

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

імені В. Н. Каразіна

Кафедра хімічної метрології

УДК 543.442.5

До захисту допускаю

_____ *Завідувач кафедри*

« ____ » _____ 2024р. *д.х.н., проф. Юрченко. О. І*

**АТОМНО – АБСОРБЦІЙНЕ ВИЗНАЧЕННЯ КАДМІЮ ТА ЦИНКУ В
ЛІКУВАЛЬНИХ СОЛЬОВИХ СУМІШАХ З ВИКОРИСТАННЯМ
ТРИТОН Х-100 ТА СТАНДАРТНИХ ЗРАЗКІВ СКЛАДУ НА ОСНОВІ
АЦЕТИЛАЦЕТОНАТІВ МЕТАЛІВ**

Кваліфікаційна робота магістра
студентки II курсу
хімічного факультету
**ЛІСОВОЇ МАРИНИ
РУСЛАНІВНИ**

Науковий керівник
д.х.н., проф.

Юрченко О.І.

ХАРКІВ 2024

РЕФЕРАТ

Кваліфікаційна робота містить: 54 ст., 4 рис., 30 табл., 30 використаних джерел.

Мета роботи: розробка ефективної методики атомно-абсорбційного визначення кадмію та цинку в лікувальних сольових сумішах з покращеними метрологічними характеристиками.

Об'єкт дослідження: мікроелементний склад сольових сумішей.

Предмет дослідження: особливості методики атомно – абсорбційного визначення кадмію та цинку в сольових сумішах.

Методи дослідження: практичні: атомно – абсорбційна спектроскопія за допомогою атомно-абсорбційного спектрометра С-115-М1; рентгенофлуоресцентний аналіз (X-ray fluorescence spectroscopy, XRF) за допомогою спектрометра ElvaX компанії «Елватех»; теоретичні: вивчення наукової літератури, аналіз, узагальнення.

Результати та їх новизна: досліджені та опрацьовані можливості підвищення точності та чутливості атомно-абсорбційного методу визначення аналітів, з використанням градуювальних розчинів на основі ацетилацетонатів кадмію та цинку, Тритону Х-100 та обробкою в ультразвуковій бані. Проведено літературний огляд, в якому розглянуто сучасні методи визначення металів в сольових сумішах.

Ключові слова: АТОМНО-АБСОРБЦІЙНА СПЕКТРОСКОПІЯ, ПРОБОПІДГОТОВКА, КАДМІЙ, ЦИНК, ВАЖКІ МЕТАЛИ, УЛЬТРАЗВУКОВА ОБРОБКА, ТРИТОН Х-100, МЕТРОЛОГІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ, СОЛЬОВІ СУМІШІ, ЛІКАРСЬКІ СОЛЬОВІ СУМІШІ.

ABSTRACT

Qualification work contains: 54 article, 4 fig., 30 table, 30 used sources.

The purpose of the work: development of an effective method of atomic absorption determination of cadmium and zinc in salt mixtures with improved metrological characteristics.

Research object: microelement composition of salt mixtures.

The subject of the study: peculiarities of the technique of atomic absorption determination of cadmium and zinc in salt mixtures.

Research methods: practical: atomic-absorption spectroscopy using the C-115-M1 atomic-absorption spectrometer; X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) using the ElvaX spectrometer of the Elvatech company; theoretical: study of scientific literature, analysis, generalization.

Results and their novelty: the possibilities of increasing the accuracy and sensitivity of the atomic absorption method for the determination of analytes, using calibration solutions based on cadmium and zinc acetylacetonates, Triton X-100 and treatment in an ultrasonic bath, were investigated and worked out. A literature review was conducted, in which modern methods of determining metals in salt mixtures were considered.

Key words: ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY, SAMPLE PREPARATION, CADMIUM, ZINC, HEAVY METALS, ULTRASONIC PROCESSING, TRITON X-100, METROLOGICAL CHARACTERISTICS, SALT MIXTURES, MEDICINAL SALT MIXTURES.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	5
I ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД	7
1.1 Методи визначення аналітів в багатокомпонентних системах	7
1.1.1 Необхідність та потреба у визначенні мікроелементів у лікарських сольових сумішах.....	7
1.1.2 Загальна характеристика методів визначення аналітів у багатокомпонентних системах	11
1.1.2 Атомно-абсорбційна спектроскопія	13
1.1.3 Рентгенофлюоресцентний аналіз.....	16
1.1.4 Атомно-емісійна спектроскопія з індуктивно – зв’язаною плазмою	17
1.1.5 Мас-спектроскопія з індуктивно - зв’язаною плазмою	17
1.2 Сучасні методи пробопідготовки зразків сольових сумішей	19
1.2.1 Метод мікрохвильового розкладання.....	21
1.2.2 Метод автоклавування	22
1.3 Визначення правильності результатів.....	22
1.4 Способи підвищення чутливості визначення мікроелементів атомно-абсорбційним методом.....	23
1.5 Токсична дія кадмію та цинку	24
1.5.1 Механізм токсичної дії.....	25
II ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА	26
2.1 Матеріали, рективи, обладнання	26
2.2 Підготовка спектрофотометра до роботи	28
2.3 Пробопідготовка.....	28
2.5 Вибір часу обробки ультразвуком аналізованих розчинів при атомно-абсорбційному визначенні аналітів.....	31
2.6. Приготування градуювальних розчинів.....	32
2.7 Досліджування елементного складу методом рентгенфлуорисцентного аналізу на Спектрометрі ElvaX компанії «Елватех»	44
ОХОРОНА ПРАЦІ	48
ВИСНОВКИ	50
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	51

ВСТУП

На сучасному етапі розвитку фармацевтична промисловість встановила досить високі стандарти та критерії якості. Так відповідно до регуляторних вимог, лікувальні засоби та активні фармацевтичні інгредієнти (АФІ) повинні відповідати обмеженням на вміст важких металів, встановленим міжнародними стандартами. Наявність важких металів може не лише впливати на ефективність лікарських засобів, а й призводити до їх нестабільності. На сьогодні актуальним методом контролю наявності важких металів виступає атомно-абсорбційна спектроскопія. Важливість даного методу не можна переоцінити, оскільки він є основним методом, що забезпечує безпеку та ефективність контролю якості аналізованих зразків, яка підтверджується Державною Фармакопеєю України.

