і пероксиду водню, та оксиди азоту, одержані при кип'ятінні нітратної кислоти [10]. Процес закінчували при появі золи білого або світло-сірого кольору без темних включень. Після охолодження, пробу розчиняли в 5–6 мл нітратної кислоти (1:1) і переносили в мірну пробірку місткістю 15 мл, доводили об'єм розчину бідистильованою водою до 10 мл і перемішували. Свинець і кадмій визначали в одержаному мінералізаті неполум'яним атомно-абсорбційним методом згідно з рекомендацією [13].

Таблиця 1

**Вплив пари окисника (хлор або оксиди азоту) і дії ультразвуку на час сухої мінералізації**

Окисник та умови мінералізації	Час обвуглювання проби з ІЧ-лампю, хв	Оброблення парами окисника з ультразвуковою інтенсифікацією до одержання золи білого або біло-сірого кольору, хв
<b>Хліб білий вищого сорту</b>		
Без використання пари окисників	25	Появи золи білого або біло-сірого кольору не спостерігалось при підвищенні температури до 400°C протягом 12 годин
Без ультразвуку	25	Повного окиснення (поява золи білого або біло-сірого кольору) не спостерігалось при підвищенні температури до 400°C протягом 10 годин
Хлор	25	16
	25	14
	30	15
Оксиди азоту	25	14
	26	15
	25	14
<b>М'ясо свинина нежирна</b>		
Без використання пари окисників	35	Появи золи білого або біло-сірого кольору не спостерігалось при підвищенні температури до 400°C протягом 12 годин
Без ультразвуку	12	Появи золи білого або біло-сірого кольору не спостерігалось протягом 12 годин
Хлор	40	19
	40	21
	39	20
Оксиди азоту	39	19
	40	21
	41	21
<b>Жир свинячий</b>		
Без використання пари окисників	40	Появи золи білого або біло-сірого кольору не спостерігалось при підвищенні температури до 400°C протягом 12 годин
Без ультразвуку	42	Повного окиснення (поява золи білого або біло-сірого кольору) не спостерігалось при підвищенні температури до 400°C протягом 12 годин
Хлор	42	31
	42	29
	43	30
Оксиди азоту	42	30
	43	27
	44	24

Найбільш точні результати вмісту свинцю і кадмію у харчових продуктах отримано при застосуванні ультразвуку з частотою 11,0 МГц і інтенсивністю 17 Вт/см<sup>2</sup> при температурі 65<sup>o</sup>C.

Ступінь вилучення свинцю і кадмію визначали як відношення знайденої кількості свинцю і кадмію до дійсної (справжньої) кількості у відсотках при різних параметрах ультразвуку (частота 10,5–14,5 МГц), інтенсивності (16,5–19,5 Вт/см<sup>2</sup>) і температури (50–80<sup>o</sup>C).

За дійсну кількість приймали середнє арифметичне результатів визначення свинцю і кадмію у харчових продуктах після мокрої і сухої мінералізації згідно з [4,13]. При цьому дійсну кількість в свинцю (кадмію) розраховували за формулою

$$X=(n+m)/2, \text{ мг/кг,}$$

де  $n$  – середнє арифметичне трьох визначень вмісту свинцю (кадмію) у харчовому продукті методом атомно-абсорбційної спектроскопії після сухої мінералізації [13];  $m$  – середнє арифметичне трьох визначень вмісту свинцю (кадмію) у харчовому продукті методом атомно-абсорбційної спектроскопії після мокрої мінералізації [13].

#### **Результати та обговорення**

З результатів дослідів щодо впливу типу окисника (хлор або оксиди азоту) і дії ультра-

звуку на час мінералізації, наведених у табл. 1, видно, що тип окисника практично не впливає на час мінералізації, але без окисників повна мінералізація неможлива. Навіть підвищення температури до 400<sup>o</sup>C протягом 12 годин не забезпечує отримання золи білого або біло-сірого кольору. Без дії ультразвуку повна мінералізація також неможлива – дія пари окисників протягом 12 годин не забезпечує отримання золи білого або біло-сірого кольору.

