

УДК 543.422:541.491:546.815:546.48:546.49

DETERMINING THE MICROELEMENT COMPOSITION OF MUSHROOMS

E. Kostenko, E. Butenko

National University Food Technologies

Key words:

*Spectrophotometric
determination of ions
Dyestuffs
Food mushrooms*

Article history:

Received 05.09.2014

Received in revised form
16.10.2014

Accepted 05.11.2014

Corresponding author:

E. Kostenko

E-mail:

kee @ nuft.edu.ua

ABSTRACT

The schemes for solid-phase spectrophotometric and photometric determination of microelement composition of food products using the dyestuffs of acid and main types are presented in the article. The offered schemes of the analysis are applied on mushroom samples.

ВИЗНАЧЕННЯ МІКРОЕЛЕМЕНТНОГО СКЛАДУ ГРИБІВ

Є.Є. Костенко, О.М. Бутенко

Національний університет харчових технологій

У статті розроблено схеми твердофазного спектрофотометричного та фотометричного визначення мікроелементного складу харчових продуктів із застосуванням барвників кислотного й основного типів. Запропоновані схеми аналізу апробовано на зразках грибів.

Ключові слова: *спектрофотометричне визначення іонів, барвники, харчові гриби.*

Відомо, що іони ряду металів і неметалів підлягають обов'язковому контролю у всіх харчових продуктах і сировині з метою оцінки їх якості. Зазвичай для цього використовують такі стандартні методи, як полярографічний, фотометричний та атомно-абсорбційний, що характеризуються певними недоліками: невисока чутливість (фотометричний), складна пробопідготовка (полярографічний, атомно-абсорбційний) тощо [1, 2].

Гриби є цінним харчовим продуктом, який містить велику кількість важливих органічних і неорганічних речовин, тому доцільно використати їх для створення нових ковбасних продуктів, попередньо визначивши мікроелементний склад грибної складової з метою оцінки якості нових продуктів. Для вирішення цієї проблеми використано схему аналізу,

запропоновану в [3], та застосовано нові методики спектрофотометричного визначення мікроелементів, що не використовувались для аналізу харчових продуктів.

Експериментальна частина

Реагенти. Вихідні 0,1 моль/дм³ розчини солей Cu(II), Pb(II), Zn(II), Fe (III), Hg(II), Cd(II) готували розчиненням наважок: CuSO₄ 5 H₂O (х.ч.), Zn⁰ і Cd⁰ (ос.ч.) у 0,1 і 1,0 моль/дм³ H₂SO₄; Pb(NO₃)₂, Fe(NO₃)₃·6 H₂O, Hg(NO₃)₂ 0,5 H₂O (х.ч.) у 0,1 моль/дм³ HNO₃ [4]. Стандартизацію проводили: йодометрично (Cu) [5], комплексометрично (Pb) [6], (Zn) [7], гравіметрично (Fe) [4], перманганатометрично (Fe) [4], меркуриметрично (Hg) [8].

Стандартний водний розчин фосфору з титром 10 мкг/см³ готували за точною наважкою KH₂PO₄; х.ч. 0,24 М водний розчин Na₂MoO₄·24 H₂O готували за точною наважкою. Також використовували арсеназо III (АРС) х.ч., очищений за методикою [9], ксиленоловий оранжевий (КО), пірокатехіновий фіолетовий (ПКФ), хромазурол S (ХАЗ), СПАДНС ч.д.а. (Chemapol), кислотний хромтемно-синій (КХТС), ч.д.а. (Reanal), малахітовий зелений (МЛЗ) ч.д.а. (Merk). Крім того, використовували HCl, HNO₃, NaOH, NaCl, ацетон, етанол ос.ч; 35 % розчин пероксиду водню фірми Solvay. Вихідні 1,0 моль/дм³ розчини Калію йодиду, нітрату, тіоціанату та хлориду і Натрію фториду та хлориду готували розчиненням точних наважок відповідних препаратів кваліфікації х.ч. у воді. Вихідні 1,0 моль/дм³ розчини амоніаку, нітратної та хлоридної кислот, 0,2 моль/дм³ розчин сульфатної кислоти готували розведенням концентрованих розчинів. Воду очищали так, як описано в [10]. Робочі розчини готували розведенням вихідних перед проведенням експерименту.