Під час вивчення складу сольових сумішей варто відзначити, що сіль має велике значення у регулюванні кров'яного тиску, підвищення якого часто відбувається саме через сіль. Надмірне вживання солі підвищує артеріальний тиск, що призводить до розвитку гіпертонічної хвороби. Споживання солі призводить до затримки рідини в організмі, що може підвищувати артеріальний тиск. Дослідження показали, що незначне обмеження вживання солі до 5 г на добу може призвести до зниження артеріального тиску на 10 мм ртутного стовпчика, подібно до ефекту деяких антигіпертензивних препаратів. Тому важливо вести контроль складу лікарських сольових сумішей – перевіряючи і контролюючи не лише добові дози прийому, а й концентрацію мікроелементів, які присутні в суміші.

В даній роботі концентрацію мікроелементів в лікарських сольових сумішах визначали атомно – абсорбційним методом, який в наш час є актуальним та найбільш поширеним методом контролю мікроелементів в лікарських сольових сумішах.

Метали у сольових сумішах можуть бути присутні у формі металоорганічних сполук.

Для підвищення прецизійності при визначенні були використані стандартні зразки розчинів ацетилацетонатів кадмію та цинку. Органічна частина сольової суміші являє собою органічні добавки рослинного походження – лікарську рослинну сировину.

Задачі роботи

- провести літературний огляд по методам визначення кадмію та цинку в багатокomпонентних зразках та сучасних методах пробопідготовки;
- провести пробопідготовку лікарських сольових сумішей з метою більш повного вилучення металів;
- розробити методику підвищення чутливості атомно-абсорбційного визначення елементів за рахунок використання поверхнево-активних речовин (Тритон X-100) та ультразвукової обробки зразків сумішей;
- визначити концентрацію кадмію та цинку в зразках лікарських сольових сумішей атомно – абсорбційним методом з використанням ацетилацетонатів кадмію та цинку для підвищення прецизійності результатів аналізу.

I ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

1.1 Методи визначення аналітів в багатокomпонентних системах

1.1.1 Необхідність та потреба у визначенні мікроелементів у лікарських сольових сумішах

Мікроелементи не лише є природними складовими в навколишньому середовищі, вони також відіграють важливу роль для підтримки функціонування організму людини.

Мікроелементи — хімічні елементи, що наявні в організмах у дуже незначних концентраціях (від 0,001 до 0,000000000001%). Основною відмінною рисою між мікроелементами та макроелементами є те, що мікроелементи характеризуються дуже низькою концентрацією в живих організмах [1].

Однак окрім необхідних, позитивних дій деяких мікроелементів, паралельно можуть відслідковуватися негативні впливи інших. Так наприклад, кадмій — один з небагатьох елементів, що не виконує конструктивних функцій в людському організмі. Цей елемент разом зі своїми сполуками є надзвичайно токсичними, навіть, у незначних концентраціях.

Кадмій може потрапляти в організм людини через шлунково-кишковий тракт (до 20–50 мкг впродовж доби з харчовими продуктами та 0,1 мкг через вживану воду) і в процесі дихання (0,02 мкг) [2].

Характеристикою біологічного впливу кадмію є його здатність негативно впливати на здоров'я людини при тривалому контакті з низькими рівнями забруднення, оскільки він має високий коефіцієнт біологічної кумуляції (до 40 років). Відомо, що кадмій також може істотно впливати на метаболізм і функції різних есенціальних елементів, таких як цинк, залізо, мідь, марганець, кальцій та селен.

Тому дуже важливо проаналізувати вміст даного мікроелемента в складі лікарських сольових сумішей .

Цинк – один з важливих мінералів, який від природи присутній в одних продуктах харчування, та може додаватися до інших, також досить поширений в ролі дієтичної добавки.

У складі багатьох холодних пастилок та деяких лікарських засобах, що продаються без рецепта, в якості ліків від застуди, часто зустрічається цинк. Цей елемент відіграє ключову роль у численних процесах клітинного обміну і є необхідним для каталітичної активності близько ста ферментів. Крім того, він відіграє важливу роль у забезпеченні імунної функції організму, синтезі білків, загоєнні ран, формуванні ДНК та клітинному поділі.

Рекомендована добова норма вживання цинку для різних вікових категорій зазначена в таблиці 1.1.

Таблиця 1.1

Рекомендована добова норма Zn відповідно до вікової категорії

Вікова категорія	Рекомендована добова норма Zn
Хлопчики від 0 до 6 місяців	3 мг
Дівчатка від 0 до 6 місяців	2 мг
Діти віком від 6 місяців до 3 років	3 мг
Діти віком від 4 до 8 років	5 мг
Діти віком від 9 до 13 років	8 мг
Юнаки віком від 14 до 18 років	11 мг
Дівчата віком від 14 до 18 років	9 мг
Чоловіки віком від 19 до 50 років	15 мг
Жінки віком від 19 до 50 років	12 мг
Чоловіки старше 50 років	13 мг
Вагітні жінки віком від 14 до 18 років	15 мг
Жінка, що годує від 14 до 18 років	20 мг
Жінки віком від 51 року	10 мг
Вагітні жінки віком від 19 років	14 мг
Жінка, що годує від 19 років	17 мг

Лікарська рослинна сировина, яка присутня в досліджуваних сумішах також містить певну кількість мікроелементів. Тому важливо відстежувати її кількість при разовому та добовому вживанні [2].