Результати дослідів щодо впливу частоти ультразвуку на ступінь вилучення свинцю і кадмію наведені у табл. 2. Температура процесу складала 65±1<sup>o</sup>C. Обробку обвугленої проби проводили ультразвуком інтенсивністю 17 Вт/см<sup>2</sup>. Як окисник використовували хлор, одержаний при взаємодії хлоридної кислоти і пероксиду водню. У таблицях 2–4 надані усереднені результати трьох досліджень.

З таблиці 2 виходить, що найкращі результати були отримані при використанні ультразвуку частотою 11–14 МГц. Саме при цих параметрах ультразвуку спостерігався найбільш виражений ефект киплячого шару, завдяки чому кожна частка проби піддавалася впливу газоподібного окисника.

Результати дослідів з вивчення впливу інтенсивності ультразвуку на ступінь вилучення свинцю і кадмію наведені у табл. 3. Температура процесу складала 65±2<sup>o</sup>C. Обробку обвугле-

Таблиця 2

**Вплив частоти ультразвуку на ступінь вилучення свинцю і кадмію**

Вид харчового продукту	Ступінь вилучення свинцю,% / ступінь вилучення кадмію, %						
	частота ультразвуку, МГц						
	10,5	11,0	12,0	13,0	13,5	14,0	14,5
Хліб білий вищого сорту	88,0/89,3	98,1/98,6	98,0/98,5	97,7/97,3	97,0/96,5	96,6/96,0	81,0/81,4
М'ясо свинина нежирна	82,1/89,5	97,4/97,9	97,1/97,7	96,5/96,7	95,7/95,9	95,1/95,4	78,1/79,6
Жир свинячий	83,1/89,4	96,8/97,0	96,1/96,4	95,2/95,7	94,3/94,9	93,4/94,0	73,1/79,2

Таблиця 3

**Вплив інтенсивності ультразвуку на ступінь вилучення свинцю и кадмію**

Вид харчового продукту	Ступінь вилучення свинцю,% / ступінь вилучення кадмію, %						
	інтенсивність ультразвуку, Вт/см <sup>2</sup>						
	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5
Хліб білий вищого сорту	84,2/85,6	98,1/98,6	98,1/98,5	98,0/98,8	98,9/99,0	98,0/98,2	64,0/65,1
М'ясо свинина нежирна	83,7/83,9	97,4/97,9	97,0/97,4	97,0/97,3	98,3/98,6	96,2/96,9	52,3/52,5
Жир свинячий	81,2/81,6	96,8/97,0	96,5/97,3	96,0/96,7	97,0/97,3	94,5/94,2	40,2/40,5

ної проби проводили ультразвуком частотою 11,0 МГц. Як окисник використовували хлор, одержаний при взаємодії хлоридної кислоти і пероксиду водню.

Найкращі результати були отримані при використанні ультразвуку інтенсивністю 17,0–19,0 Вт/см<sup>2</sup>. Ефект киплячого шару візуально спостерігався при інтенсивності ультразвуку починаючи з 16,5 Вт/см<sup>2</sup>. При інтенсивності ультразвуку більш 19,0 Вт/см<sup>2</sup> спокійне «кипіння» переходило в передбурхливу стадію з розбризкуванням проби, що призводило до втрат проби і елементів, що визначаються, і як наслідок, до зниження ступеня вилучення свинцю і кадмію (табл. 3).

У таблиці 4 наведені результати досліджень впливу температури процесу на ступінь вилучення свинцю і кадмію. Оброблення обвугленої проби виконували ультразвуком частотою 11,0 МГц, інтенсивністю 17 Вт/см<sup>2</sup>. Як окисник використовували хлор, одержаний при взаємодії хлоридної кислоти і пероксиду водню. Встановлено, що зменшення температури процесу менше 60°C призводить до зменшення ступеня вилучення свинцю і кадмію, що ймовірно пов'язано з неповним окисненням органічної частини харчового продукту [1,10]. Підвищення ж темпера-

тури процесу до 70°C також призводить до зменшення ступеня вилучення свинцю і кадмію, що ймовірно пов'язано з можливими втратами елементів (табл. 4).