При дослідженні використовували аніонообмінник АВ-17×8 (А) в Cl-формі зерненням 0,25—0,50 мм, який готували до використання за методикою, описаною в [11]: 10 г А замочували в насиченому розчині NaCl і залишали на добу. Потім відокремлювали сорбент, промивали його 0,5 М розчином HCl до негативної реакції на Fe³⁺ і водою до нейтральної реакції. Підготовлену матрицю модифікували водним розчином відповідного металохромного індикатора, як це описано в [12]. Для цього ~ 0,1 г індикатора в 150 см³ води обробляли 10 г повітряно-сухого А-Cl. Тверду фазу відфільтровували, промивали водою, висушували. Отримані твердофазні реагенти являють собою прозорі забарвлені гранули, які добре пропускають світло.

Підготовка твердої проби до фотометрування полягала в отриманні світлопоглинаючого шару концентрату, рівномірно розташованого в кюветі. Для вимірювань використовували кварцеві кювети з паралельними стінками. Концентрат переносили за допомогою піпетки в кювету, яку спочатку заповнювали водою, іншу кювету аналогічно заповнювали АВ-17×8-Cl або АВ-17×8-індикатор такого ж зернення. Світлопоглинання аналізованих проб вимірювали після досягнення максимально можливої щільності укладки гранул у кюветах. Перемішування розчинів проводили на магнітній мішалці.

Пробопідготовка зразків для ТФС визначень. Пробу зразка грибів вносили у порцелянову чашку, висушували у сушильній шафі при $t = 100$ °C до сталої маси, вносили 10 см³ HNO₃ концентрованої, 5 см³ 35 % розчину H₂O₂, ставили у муфельну піч на 2,5 години, збільшуючи температуру кожні 15 хвилин на

50 °С (до 500 °С). Отриману золу розчиняли в 10 см³ 1 М HNO₃, переносили в мірну колбу місткістю 100 см³ і доводили до rischi 1 М нітратною кислотою.

Методики експерименту. Вміст К, Na, Са визначали полуменевометрично за методом градуувального графіка.

Методика визначення фосфору [13]. У конічну пробірку місткістю 10 см³ вносили 0,1 см³ розчину золи продукту, додавали 2 см³ 2 М нітратної кислоти, 0,4 см³ 0,24 М розчину молібдата натрію, 1 см³ 0,1 % водного розчину МЛЗ, водою доводили до rischi, перемішували паличкою до утворення темно-зелених пластівців іонного асоціату молібдофосфатної гетерополікислоти з малахітовим зеленим. Суміш центрифугували 2 хв (3000 об/хв). Центрифугат зливали. До осаду додавали 10 см³ води, перемішували паличкою для промивання осаду іонного асоціату від залишку МЛЗ, знову центрифугували 2 хв. Центрифугат зливали, додавали 10 см³ ацетону для розчинення осаду, розчин переносили у мірну колбу місткістю 100 см³. У пробірку додавали ще 10 см³ ацетону для повного розчинення залишків осаду і переносили в мірну колбу з попередньою порцією ацетонового розчину іонного асоціату. Розчин у колбі доводили до rischi водою і перемішували. При цьому осад повністю розчиняється. Оптичну густину розчину вимірювали в кюветі з $l = 1$ см при $\lambda = 620$ нм відносно води.

Методика визначення Fe (III). У мірну колбу місткістю 25 см³ вносили 1 см³ розчину золи продукту, додавали 2 см³ 2 М розчину нітратної кислоти, 5 см³ 20 % розчину тіоціанату амонію, доводили водою до rischi, перемішували. Оптичну густину вимірювали в кюветі з $l = 1$ см при $\lambda = 490$ нм відносно води.