Так, на прикладі звичайного кропу, який присутній в більшості досліджуваних зразків відслідковується велика кількість властивостей які можна використати при лікуванні певних видів хвороб для чітко визначених груп населення.

Опис до патенту на корисну модель [3-8]. Більш детальний опис патентів знаходиться в таблиці 2.1.

Для отримання терапевтичної дії повинно відбуватися збагачення харчових продуктів вітамінами, мінеральними речовинами, іншими незамінними нутрієнтами для забезпечення та реалізації повноцінного харчування. Саме на таких засадах ґрунтувалися розробки корисних моделей лікарських сольових сумішей.

Створення комбінованих продуктів харчування здійснюється відповідно до таких основних принципів:

- Визначення гігієнічної безпеки нових джерел сировини та готових харчових продуктів.
- Використання харчових та смакоароматичних добавок згідно з наявними гігієнічними вимогами, що пред'являються органами охорони здоров'я.
- Збалансованість продуктів за основними компонентами, стійкість при зберіганні, доступність споживача.
- Вказує спрямованість комбінованого продукту, що характеризується певною харчовою та біологічною цінністю, показники якої маркуються на індивідуальній упаковці продукту.
- Здійснення цілеспрямованого контролю за показниками якості з боку державних органів [9].

Визначення мікроелементів у лікарських сольових сумішах проводиться з використанням різних методів, таких як атомно-абсорбційна спектrophотометрія, інфрачервона спектrophотометрія, мас-спектрометрія.

В Україні визначення мікроелементів у лікарських сольових сумішах здійснюється в лабораторіях, акредитованих на відповідність вимогам міжнародних стандартів [9-10].

Серед таких мікроелементів слід виділити групу важких металів. Важкі метали – це неспецифічні технологічні домішки у лікарських речовинах або реактивах, які підлягають нормуванню щодо допустимого вмісту та відносяться до загальних технологічних домішок.

Відповідно до класифікації М. Реймерса, важкими металами слід називати метали з густиною більше ніж 5 г/см^3 : Cu, Ni, Zn, Pb, Co, Sb, Cd, Bi, Sn, Hg.

Дані метали надзвичайно токсичні навіть у мікроскопічних дозах. Тому важливим завданням є постійний контроль сировини та готової продукції, щоб забезпечити випуск нешкідливого для здоров'я продукції.

Важливість визначення важких металів в харчових продуктах та лікарських засобах полягає в запобіганні та мінімізації потенційних загроз для здоров'я людини та навколишнього середовища.

Можна виділити наступні ключові аспекти цієї важливості:

1. Здоров'я споживачів: токсичні важкі метали, такі як кадмій, ртуть, свинець та інші, можуть накопичуватися в організмі людини через споживання забруднених продуктів. Це може призвести до серйозних проблем зі здоров'ям, включаючи отруєння та хронічні захворювання;
2. Безпека харчових продуктів і лікарських засобів: визначення важких металів допомагає забезпечити безпеку споживачів шляхом виявлення та видалення забруднень та встановлення відповідних стандартів якості для продукції;
3. Екологічна безпека: забруднені харчові продукти і лікарські засоби можуть впливати на навколишнє середовище, викликаючи

забруднення ґрунту та води. Визначення важких металів допомагає запобігти екологічним проблемам;

4. Законодавчий контроль: багато країн мають нормативні вимоги щодо вмісту важких металів у продуктах. Точне визначення металів допомагає виробникам та регулюючим органам дотримуватися цих вимог та забезпечувати дотримання стандартів.

Таким чином, важливість визначення важких металів полягає в забезпеченні безпеки споживачів, попередженні забруднення довкілля і забезпеченні високої якості харчових продуктів, лікарських засобів та всієї продукції загального вжитку, що піддається контролю якості.

Вміст важких металів, особливо в лікарських засобах та лікарських сумішах, визначають методом атомної-абсорбції (ДФУ) [11].

Вміст важких металів, як правило, становить не більше 0,01 %. Визначення проводять за методикою загальної статті «Важкі метали» ДФУ 2.0.1 [12].

1.1.2 Загальна характеристика методів визначення аналітів у багатокomпонентних системах

Продукти зарчування, лікарські засоби, рослинна сировина мають досить складний та комбінований хімічний склад. Через те, що важкі метали можуть бути наявні у мікрокількості для їх виявлення обираються методи з низькою межею виявлення та високою селективністю. Для аналізу вмісту важких металів у рослинній сировині та готових харчових продуктах застосовують спектроскопічні методи, такі як атомно-абсорбційний, атомно-емісійний, спектрофотометричний та фотометричний аналіз [13].

Спектроскопічні методи аналізу – це фізичні методи, що засновані на взаємодії електромагнітного випромінювання з речовиною [13]. Дані методи представлені на рис. 1.1



Рисунок. 1. 1 Класифікація спектроскопічних методів аналізу

Методи атомної спектроскопії ґрунтуються на взаємодії електромагнітного випромінювання з атомами речовини. Класифікація методів атомної спектроскопії представлена в табл. 1.2 [13].

Таблиця 1.2

Класифікація методів атомної спектроскопії [13]

Метод	Джерело атомізації	Джерело випромінювання	Спосіб введення проби
Атомно-емісійний спектральний аналіз	Електрична дуга, електрична іскра, лазер, полум'я	Електрична дуга, електрична іскра, лазер, полум'я	Визначувана речовина вноситься в порожнину електрода
Фотометрія полум'я	Полум'я	Полум'я	Розчин розпорошують в полум'ї
Атомно-абсорбційна спектроскопія	Полум'я, нагріта поверхня, лазер, плазма	Лампа з порожнистим катодом, лазер, височастотна лампа	Розчин розпорошують в полум'ї або вносять в певній кількості на поверхню

1.1.2 Атомно-абсорбційна спектроскопія

Атомно-абсорбційний аналіз (ААА) – фізичний метод визначення концентрації за поглинанням шаром пари елемента монохроматичного світла, довжина хвилі якого відповідає центру лінії поглинання [13].