Таким чином, на основі результатів здійснених дослідів запропоновано новий прийом в аналітичній хімії харчових продуктів – використання спільної дії пари окисника і впливу надвисокочастотного ультразвуку для інтенсифікації сухої мінералізації харчових продуктів. Причому надвисокочастотний ультразвук використовувався для створення ефекту киплячого шару, завдяки чому кожна частинка проби обвугленого харчового продукту вступала в хімічні реакції окиснення з окисником у газоподібному стані. Отже, зникла необхідність в третій стадії мінералізації – оброблення проби в муфельній печі при температурі 500–550°C. У результаті швидкість мінералізації зросла в 12–14 разів, а відносне стандартне відхилення  $S_r$  результатів визначення свинцю і кадмію зменшилося (табл. 5).

На основі нового способу мінералізації розроблена методика експресного визначення свинцю і кадмію в харчових продуктах електротермічним атомно-абсорбційним методом. Правильність методики перевірялася порівнянням результатів аналізу одних і тих же проб з вико-

Таблиця 4

Вплив температури процесу на ступінь вилучення свинцю і кадмію

Вид харчового продукту	Ступінь вилучення свинцю,% /ступінь вилучення кадмію, %				
	температура процесу, °C				
	50	55	60	65	70
Хліб білий вищого сорту	87,4/89,5	90,0/91,1	98,0/98,4	98,1/98,6	92,0/92,3
М'ясо свинина нежирна	81,3/81,9	91,5/91,6	97,2/97,6	97,4/97,9	91,5/91,6
Жир свинячий	80,4/81,0	88,4/89,2	96,5/96,8	96,8/97,0	90,4/90,8

Таблиця 5

Порівняння способів мінералізації харчових продуктів

Вид харчового продукту	Час мінералізації, хв	Кількість стадій	$S_r$ (n=6)		Час мінералізації, хв	Кількість стадій	$S_r$ (n=6)	
			Pb	Cd			Pb	Cd
			спосіб з УЗ				спосіб без УЗ	
Хліб білий вищого сорту	40±2	2	0,060–0,065	0,059–0,063	600±60	3	0,092–0,095	0,083–0,087
М'ясо свинина нежирна	61±2	2	0,063–0,068	0,062–0,064	1260±120	3	0,098–0,101	0,085–0,089
Жир свинячий	74±2	2	0,074–0,076	0,068–0,073	1530±120	3	0,106–0,108	0,089–0,091

Примітка:  $S_r$  – відносне стандартне відхилення; УЗ – ультразвук.

ристанням методики, заснованої на використанні сухої мінералізації тільки паром окисників [10].

Для демонстрації можливостей нового способу мінералізації були обрані представники харчових продуктів різної складності щодо класичної сухої мінералізації [1,10]: хліб білий вищого сорту (продукт легкої складності щодо сухої мінералізації), м'ясо свинина нежирна (продукт середньої складності щодо сухої мінералізації), жир свинячий (продукт високої складності щодо сухої мінералізації).

З метою визначення точності результатів запропонованого методу було виконано порівняння даного методу (з інтенсифікацією сухої мінералізації ультразвуком з частотою 11,0 МГц, інтенсивністю 17 Вт/см<sup>2</sup>) з методикою визначення свинцю і кадмію [10], в якій використовується спосіб сухої мінералізації тільки паром окисників без застосування ультразвуку. Аналіз отриманих даних (табл. 6) показав, що найбільш точні результати аналізу харчових продуктів можуть бути отримані при використанні способу мінералізації паром окисників з інтенсифікацією процесу надвисокочастотним ультразвуком. Так, при використанні способу сухої мінералізації тільки паром окисників, відносно стандартне відхилення результатів аналізу становить  $S_r=0,092-0,108$  при визначенні свинцю і  $S_r=0,083-0,091$  при визначенні кадмію; а в способі, який пропонується, відповідно,  $S_r=0,060-0,076$  і  $S_r=0,059-0,073$ .