Методика визначення Си (II) [14]. У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 1 см³ 10⁻³ М водного розчину СПАДНС, 1 см³ 10⁻³ М розчину фториду натрію для зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний комплекс, дистильовану воду до 25 см³, створюючи рН ~ 6,8 за допомогою уротропіна та NaOH. Оптичну густину вимірювали в кюветі з $l = 1$ см при $\lambda = 580$ нм відносно води.

Методика визначення Cd (II) (схема № 1). У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 20 см³ дистильованої води, в об'ємі 50 см³ створювали рН 2—2,5 за допомогою HCl і NaOH, вносили 0,3 г твердофазного КО і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Тверду фазу відокремлювали фільтруванням і відкидали. У рідкій фазі створювали рН 4 за допомогою уротропіну_{крис.}. Вносили 0,3 г твердофазного КХТС і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 560$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Zn(II) (схема № 1). Після визначення Cd (II) твердий концентрат комплексу Cd (II) з КХТС відокремлювали фільтруванням і відкидали. У рідкій фазі, що залишилася, створювали рН 11, вносили 0,3 г твердофазного КХТС, перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 580$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Zn (II) (схема № 2). У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 20 см³ дистильованої води, в об'ємі

50 см³ створювали рН 2—2,5 за допомогою НСl і NaOH, вносили 0,3 г твердофазного КО і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Тверду фазу відокремлювали фільтруванням і відкидали. У рідкій фазі створювали рН 3 за допомогою уротропіну_{крис.} Вносили 0,3 г твердофазного МТС і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 500$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Cd (II) (схема № 2). Після визначення Zn (II) твердий концентрат комплексу Zn (II) з МТС відокремлювали фільтруванням і відкидали. У рідкій фазі, що залишилася, створювали рН 7, вносили 0,3 г твердофазного МТС, перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 640$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Pb (II) (схема № 1). У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 20 см³ дистильованої води, 1 см³ 10⁻³ М розчину фториду натрію для зв'язування іонів Fe³⁺, в об'ємі 50 см³ створювали рН 4,5—5 за допомогою НСl і NaOH, вносили 0,3 г твердофазного АРС і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 660$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Pb (II) (схема № 2). У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 20 см³ дистильованої води, 1 см³ 10⁻³ М розчину фториду натрію для зв'язування іонів Fe³⁺, об'ємі 50 см³ створювали рН 2 за допомогою НСl і NaOH, вносили 0,3 г твердофазного ПКФ і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 640$ нм відносно АВ-17×8.

Методика визначення Hg (II). У мірний стакан місткістю 50 см³ вносили: 1 см³ розчину золи продукту, 20 см³ дистильованої води, 1 см³ 10⁻³ М розчину фториду натрію для зв'язування іонів Fe³⁺, об'ємі 50 см³ створювали рН 2 за допомогою НСl і NaOH, вносили 0,3 г твердофазного ХАЗ і перемішували 20 хв на магнітній мішалці. Оптичну густину твердої фази вимірювали в кюветі з $l = 0,1$ см при $\lambda = 580$ нм відносно АВ-17×8.

Апаратура. Спектри світлопоглинання розчинів знімали, користуючись спектрофотометром СФ-46. Світлопоглинання розчинів вимірювали на КФК-3 при оптимальній довжині хвилі ($\lambda_{\text{опт}}$) відносно води або аніонообмінника АВ-17×8. Кислотність розчинів контролювали іономіром И-160 зі скляним електродом. Інтенсивність випромінювання вимірювали на полуменовому фотометрі ФПЛ-01. Полярографічне визначення металів виконували за допомогою вольтамперометричного аналізатора АВА-2. Атомно-абсорбційне безполуменове визначення ртуті проводили за допомогою аналізатора «Юлія-2».

Результати та їх обговорення. Встановлено [12], що ефективність аніонітів з хромофорними реагентами характеризується високими значеннями коефіцієнтів розподілу, особливо після дії УЗ ($D \geq 10^4$) при оптимальних значеннях кислотності середовища. За цією ознакою досліджувані іони металів поділяються на дві групи: ті, що можна концентрувати та розділяти на іонообмінниках з іммобілізованими барвниками у кислому середовищі (рН 0,5—2,5) і в слабко кислому та нейтральному середовищі (рН 3,0—7,0) (табл. 1).