Атомне поглинання орієнтується на закон зменшення інтенсивності світла, яке пройшло, залежно від довжини поглинального шару. Даний закон аналогічний до закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = k_v C b \quad (1.1)$$

де A – оптична густина поглинання; I_0 , I – інтенсивності світла: падаючого та того, що пройшло; k_v – коефіцієнт поглинання, що залежить від частоти світла; C – концентрація атомів, які поглинають світло; b – товщина поглинаючого шару [13-14].

В атомній абсорбції аналіти піддаючись дії теплової енергії розпадається на атоми. Відбувається атомізація – переведенням речовини в пароподібний стан, під час якого елементи, що визначаються, знаходяться у вигляді вільних атомів, здатних до поглинання світла. Процеси випромінювання та поглинання світла під впливом зовнішньої енергії пов'язані з процесами переходу атомів з одного стаціонарного стану (i , E_i) в інший (k , E_k).

Апаратура для атомно-абсорбційного аналізу (ААА) складається з джерела світла, полум'я, монохроматора і блока для підсилення та реєстрації. Світло від лампи з порожнистим катодом, що випромінює дуговий спектр металу, проходить через полум'я пальника та розкладається монохроматором. Монохроматор виділяє потрібну аналітичну лінію, інтенсивність якої реєструється фотоелектричним приймачем. Якщо в полум'ї немає поглинаючих атомів, показання реєструючого пристрою мають бути максимальними.

Аналізований розчин під дією розпилювача перетворюється на аерозоль та подається напряму в полум'я пальника. Висока температура

призводить до випаровування розчинника, а солі у розчині розпадаються на атоми, які можуть поглинати випромінювання. Зі збільшенням вмісту визначуваного елемента в розчині зростає кількість атомів, що поглинають електромагнітне випромінювання у полум'ї. Аналіз здійснюється за допомогою градуовального графіка, побудованого у системі координат «атомне поглинання (аналітичний сигнал) – концентрація елемента в розчині».

В атомно-абсорбційному аналізі для підвищення чутливості визначення збільшують довжину поглинаючого шару за допомогою спеціальних щілинних пальників або трубок-адаптерів, куди направляється газовий потік від полум'я, або застосовуються дзеркальні системи для багаторазового проходження променя через полум'я [15].

Атомно-абсорбційний метод на сьогоднішній день є одним з найбільш поширених методів аналізу. При використанні цього методу немає потреби у груповому розділенні елементів. Попередня підготовка проб обмежується їх розчиненням і видаленням нерозчинних компонентів. Далі аналітична процедура включає подачу аналізованого розчину у розпилювач і подальше вимірювання сигналу.

Завдяки універсальності даний метод може забезпечити визначення близько 60 елементів у продуктах, що мають низьку межу виявлення. Метод атомної абсорбції застосовують під час виявлення мінімальних та відносно високих концентрацій важких металів у досліджуваних зразках [15].

У зв'язку з тим, що при певному діапазоні довжин хвиль, що відповідає поглинанню атомів аналізованих елементів, інші компоненти суміші не поглинають світло, метод атомної адсорбції є такий чутливий.

Як правило пробопідготовку зразків сольових сумішей для важких металів (наприклад: кадмію, цинку та ін.) проводять за допомогою кислотного розкладання. Зазвичай використовують сильні кислоти, такі як концентрована сірчана кислота (H_2SO_4) або концентрована азотна кислота (HNO_3), або їх комбінацію. Це допомагає розчинити зразок та перетворити

його у розчин, який містить атоми аналізованого елемента у розчиненому стані. Також цей метод використовуються при необхідності підкислювання розчинів.

Іноді, після кислотного розкладання може знадобитися розбавлення отриманого розчину до певного об'єму, який дозволить легко виміряти концентрацію аналізованого елемента за допомогою атомної адсорбції.

Сходячи, з результатів аналізу літературних даних, а саме попередніх досліджень та статей для визначення вмісту важких металів в сольових сумішах пропонується використати неіоногенні ПАР (Наприклад: Тритон X-100).

Використовуючи деякі неіоногенні ПАР, може бути проведена екстракція точки помутніння в розчині зразків. Такий підхід, дозволяє досягати фазовий розподіл при відносно низькій температурі, та зберігати високу ефективність вилучення, що призводить до високих коефіцієнтів збагачення та невеликого значення відносного стандартного відхилення.

В роботі [16-17] було опрацьовано методи визначення кадмію та цинку за допомогою полум'яної атомно-абсорбційної спектрометрії (ААС) в зразках запатентованих лікарських сольових сумішей.

Пробо підготовку зразків сольових сумішей проводили кислотним розкладанням концентрованою нітратною кислотою (HNO_3). Нітратна кислота використовується для підкислення зразків сольових сумішей. Метод розроблений для кадмію та цинку можна використовувати і при визначенні інших мікроелементів, визначувальних полум'яною ААС.

Використання поверхнево-активних речовин (ПАР) для полум'яної ААС було розглянуто в роботі [16]. Для визначення вмісту кадмію та цинку в сольових сумішах використано неіоногенне ПАР – Тритон X-100.

Використовуючи Тритон X-100 проведено екстракцію точки помутніння в розчині зразків. Розподіл фаз може бути досягнуто за відносно низьких температурах, з високою ефективністю методу, що призводить до

низьких меж виявлення та високих коефіцієнтів збагачення та невеликого значення відносного стандартного відхилення.