#### Висновки

Для інтенсифікації сухої мінералізації хар-

чових продуктів запропоновано використання надвисокочастотного ультразвуку у поєднанні з обробкою парами газоподібних окисників (хлору або оксидів азоту). В основі інтенсифікуючої дії ультразвуку лежить утворення «киплячого шару», коли кожна частка проби омивається парами окисника.

Експериментально встановлені оптимальні параметри ультразвуку: частота 11,0–14,0 МГц, інтенсивність 17,0–19,0 Вт/см<sup>2</sup> і температура процесу 60–65°C. Ступінь витягу свинцю і кадмію при мінералізації різних груп харчових продуктів становила 94,5–98,1% і 96,7–99,0%, відповідно.

На основі запропонованого способу мінералізації розроблена методика експресного визначення свинцю і кадмію в харчових продуктах електротермічним атомно-абсорбційним методом. Правильність методики перевірялася порівнянням результатів аналізу одних і тих же проб з використанням методики, заснованої на використанні сухої мінералізації тільки парами окисників [10].

Показано, що за рахунок виключення обробки проби в муфельній печі, кількість етапів пробопідготовки зменшується з трьох до двох, що приводить до підвищення експресності мінералізації в 12–14 разів та до покращення метрологічних характеристик результатів аналізу харчових продуктів. При використанні сухої мінералізації тільки парами окисників, відносно стандартне відхилення результатів аналізу становило  $S_r=0,092-0,100$  при визначенні свинцю і  $S_r=0,080-0,089$  при визначенні кадмію; а при

Таблиця 6

Порівняння методик визначення свинцю і кадмію

Назва харчового продукту	Введено, мг/кг		Знайдено Pb, мг/г	$S_r$ (n=6)	Знайдено Cd, мг/г	$S_r$ (n=6)
	Pb	Cd				
методика, що пропонується						
Хліб білий вищого сорту	0	0	0,071	0,065	0,035	0,063
	0,10	0,030	0,162	0,060	0,063	0,059
М'ясо свинина нежирна	0	0	0,122	0,068	0,047	0,064
	0,10	0,050	0,217	0,063	0,096	0,062
Жир свинячий	0	0	0,067	0,074	0,039	0,073
	0,10	0,030	0,163	0,076	0,067	0,068
методика [10]						
Хліб білий вищого сорту	0	0	0,083	0,095	0,033	0,087
	0,10	0,030	0,172	0,092	0,059	0,083
М'ясо свинина нежирна	0	0	0,141	0,101	0,047	0,089
	0,10	0,050	0,232	0,098	0,090	0,085
Жир свинячий	0	0	0,063	0,108	0,033	0,089
	0,10	0,030	0,156	0,106	0,060	0,091

Примітка;  $S_r$  – відносне стандартне відхилення.

використанні сумісної дії надвисокочастотного ультразвуку та газоподібних окисників  $S_r=0,063-0,075$  і  $S_r=0,059-0,064$ , відповідно.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Otles S.* Methods of analysis of food components and additives. Second edition. – Boca Raton: CRC Press, 2016. – 534 p.

2. *Sample preparation for the determination of metals in food samples using spectroanalytical methods – a review / Korn M.G.A., da Boa Morte E.S., dos Santos D.C.M.B., Castro J.T., Barbosa J.T.P., Teixeira A.P., Fernandes A.P., Welz B., Santos W.P.C., Santos E.B.G.N., Korn M.* // *Appl. Spectrosc. Rev.* – 2008. – Vol.43. – No. 2. – P.67-92.

3. *Sample preparation of solid samples for metal determination by atomic spectroscopy—An overview and selected recent applications / Sneddon J., Hardaway C., Bobbadi K.K., Reddy A.K.* // *Appl. Spectrosc. Rev.* – 2006. – Vol.41. – No. 1. – P.1-14.