Таблиця 1. Значення рН розчинів, при яких спостерігається вилучення 50 % іонів металу на $\overline{H_mR}$ ($pH_{1/2}$)

М	АРС	КХТС	СФАЗ	СПАДНС	ЕХЧ	КО	МТС	ПКФ	ЕХЦ	ХАЗ
Cu(II)	4,00	6,80	3,00	3,00	1,00	0,50	0,25	2,50	0,50	3,00
Pb (II)	2,50	5,00	0,50	—	1,00	0,50	0,50	0,50	5,00	2,00
Zn (II)	5,00	9,00	—	—	2,00	3,00	0,50	1,00	—	2,00
Cd(II)	5,20	2,00	—	—	5,50	3,00	3,00	4,00	—	2,00
Hg II)	3,20	—	0,50	—	1,00	0,50	2,00	1,50	3,50	0,50
Fe (III)	0,50	—	—	—	—	0,50	1,50	4,00	—	2,00
Sn (IV)	—	3,80	—	—	—	0,50	1,50	2,00	0,50	0,50
Zr (IV)	2,00	0,50	1,00	1,50	1,00	0,30	—	2,00	2,00	1,00
Ti (IV)	—	0,50	—	0,50	—	—	—	5,00	1,00	0,50

Значення $pH_{1/2}$ для вилучення металу у фазу іонообмінника з іммобілізованим барвником зазвичай нижче, ніж рН напівперетворення катіонів металу в комплекс у розчині. Це створює додаткові можливості регулювання селективності визначень за рахунок кислотності при використанні твердофазного реагенту.

Порівняння сорбційних властивостей іонів з іммобілізованими барвниками за значеннями рН, при яких спостерігається вилучення 50 % іонів металів ($pH_{1/2}$) показало, що вони можуть бути використані як для групового концентрування іонів металів, так і для їх розділення.

З табл. 1 видно, наприклад, що кращими для групового концентрування досліджених іонів металів у кислому середовищі є іонообмінники з іммобілізованими ксиленоловим оранжевим і хромазуолом S: КО дозволяє концентрувати іони Cu (II), Pb (II), Hg (II), Fe (III), Sn (IV), Zr (IV) при рН 0,5—1; ХАЗ дозволяє концентрувати іони Pb (II), Hg (II), Zn (II), Cd (II), Sn (IV), Zr (IV), Ti (IV) при рН 2—2,5. Показано також, що за допомогою іммобілізованого на АВ ХАЗ можна відокремити при рН 0,5—2 всі досліджувані іони металів і, залишивши у розчині іони Cu (II) і Fe (III), провести селективне визначення іонів Fe (III) при рН 3 або Cu (II) після маскування іонів Fe (III). Аналогічно для вилучення іонів Cu (II) можуть бути використані також СФАЗ і СПАДНС. Останній є кращим твердофазним реагентом для вилучення іонів Cu (II) при рН 3—6 з рідких харчових об'єктів, які не містять іонів Zr (IV), Ti (IV), оскільки СПАДНС як у розчині, так і у фазі аніонообмінника дозволяє визначати Cu (II) з високою чутливістю ($C_{\min \text{ ТФС}} = 0,0064 \text{ мкг/см}^3$) і селективністю (іони Pb (II), Hg (II), Zn (II), Cd (II), Fe (III), Sn (IV) не заважають визначенню, оскільки утворюють з СПАДНС комплекси, стійкість яких значно менша, ніж у визначуваних іонів). ПКФ може бути рекомендований для селективного вилучення іонів Pb (II) при рН 0,5. ЕХЧ дозволяє відокремити іони Cd (II) від інших досліджуваних іонів металів. АРС, КХТС, ХАЗ, ЕХЦ можуть бути рекомендовані для поетапного концентрування і розділення іонів металів невеликими групами. Наприклад, ХАЗ дає можливість спочатку при рН 0,5—1 відокремити іони Hg (II), Sn (IV) і Zr (IV) потім при рН 2—2,5 відокремити іони Pb (II), Cd (II) і Ti (IV). При