В роботі [17] було визначено концентрацію кадмію та цинку в сольових сумішах методом полум'яної атомно-абсорбційної спектрометрії.

Пробо підготовку проб було проведено шляхом обробки сольових сумішей концентрованою та розбавленою нітратною кислотою (HNO_3) та обробкою УЗ – випромінюванням протягом 20 хв.

1.1.3 Рентгенофлуоресцентний аналіз

За допомогою рентгенфлуоресцентного аналізу (РФА) можна проаналізувати зразки сольових сумішей на вміст кадмія та цинку.

Рентгеноспектральний аналіз – розділ аналітичної хімії, що використовує рентгенівські спектри елементів для хімічного аналізу речовин. Рентгеноспектральний аналіз за положенням та інтенсивністю лінії характеристичного рентгенівського випромінювання дозволяє встановити

Якісний і кількісний склад та служить для експресного неруйнівного контролю складу речовин. Рентгеноспектральний аналіз відрізняється рівномірно простою схемою пробопідготовки та високою точністю завдяки тому, що вимірювання інтенсивності аналітичної лінії походять з невеликою похибкою [18].

Атоми речовини можуть бути збуджені рентгенівським випромінюванням, яке виникає в результаті бомбардування зразка електронами великих енергій або при його опроміненні рентгенівськими променями. Перший процес відомий як пряме збудження, а другий – як вторинне, або флуоресцентне, і утворює основу для рентгенофлуоресцентного аналізу. У обох випадках енергія електрона або кванта первинної рентгенівської радіації, що бомбардує атом, повинна перевищувати енергію, необхідну для видалення електрона з певної внутрішньої оболонки атома. Проте електронне бомбардування досліджуваної

речовини може викликати не лише характерний спектр елемента, але й, зазвичай, досить неперервне та інтенсивне випромінювання. Рентгенофлуоресцентне випромінювання містить в основному лінійний спектр [18].

1.1.4 Атомно-емісійна спектроскопія з індуктивно – зв'язаною плазмою

Даний метод набув широкого використання для визначення мікроелементів в різних досліджуваних зразках, зокрема і в лікарських засобах. Отже може бути використаний для визначення складу сольових сумішей.

ICPE (атомно-емісійна спектрометрія) – поєднання різних методів аналізу. Вільні атоми (іони) в газовій фазі дають свій неповторний спектр випромінювання, який можна фіксувати і вивчати, встановлюючи склад та чистоту представленої проби.

ICPE може швидко та точно визначати кількість елементів, використовуючи мінімальні об'єми проб.

З метою отримання індуктивно – зв'язаної плазми проби, в аргоновому середовищі створюється іонізований розряд, який на далі підтримується в стані плазми високочастотним електромагнітним полем. Усередині плазми температура досягає значень до 10 000 градусів за Кельвіном.

У такому стані випробовувані речовини розкладаються на атоми, кожен з яких випромінює свої власні частоти, що виявляються в загальному спектрі і фіксуються за допомогою атомно-емісійного спектрометра [19].

1.1.5 Мас-спектроскопія з індуктивно - зв'язаною плазмою

Мас – спектрометрія з індуктивно-зв'язаною плазмою (ІСП-МС) – вид мас-спектрометрії, який виділяється високою чутливістю та здатністю визначати метали у концентраціях до $10^{-10}\%$, тобто одну частинку з 10^{12} [20].

Мас – спектрометрія – метод дослідження та ідентифікації речовини для визначення його ізотопного, елементного або хімічного складу.

Метод мас-спектрометрії включає етапи іонізації зразка та вимірювання інтенсивності іонного струму для визначення співвідношення маси до заряду, а також для обчислення вмісту його компонентів. Результатом цього аналізу є мас-спектр речовини, який дозволяє ідентифікувати невідомі сполуки, визначити молекулярну масу, оцінити кількість відомих сполук та встановити їхню структуру та хімічні властивості.

Метод базується на створенні іонів з неорганічних або органічних сполук за допомогою будь-якого доступного методу, їх подальшому розділенні за масою до заряду та визначенні якісних і кількісних характеристик.

Мас – спектрометрія знайшла широке застосування в різних областях, включаючи судову токсикологію, метаболіку, актуальна у фармацевтичному аналізі, біофармацевтичному та під час клінічних досліджень [21].

Недоліком, ІЗП-МС є велика вартість обладнання, складність управління та обробки даних, яка потребує певні вміння. Також, треба зазначити, що завдяки особливостям, деякі елементи можуть бути важкими для аналізу (наприклад, через високу іонізаційну енергію або наявність інтерференційних ефектів в індуктивно-зв'язаній плазмі).

1.2 Сучасні методи пробопідготовки зразків сольових сумішей

Під час виконання аналізу дослідники прагнуть отримання результату з мінімальною похибкою. Загальна похибка результатів аналітичного дослідження дорівнює сумі похибок кожному з його етапів.

При правильному виборі методу аналізу, достовірність результатів хімічного аналізу значною мірою залежить від правильного відбору проби та її підготовки для аналізу, оскільки похибки, допущені на цих етапах, призводять до спотворення кінцевих результатів хімічного аналізу навіть за найретельнішому виконанні цього етапу дослідження.

Зазначимо, що методи пробопідготовки зразків багатокomпонентного складу, можуть бути як загальні, так і високоспецифічні, тобто ті, що зазвичай роблять під конкретний метод аналізу [22]. Далі, будуть розглянуті, декілька з загальних методів.