4. *Синяєва Н.П.* Дослідження вмісту токсичних елементів у продуктах харчування // Вісн. Запорізького нац. ун-ту. Фізичне виховання та спорт. – 2015. – № 1. – С.127-136. Режим доступу: [http://nbuv.gov.ua/UJRN/Vznu\\_FViS\\_2015\\_1\\_23](http://nbuv.gov.ua/UJRN/Vznu_FViS_2015_1_23).

5. *Jorhem L.* Determination of metals in foods by atomic absorption spectrometry after dry ashing: NMKL collaborative study // *J. AOAC Int.* – 2000. – Vol.83. – No. 5. – P.1204-1211.

6. *Soylak M., Aydin A.* Determination of some heavy metals in food and environmental samples by flame atomic absorption spectrometry after coprecipitation // *Food Chem. Toxicol.* – 2011. – Vol.49. – No. 6. – P.1242-1248.

7. *Feist B., Mikula B.* Preconcentration of heavy metals on activated carbon and their determination in fruits by inductively coupled plasma optical emission spectrometry // *Food Chem.* – 2014. – Vol.147. – P.302-306.

8. *Capar S.G., Mindak W.R., Cheng J.* Analysis of food for toxic elements // *Anal. Bioanal. Chem.* – 2007. – Vol.389. – P.159-169.

9. *Determination of trace element contents of baby foods from Turkey / Saracoglu S., Saygi K.O., Uluozlu O.D., Tuzen M., Soyлак M.* // *Food Chem.* – 2007. – Vol.105. – No. 1. – P.280-285.

10. *Интенсификация сухой минерализации пищевых продуктов парами окислителей и ИК-облучением / Юрченко О.И., Бакланов А.Н., Белова Е.А., Калинин О.С., Бакланова Л.В., Ларин В.И.* // *Укр. хим. журн.* – 2015. – Т.81. – № 4. – С.98-102.

11. *Гринь С.А., Филенко О.Н., Якибчук В.В.* Использование установки кипящего слоя для сушки поваренной соли // *Вісн. НТУ «ХПІ»*. Сер. Нові рішення в сучасн. технол. – 2013. – № 4(978). – С.106-112.

12. *Ultrasound to intensify of food dry mineralization by the oxidants in vapour form / Yurchenko O.I., Baklanov A.N., Belova E.A., Kalinenko O.S., Baklanova L.V.* // *ISJ Theor. Appl. Sci.* – 2015. – Vol.27. – No. 7. – P.122-129.

13. *Ультразвук в аналитической химии и химической технологии: монография. / Бакланов А.Н., Авдеенко А.П., Коновалова С.А., Бакланова Л.В.* – Краматорск: ДГМА, 2012. – 332 с.

Надійшла до редакції 01.10.2021

## INTENSIFICATION OF DRY MINERALIZATION IN DETERMINATION OF LEAD AND CADMIUM IN FOODSTUFFS

*A.P. Avdeenko<sup>a,\*</sup>, O.M. Baklanov<sup>b</sup>, S.O. Konovalova<sup>a</sup>, L.O. Khmars'ka<sup>c</sup>, L.V. Baklanova<sup>b</sup>*

<sup>a</sup> *Donbass State Engineering Academy, Kramatorsk, Ukraine*

<sup>b</sup> *Ukrainian Engineering Pedagogics Academy, Kharkiv, Ukraine*

<sup>c</sup> *Aqua-holding Ltd, Dnipro, Ukraine*

\* *e-mail: chimist@dgma.donetsk.ua*

To intensify the dry mineralization of foodstuffs, the use of ultrahigh-frequency ultrasound in combination with treatment by gaseous oxidants (chlorine or nitrogen oxides) has been proposed. The optimal parameters of ultrasound were experimentally established as follows: frequency of 11.0–14.0 MHz, power density of 17.0–19.0 W/cm<sup>2</sup>, and process temperature of 60–65°C. Under these conditions, the degree of lead and cadmium extraction during mineralization of different food groups was 94.5–98.1% and 96.7–99.0%, respectively. Due to the exclusion of sample processing in the muffle furnace, the number of stages in sample preparation was reduced from three to two, which led to an increase in the rapidity of mineralization by 12–14 times and better metrological characteristics of food analysis results.