цьому в розчині залишатимуться тільки іони Cu (II) і Fe (III). ЕХЦ також надає можливість відокремити суміш іонів Cu (II), Sn (IV), Zr (IV), Ti (IV) при рН 0,5—2,5 та іони Hg (II) при рН 3,5 і Pb (II) при рН 5. Тобто можливе селективне визначення іонів Pb (II) при рН 5 після відокремлення інших іонів металів при рН 0,5—3,5.

Висушування зразків у сушильній шафі при $t = 100^{\circ}\text{C}$ і прожарювання їх у муфельній печі

Приготування азотнокислих розчинів золи порошків для визначення мікроелементів в окремих порціях

Приготування розчинів реагентів і синтез твердофазних барвників: АРС, ПКФ, ХАЗ, КО, КХТС, МТС

Фотометричне визначення Р(V) у вигляді іонного асоціату молібдофосфатної гетерополікислоти з малахітовим зеленим

Фотометричне визначення Fe (III) з тіоціанатом амонію

Визначення Zn (II): вилучення заважаючих катіонів у фазу КО при рН 2—2,5 і відокремлення твердої фази. Створення рН 4 у рідкій фазі, вилучення і ТФС визначення Cd (II) з КХТС, вилучення цієї фази. Створення рН 11 у рідкій фазі і ТФС визначення Zn (II)Cd (II) з КХТС

Визначення Cu (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс, фотометричне визначення за допомогою СПАДНС при рН 6,0

Визначення Cd (II): вилучення заважаючих катіонів у фазу КО при рН 2—2,5 і відокремлення твердої фази. Створення рН 4 у рідкій фазі, ТФС визначення Cd (II) з КХТС

Визначення Pb (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс, ТФС визначення за допомогою АРС при рН 4—4,5

Визначення Hg (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс ТФС визначення за допомогою ХАЗ при рН 2

Визначення К (I), Na (I), Ca (II) методом полуменевої фотометрії

Рис. 1. Визначення мікроелементного складу грибів

На основі отриманих даних були розроблені дві нові схеми визначення мікроелементного складу грибів. Після висушування і «сухого» озолення золу розчиняли у 1 М нітратній кислоті. Потім в окремих порціях отриманого розчину визначали: K^+ , Na^+ , Ca^{2+} методом полуменевої фотометрії; Р(V) — фотометрично у вигляді іонного асоціату молібдофосфатної гетерополікислоти з малахітовим зеленим; Cu(II) визначали за допомогою СПАДНС; Pb(II) — з АРС при рН 4,5—5 за схемою № 1 та з ПКФ при рН 2 з (рис. 2), Hg(II) — з ХАЗ при рН 2 після зв'язування іонів Fe^{3+} у безбарвний фторидний комплекс; Fe (III) визначали у вигляді тіоціанатного комплексу. Для визначення Zn (II) та Cd (II) спочатку проводили концентрування іонів заважаючих на КО при рН 2—2,5, потім твердий

концентрат відкидали. За рис.1 у рідкій фазі створювали рН 4 і проводили ТФС визначення Cd (II) з КТХС. Потім твердий концентрат цього комплексу відкидали, у рідкій фазі створювали рН 11 і визначали Zn (II) з КТХС методом ТФС. За рис. 2 у рідкій фазі створювали рН 3 для твердофазного спектрофотометричного визначення Zn (II) з МТС. Після цього твердий концентрат комплексу відкидали, у рідкій фазі створювали рН 7 і визначали вміст Cd (II) з МТС методом ТФС. На рис. 1 і 2 наведено схеми фотометричного і твердофазного спектрофотометричного визначення мікроелементного складу гливи та печериці.