– Розчинення. Зразок розчиняється у кислотах (азотна, сульфатна або хлоридна) для подальшого аналізу. Іноді, коли у зразку, необхідні сполуки володіють дуже великими міжмолекулярними взаємодіями, в якості розчинника рекомендують використовувати оксиданти, сполуки що містять неспарений електрон та захоплюють електрони інших речовин, щоб нейтралізувати себе (наприклад пероксид водню). Такий підхід дозволяє досягти повного розчинення солі внаслідок зниження міжмолекулярних взаємодій. Також, зразок може бути розчиненим у звичайних розчинниках, таких, як в вода, етиловий спирт, ацетон і т.д.

– Деструкція у мікрохвильовій печі. Для покращення і підвищення ефективності розчинення, використовують мікрохвильову піч з оксидантом. Але, треба зазначати, що це потрібно не для всіх зразків.

– Сухий розпад. Зразок, під зовнішнім впливом, може бути розмеленим до стану порошку та подальшому сухому розпаду. Такий етап робиться, при необхідності отримання, однорідного зразку для аналізу.

– Екстракція. Для деяких випадків, при необхідності збагачення концентрації аналізованої речовини, необхідно проводити екстракцію, тобто вилучення сполуки з розчинника за допомогою використання різних екстрагентів (наприклад кислот або комплексонів).

– Мокра деструкція. Метод, який полягає у використанні комбінації різних розчинників з подальшою фільтрацією та промиванням залишків. Як правило застосовується для визначення сухої маси зразка, а також для визначення вмісту окремих хімічних елементів.

– Суха деструкція. Метод що застосовується для аналізу зразків, що містять низьку концентрацію мікроелементів. Його суть полягає в сушінні зразків при високих температурах, для визначення сухої маси зразку [22].

Важливо враховувати, що вибір оптимального методу пробопідготовки в аналітичній хімії залежить від численних факторів, таких як тип аналітичного обладнання, хімічний склад зразка, концентрація аналізованих елементів та метод аналізу.

Кожен метод пробопідготовки має свої переваги і обмеження, і вибір відповідного методу ґрунтується на специфікаціях конкретного дослідження.

У зв'язку з тим, що основною задачею, при виконанні аналізу – є отримання результату з мінімальною загальною похибкою (яка дорівнює сумі похибок кожному з його етапів), правильний відбір проби та її підготовки для аналізу, є суттєвим або навіть одним з найважливіших, оскільки отриманні похибки, на цих етапах призводять до спотворення кінцевих результатів хімічного аналізу навіть за найретельнішому виконанні інших етапів дослідження.

В даній роботі був використаний метод пробопідготовки у вигляді УЗ обробки зразків проб з сумішшю нітратної кислоти для визначення кадмію та цинку.

1.2.1 Метод мікрохвильового розкладання

Окремо, з вище перелічених методів з пробопідготовки, потрібно відокремити метод мікрохвильового розкладання, у зв'язку з його як загальноновизнаністю, останнім часом, як стандарту у пробопідготовці для спектральних методів аналізу [23].

Найбільша перевага мікрохвильового методу в його широкому застосуванні для швидкого вилучення аналітів, враховуючи деякі речовини, що є термічно нестабільні.

Така загальноновизначеність обумовлюється можливістю, при використанні цього методу, швидкого вилучення аналітів, зокрема ряд термічно нестабільних речовин.

У зв'язку з тим, що внаслідок використання цього методу, розкладання зразків на окремі компоненти відбувається за допомогою електромагнітного випромінювання в діапазоні мікрохвиль, цей метод є один зі способів пробопідготовки для аналізу зразків, що містять органічні сполуки.

У процесі мікрохвильового розкладання зразки з органічними сполуками, піддають впливу електромагнітного поля високої частоти. Це призводить до швидкого нагрівання та відповідно розкладання органічних сполук. Після цього, отриманий зразок аналізують за допомогою різних методів, таких як мас-спектрометрія або хроматографія.

Перевагами цього методу, є його швидкість, ефективність і найголовніше мало витратність, у порівнянні з іншими методами такої ефективності.

У зв'язку з чим, цей метод використовується, для аналізу різноманітних зразків, таких як харчові продукти, ґрунт, вода та повітря. Він є особливо корисним для визначення вмісту різноманітних органічних сполук, включаючи пестициди, гербіциди та фармацевтичні речовини та суміші [23-25].

1.2.2 Метод автоклавування

Також, слід відокремити, ще один метод у зв'язку з його найбільшої ефективності для зразків ґрунту, продукту харчування та інших матеріалів, включаючи сировину.

Це метод автоклавування, який полягає у введенні проби в спеціальний контейнер, який наповнюється водою або парою води. Після герметизації контейнер піддається тиску та температурі внаслідок чого прискорюються фізико-хімічні зміни зразку, які необхідні для подальшого аналізу.

Як правило, використання автоклавування, дозволяє:

- Знизити вплив матричних компонентів та допомагає вирішити проблему неоднорідності проб, яка може впливати на точність та повторюваність аналітичних результатів.
- Розчинити тверді зразки та виключити вплив нерозчинних компонентів на результати аналізу.
- Екстрагування важкі метали та інші неорганічні забруднювачі з ґрунту та інших матеріалів.
- Зменшити мікробне забруднення, що дозволяє застосовувати цей метод в харчовій промисловості.

Саме, завдяки цьому, метод автоклавування є ефективним інструментом у пробопідготовці, що може бути використаним для різних типів аналізу, в тому числі, для визначення вмісту важких металів за допомогою атомної абсорбції [26].

1.3 Визначення правильності результатів

Правильність результатів вимірювання може бути визначена через порівняння результатів випробування з результатами, що були отримані за допомогою іншого методу.

В роботі представлені результати атомної абсорбції та рентгенофлуоресцентного аналізу – «Інститут монокристалів» НАН України».

Метод стандартних добавок є одним із найпоширеніших методів визначення правильності результатів. Проба аналізується, додається відому кількість чистого активного компонента та знову аналізують зразок. Порівняння отриманих результатів двох аналізів здійснюється з урахуванням очікуваних значень.