**Keywords:** dry mineralization; foodstuffs; ultrahigh-frequency ultrasound; lead; cadmium.

## REFERENCES

1. *Otles S.* *Methods of analysis of food components and additives*. Second Edition. Boca Raton: CRC Press; 2011. 534 p. doi: 10.1201/b11218.

2. Korn MGA, da Boa Morte ES, dos Santos DCMB, Castro JT, Barbosa JTP, Teixeira AP, et al. Sample preparation for the determination of metals in food samples using spectroanalytical methods – a review. *Appl Spectrosc Rev.* 2008; 43(2): 67-92. doi: 10.1080/05704920701723980.

3. Sneddon J, Hardaway C, Bobbadi KK, Reddy AK. Sample preparation of solid samples for metal determination by atomic spectroscopy – an overview and selected recent applications. *Appl Spectrosc Rev.* 2006; 41(1): 1-14. doi: 10.1080/05704920500385445.

4. Sinyayeva N. Doslidzhennia vmistu toksychnykh elementiv u produktakh kharchuvannia [Determination of toxic elements in baby food]. *Bull Zaporizhzhia Nat Univ Phys Educ Sports.* 2015; (1): 127-136. (in Ukrainian).

5. Jorhem L. Determination of metals in foods by atomic absorption spectrometry after dry ashing: NMKL<sup>1</sup> collaborative study. *J AOAC Int.* 2000; 83(5): 1204-1211. doi: 10.1093/jaoac/83.5.1204.
6. Soylak M, Aydin A. Determination of some heavy metals in food and environmental samples by flame atomic absorption spectrometry after coprecipitation. *Food Chem Toxicol.* 2011; 49(6): 1242-1248. doi: 10.1016/j.fct.2011.03.002.
7. Feist B, Mikula B. Preconcentration of heavy metals on activated carbon and their determination in fruits by inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Food Chem.* 2014; 147: 302-306. doi: 10.1016/j.foodchem.2013.10.002.
8. Capar SG, Mindak WR, Cheng J. Analysis of food for toxic elements. *Anal Bioanal Chem.* 2007; 389: 159-169. doi: 10.1007/s00216-007-1433-6.
9. Saracoglu S, Saygi KO, Uluozlu OD, Tuzen M, Soylak M. Determination of trace element contents of baby foods from Turkey. *Food Chem.* 2007; 105(1): 280-285. doi: 10.1016/j.foodchem.2006.11.022.
10. Yurchenko OI, Baklanov AN, Belova EA, Kalinenko OS, Baklanova LV, Larin VI. Intensifikatsiya sukhoi mineralizatsii pishchevykh produktov parami okislitelei i IK-oblucheniem [Intensification of dry mineralization of food products with vapors of oxidizers and IR radiation]. *Ukr Chem J.* 2015; 81(4): 98-102. (in Russian).
11. Grin' SA, Filenko ON, Yakibchuk VV. Ispol'zovanie ustanovki kipyashhego sloya dlya sushki povarennoi soli [Using a fluidized bed plant for drying table salt]. *NTU «KhPI» Bull Ser New Solut Modern Technol.* 2013; 4(978): 106-112. (in Russian).
12. Yurchenko OI, Baklanov AN, Belova EA, Kalinenko OS, Baklanova LV. Ultrasound to intensify of food dry mineralization by the oxidants in vapour form. *ISJ Theor Appl Sci.* 2015; 27(7): 122-129. (in Russian). doi: 10.15863/TAS.2015.07.27.21.
13. Baklanov AN, Avdeenko AP, Konovalova SA, Baklanova LV. *Ul'trazvuk v analiticheskoi khimii i khimicheskoi tekhnologii* [Ultrasound in analytical chemistry and chemical technology]. Kramatorsk: Donbas State Engineering Academy; 2012. 332 p. (in Russian).