Висушування зразків у сушильній шафі при $t = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ і прожарювання їх у муфельній печі

Приготування азотнокислих розчинів золи порошоків для визначення мікроелементів в окремих порціях

Приготування розчинів реагентів і синтез твердофазних барвників: АРС, ПКФ, ХАЗ, КО, КХТС, МТС

Фотометричне визначення P(V) у вигляді іонного асоціату молібдофосфатної гетерополікислоти з малахітовим зеленим

Фотометричне визначення Fe (III) з тіоціанатом амонію

Визначення Zn (II): вилучення заважаючих катіонів у фазу КО при рН 2—2,5 і відокремлення твердої фази. Створення рН 3 у рідкій фазі, ТФС визначення Zn (II) з МТС

Визначення Cu (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс, фотометричне визначення за допомогою СПАДНС при рН 6,0

Визначення Cd (II): вилучення заважаючих катіонів у фазу КО при рН 2—2,5 і відокремлення твердої фази. Створення рН 3 у рідкій фазі, ТФС визначення Zn (II) з МТС, вилучення цієї фази. Створення рН 7 у рідкій фазі і ТФС визначення Cd (II) з МТС

Визначення Pb (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс, ТФС визначення за допомогою ПКФ при рН 2

Визначення Hg (II): зв'язування іонів Fe (III) у безбарвний фторидний комплекс ТФС визначення за допомогою ХАЗ при рН 2

Визначення K (I), Na (I), Ca (II) методом полуменевої фотометрії

Рис. 2. Визначення мікроелементного складу грибів

У графі 6 (табл. 2) наведено усереднені результати, отримані за схемами (рис. 1 і 2): ПФ — полуменева фотометрія; ТФС — твердофазна спектрофотометрія; Ф — фотометрія; П — полярографія; ААС — атомна абсорбція. ГДК визначуваних елементів для грибів, мг/кг грибів: K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , P(V) — не нормуються; Cu(II) — 10, Cd(II) — 0,1, Pb(II) — 0,5, Hg(II) — 0,05, Zn(II) — 20, Fe(III) — 5.

У табл. 2 наведені результати аналізу шроту амаранту, який також може бути використаний як корисна мікроелементна добавка при створенні нових ковбасних

виробів, оскільки встановлено, що шрот амаранту містить найбільшу кількість калію, кальцію, купруму, феруму і фосфору.

Таблиця 2. Результати аналізу зразків грибів за новими (А) (схеми № 1 і 2) і стандартними (Б) методиками (n = 3, P = 0,95)