Аналіз зразку відомої концентрації та порівняння виміряного значення до «істинного» значення. Однак слід використовувати добре вивчений зразок (наприклад, еталонний стандарт).

Результати аналізу методом полум'яної ААС були порівняні зі сертифікованими стандартами, та за допомогою метода стандартних добавок. Отримані результати добре узгоджуються між собою.

1.4 Способи підвищення чутливості визначення мікроелементів атомно-абсорбційним методом

Чутливість методу визначається нахилом лінійної частини градувальної кривої:

$$S = \operatorname{tg} \alpha = \frac{dA}{dc} \quad (1.2)$$

Знаходять відношення $\frac{\operatorname{tg} \alpha_2}{\operatorname{tg} \alpha_1}$, яке характеризує в скільки разів підвищується чутливість визначення аналіту з добавкою ПАР та обробкою УЗ випромінюванням.

Чим крутіше хід градувального графіка, тим більше чутливість, тим контрастніше змінюється аналітичний сигнал при одній і ті ж зміні концентрації.

Чутливість визначення залежить від імовірності даного електронного переходу, від типу атомізатора (полум'яний або електротермічний), від

ефективності атомізації. Взагалі, можливості варіювання чутливості в рамках даного типу та конструкції атомізаторів обмежена. Тому значення характеристичних концентрацій для різних приладів з полум'яним атомізатором змінюється лише в 2-5 разів, а для приладів з електротермічними атомізаторами – в межах одного порядку.

Експериментальні дослідження доводять, що всі дослідження поверхнево-активних речовин відображають підвищення аналітичних сигналів кадмію та цинку при визначенні їх концентрації методом ААС, тим самим збільшуючи чутливість методу.

Присутність ПАР по межі розподілу фаз зменшує поверхневий натяг, в'язкість та розміри крапель аерозолі та змінює окислювально – відновні характеристики полум'я, розподіл заряду молекул, ефективність енергії збудження або перенесення електронів молекул. Використання ПАР також може призвести до зниження або збільшення швидкості реакції або змінити вихід реакції.

Органічні речовини можуть покращити чутливість аналітичних вимірювань, підвищуючи чутливість аналітичних вимірювань виконаних з використанням полум'яно – абсорбційної спектрометрії, шляхом поліпшення процесів розпорошення та випаровування зразку.

1.5 Токсична дія кадмію та цинку

Вплив цинку: прийом значних доз цинку (50 мг/добу та більше) протягом тривалого періоду може спричинити порушення усмоктування міді. Велике споживання цинку стимулює синтез білка в кишечнику, який зв'язується з міддю та перешкоджає її абсорбції у системний кровотік. Водночас велике споживання міді не впливає на усмоктування цинку, і прийом цинку у відповідних дозах не має впливу на метаболізм міді.

Вплив кадмію: як важкий метал, кадмій являє собою один з найнебезпечніших токсикантів (токсичніший за свинець). У природному

середовищі кадмій зустрічається лише в дуже малих кількостях, тому його отруйна дія виявлена відносно недавно.

Доза 30 – 40 мг є смертельною. Дуже погано виводиться з організму, лише 0,1% на добу. Симптоми раннього отруєння кадмієм включають ураження нирок та нервової системи, наявність білка у сечі, порушення функції статевих органів (зокрема, вплив на сім'яники), а також гострі кісткові болі у спині та ногах. Крім цього, кадмій спричиняє порушення функції легень, має канцерогенний ефект та накопичується в нирках. Навіть невелика кількість кадмію в нирках (вміст 0,2 мг Cd на 1 г маси нирок) може викликати серйозне отруєння.

1.5.1 Механізм токсичної дії

Після всмоктування в кров розчинні сполуки кадмію найбільше вражають центральну нервову систему, а також печінку та нирки, порушуючи при цьому фосфорно-кальцієвий обмін. В разі хронічного отруєння проявляється анемія та відбувається руйнування кісток.

У нормі в невеликих кількостях даний елемент наявний в організмі навіть цілком здорової людини. Кадмій легко накопичується в клітинах, зв'язується з цитоплазматичним та ядерним матеріалом, що призводить до їх ушкодження. Має змогу змінює активність багатьох гормонів та ферментів, завдяки своїй здатності зв'язувати сульфгідрильні (-SH) групи.

Гостра токсичність: пари кадмію, всіх його сполук – токсичні, через те, що він має здатність зв'язувати сірковмісні ферменти та амінокислоти. Гостре отруєння солями кадмію може проявлятися такими симптомами, як блювота та судом.

II ЕКСПЕРЕМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

2.1 Матеріали, рективи, обладнання

Атомно-абсорційний спектрофотометр С-115-МІ, укомплектований пальником для повітряно-ацетиленового полум'я, коректором фонового поглинання і джерелами резонансного випромінювання цинку та кадмію (лампа з порожнистим катодом).

Ультразвукова ванна (Jeken (Codyson) PS-20);

Атомно-емісійний спектрометр з індуктивно-зв'язаною плазмою (TRACE SCAN Advantage, США);

Рентгенфлуоресційний спектрометр (ElvaX light);

Електронні ваги лабораторні OHAUS PA (65/0,0001);

Колби мірні 5, 10, 25, 50, 100 мл за ДСТУ 1770;

Піпетки 1, 2, 5, 10 мл по ДСТУ 29169;

Циліндри мірні 25, 50 мл по ДСТУ 1770;

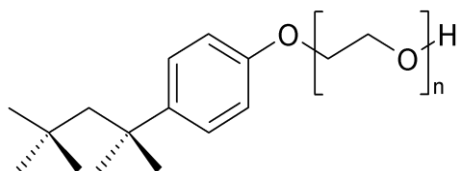
Вода дистильована за ДСТУ 6709;

Водні розчини стандартних зразків кадмію та цинку Фізико-хімічного інституту імені Богатського (м. Одеса);

Ацетилацетон;

Ацетилацетонати кадмію та цинку;

Поверхнево-активна речовина Тритон X-100.