Аналіт	Реагент	Методи (А)/(Б)	Об'єкт аналізу; m зразка	Внесено X, мг/кг продукту	Знайдено X, мг/кг продукту (А)	Sr	Знайдено X, мг/кг продукту (Б)	Sr
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Cu (II)	СПАДНС	(А) Ф (Б) Ф	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 1	$1,18 \pm 0,04$ $2,2 \pm 0,1$	0,02 0,04	$1,2 \pm 0,1$ $2,16 \pm 0,06$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 1	$1,34 \pm 0,1$ $2,4 \pm 0,1$	0,05 0,02	$1,35 \pm 0,1$ $2,5 \pm 0,1$	0,07 0,03
			Шрот амаранту, 1,69 г (А), 50 г (Б)	— 10	$9,35 \pm 0,1$ $19,5 \pm 0,1$	0,02 0,05	$9,3 \pm 0,1$ $19,6 \pm 0,3$	0,07 0,03
Pb (II)	АРС ПКФ	(А) ТФС (Б) П	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 0,5	$0,13 \pm 0,02$ $0,65 \pm 0,01$	0,02 0,04	$0,15 \pm 0,01$ $0,65 \pm 0,04$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 0,5	$0,16 \pm 0,03$ $0,68 \pm 0,02$	0,05 0,02	$0,15 \pm 0,01$ $0,65 \pm 0,02$	0,07 0,03
Zn (II)	КТХС МТС	(А) ТФС (Б) П	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 10	$20,0 \pm 0,4$ $30,2 \pm 0,1$	0,02 0,04	$20,0 \pm 0,1$ $30,0 \pm 0,06$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 10	$23,1 \pm 0,1$ $32,6 \pm 0,1$	0,05 0,02	$23,5 \pm 0,1$ $32,5 \pm 0,1$	0,07 0,03
Cd (II)	КТХС МТС	(А) ТФС (Б) П	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 0,5	$0,13 \pm 0,04$ $0,62 \pm 0,01$	0,02 0,04	$0,12 \pm 0,01$ $0,64 \pm 0,02$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 0,5	$0,05 \pm 0,01$ $0,6 \pm 0,01$	0,05 0,02	$0,05 \pm 0,01$ $0,55 \pm 0,01$	0,07 0,03
Hg (II)	ХАЗ	(А) ТСФ (Б) ААС	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 1	— $1,0 \pm 0,1$	— 0,04	$< 0,02$ $1,1 \pm 0,1$	— 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 1	— $1,1 \pm 0,1$	— 0,02	$< 0,02$ $1,0 \pm 0,1$	— 0,03
Fe (III)	NH ₄ SCN o-Phen (фенантролін)	(А) Ф (Б) Ф	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 10	$15,7 \pm 0,2$ $25,5 \pm 0,1$	0,02 0,04	$15,8 \pm 0,1$ $25,6 \pm 0,2$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 10	$30,6 \pm 0,1$ $40,2 \pm 0,2$	0,05 0,02	$30,5 \pm 0,3$ $40,5 \pm 0,2$	0,07 0,03
			Шрот амаранту, 1,69 г (А), 50 г (Б)	— 1	$(1,95 \pm 0,04)$ г $(3,0 \pm 0,1)$ г	0,02 0,05	$1,96 \pm 0,02$ $2,98 \pm 0,01$	0,07 0,03
P (V)	Na ₂ MoO ₄ , малахі- товий зелений Na ₂ MoO ₄	(А) Ф (Б) Ф	Печериця, 5 г (А), 50 г (Б)	— 1	$3,7 \pm 0,3$ $4,8 \pm 0,1$	0,02 0,04	$3,8 \pm 0,1$ $4,6 \pm 0,2$	0,03 0,03
			Глива, 4,32 г (А), 50 г (Б)	— 1	$4,7 \pm 0,1$ $5,7 \pm 0,2$	0,05 0,02	$4,5 \pm 0,1$ $5,8 \pm 0,1$	0,07 0,03
			Шрот амаранту, 1,69 г (А), 50 г (Б)	— 10	$10,2 \pm 0,1$ $20,5 \pm 0,1$	0,02 0,05	$10,0 \pm 0,1$ $20,2 \pm 0,3$	0,07 0,03
K (I)	—	(А) ПФ	Печериця, 5 г	— 50	100 ± 4 150 ± 5	0,02 0,04	—	—
			Глива, 4,32 г	— 50	$92,2 \pm 0,6$ 142 ± 1	0,05 0,02	—	—
			Шрот амаранту, 1,69 г	— 50	$558,4 \pm 3,2$ 610 ± 4	0,02 0,05	—	—

Продовження табл. 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Na (I)	—	(A) ПФ	Печериця, 5 г	— 50	60 ± 2 110 ± 4	0,02 0,04	—	—
			Глива, 4,32 г	— 50	118 ± 4 168 ± 5	0,05 0,02	—	—
			Шрот амаранту, 1,69 г	— 5	10 ± 1 15 ± 1	0,02 0,05	—	—
Ca (II)	—	(A) ПФ	Печериця, 5 г	— 10	21,2 ± 0,6 31 ± 2	0,02 0,04	—	—
			Глива, 4,32 г	— 10	27 ± 1 38 ± 2	0,05 0,02	—	—
			Шрот амаранту, 1,69 г	— 10	36,4 ± 1 46 ± 1	0,02 0,05	—	—

З результатів аналізу гливи і печериці видно, що глива містить більшу кількість визначуваних мікроелементів, ніж печериця, за винятком K^+ і $Cd(II)$. Вміст іонів $Pb(II)$ в обох випадках практично однаковий і не перевищує ГДК. Вміст іонів $Cu(II)$ також нижчий за ГДК. Враховуючи те, що вміст калію, натрію, кальцію і фосфору не нормується, можна вважати, що глива має дещо більшу поживну цінність, ніж печериця. Однак те, що вміст феруму у гливі в 6 раз перевищує ГДК, слід враховувати при внесенні гливи до складу нових ковбасних виробів.

Висновки

Запропоновані дві нові схеми твердофазного спектрофотометричного й фотометричного визначення мікроелементного складу харчових продуктів. Методики використані для визначення мікроелементів у грибах та шроті амаранту, що використовуються для створення нових ковбасних виробів.

Пропоновані методики визначення іонів металів характеризуються задовільною правильністю і відтворюваністю результатів; високою чутливістю й селективністю; за експресністю вони перевищують відомі аналогічні і стандартні методики. Схеми аналізу характеризується простотою експерименту, екологічною безпечністю, не потребують складного коштовного обладнання, для обслуговування якого потрібні висококваліфікований персонал і стаціонарна лабораторія.

Література

1. СанПиН. 43-123-4089-56. Предельно допустимые концентрации тяжелых металлов и мышьяка в продовольственном сырье и пищевых продуктах. — М.: Минздрав СССР, 1986.
2. Сырье и продукты пищевые. Методы определения токсичных элементов. — М.: Госстандарт СССР, 1986.
3. Костенко Є.Є. Визначення мікроелементного складу грибів методом твердофазної спектрофотометрії / Є.Є. Костенко // Методи и об'єкти хим. анализа. — 2011. — Т. 6, № 4. — С. 186 — 196.
4. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ / П.П. Коростелев. — М: Химия, 1967.

5. Подчайнова В.Н. Аналитическая химия элементов. Медь / В.Н. Подчайнова, Л.Н. Симонова. — М.: Наука, 1990. — 274 с.
6. Полянский Н.Г. Аналитическая химия элементов. Свинец. — М.: Наука, 1986. — 352 с.
7. Живописцев В.П. Аналитическая химия цинка / В.П. Живописцев, Е.А. Селезнева. — М.: Наука, 1975. — 193 с.
8. Гладышев В.П. Аналитическая химия ртути / В.П. Гладышев, С.А. Левицкая, Л.М. Филиппова. — М.: Наука, 1974. — 224 с.
9. Богданова А.Н. Определение циркония и гафния в цветных металлах и их сплавах с применением арсеназо III / А.Н. Богданова, А.А. Немодрук // Журнал аналитической химии. — 1977. — 32, № 10. — С. 1961 — 1963.
10. Методы анализа чистых химических реактивов. — М.: Химия, 1984. — 280 с.
11. Айвазов Б.В. Практическое руководство по хроматографии / Б.В. Айвазов. — М.: Высшая школа, 1968 — 270 с.
12. Костенко Є.Є. Полімерні іоніти з іммобілізованими барвниками у гібридних спектрофотометричних методах аналізу: Автореф. дис. ... докт. хім. наук: 02.00.02 / Харківський нац. ун-т ім. В.Н. Каразіна / Є.Є. Костенко. — Харків, 2012. — 33 с.
13. Карапетян З.А. Ионные ассоциаты гетерополиоксидов фосфора, мышьяка и кремния с трифенилметановыми основными красителями и их применение в фотометрическом анализе: Автореф. дисс. ... канд. хим наук: 02.00.02/ Киевский нац. ун-т им. Т.Г. Шевченко / З.А. Карапетян. — Киев, 1984 — 23 с.
14. Kostenko E. E. Solid phase spectrophotometric determination of copper (II) using SPADNS // Functional Materials. — 2003. — Vol. 10, № 4. — P. 671—675.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ГРИБОВ

Е.Е. Костенко, Е.Н. Бутенко

Национальный университет пищевых технологий

В статье разработаны схемы твердофазного спектрофотометрического и фотометрического определения микроэлементного состава пищевых продуктов с применением красителей кислотного и основного типов. Предложенные схемы анализа апробированы на образцах грибов.

Ключевые слова: *спектрофотометрическое определение ионов, красители, пищевые грибы.*