Поверхнево-активна речовина Цетилпіридинію хлорид (CPC)

Поверхнево-активна речовина Додecilсульфат натрію (SDS)

Таблиця 2.1 Перелік патентів досліджуваних речовин

№ 1411787	Сольова фітосуміш для хворих на гіпертензію	<p><u>Склад:</u> кухонна сіль “Екстра”, сухий кріп, календула, сухий часник.</p> <p>Сприяє підвищенню рівня імунітету і має профілактичну дію щодо захворювання на гіпертензію</p>
№ 136690	Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Козацька”	<p><u>Склад:</u> кухонна сіль “Екстра”, сухий часник, спеціальний комплекс вітамінів та мінералів.</p> <p>Підвищує фізичні і розумові можливості та здатність протистояти вірусним інфекціям.</p>
№136271	Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Укропна”	<p><u>Склад:</u> лускатна кухонна сіль, сухий кріп, цитрат калію та магнію.</p> <p>Має профілактичну дію щодо гіпертензії, стенокардії, сприяє нормалізації серцевого ритму.</p>
№148660	Антигіпертензивна сольова фіто суміш «Заспокійлива»	<p><u>Склад:</u> кухонна сіль “Екстра”, калію та магнію цитрат, м'ята перцева</p> <p>Запобігає захворюванням на стенокардію, знижує рівень холестерину у крові, знижує рівень інфаркту та інсульту.</p>
№141812	Антигіпертензивна сольова фіто суміш для чоловіків віком від 60 років хворих на гіпертензію;	<p><u>Склад:</u> кухонна сіль, сухий кріп, калію та магнію цитрат , якірці сланкі трави екстракт.</p> <p>Покращує стан хворих на гіпертензію, знижує ймовірність гіпертензивних кризів. Чоловікам від 60+ (вагою від 80-90кг)</p>
№143816	Кухонна сіль зі зниженим вмістом хлориду натрію для людей похилого віку 60+	<p><u>Склад:</u> лускатна кухонна сіль, сухий кріп, спеціальні комплекси вітамінів та мінералів.</p> <p>Для людей 60+</p> <p>Профілактика серцево судинних захв., покращує пам'ять, працездатність, інтелект, діяльність, знижує рівень холестерину, нормалізує вміст цукру в крові, зменшує ймовірність “раптової смерті”</p>

2.2 Підготовка спектрофотометра до роботи

Налаштування та включення приладу в робочий режим проводяться відповідно до технічних інструкцій, що додаються до спектрофотометра. Особливості вимірювання низьких концентрацій елементів потребують дотримання детальних вказівок для зменшення дрейфу та ефекту «пам'яті», а також для підвищення відношення сигналу до шуму.

Прогрівання джерела резонансного випромінювання перед початком випромінювання до отримання стабільної інтенсивності випромінювання, але не менше 0,5 год;

Юстування джерел резонансного та нерезонансного випромінювання;

Прогрівання включеного пальника перед початком вимірювання з одночасною його промиванням дистильованою водою протягом 5-10 хв;

Точного налаштування монохроматора на резонансну лінію по максимуму випромінювання при мінімальній щілині, але проведення вимірювання при м максимальній щілині монохроматора;

Юстування висоти пальника та співвідношення повітря / ацетилену перед кожною серією вимірювань по максимуму абсорбції одного зі стандартних розчинів порівняння.

Параметри вимірювання на атомно-абсорбційному спектрометрі С-115-МІ:

Для вимірювання цинку: $\lambda = 213,9$ нм, струм $I=5$ мА, ФеП 1,5 кВ., ширина щілини монохроматора 0,1 нм;

Для вимірювання кадмію: $\lambda = 279,3$ нм, струм $I=5$ мА, ФеП 1,5 кВ., ширина щілини монохроматора 0,1 нм.

2.3 Пробопідготовка

Стадія пробопідготовки є дуже важливою в процесі атомно-абсорбційного аналізу, що часто вносить основну похибку в результат

аналізу. Особливо це стосується твердих зразків зі складною матрицею, які необхідно перевести в розчин.

Вдало обраний спосіб розкладання аналізованого матеріалу дозволяє не тільки перевести в розчин елемент, що визначається, але і полегшити його відділення від супутніх елементів або створити сприятливі умови для кінцевого визначення вмісту елементів без операції поділу.

Розкладання проб часто виявляється складнішим завданням, ніж саме визначення. Підготовка проби може забирати від кількох хвилин до багатьох годин. Спочатку сольові суміші ретельно розтирають у ступці, для покращення точності дослідження.

Відбирають серію наважок, по 3 паралельних наважки на кожний об'єкт.

До наважок приплив по 10 мл конц. HNO_3 , вміст перемішуємо.

Стакани ставимо на газову плиту. Упарюємо до вологого залишку та охолоджуємо до кімнатної температури. Приливаємо по 10 мл 1,5% розчину HNO_3 , перемішуємо до однорідної маси.

У мірну колбу місткістю 25 мл вносимо 2 мл 4% розчину неіоногенної поверхнево-активної речовини Тритон X-100. У вузькій частині колби розмішуємо скляну воронку з паперовим фільтром «синя стрічка» і відфільтровуємо вміст склянки, промиваючи залишок, що не розчинився, на фільтрі 1,5%-ним розчином азотної кислоти (HNO_3). Промивні води збираємо відразу в колбу і доводимо до мітки 1,5% азотною кислотою (HNO_3) і ретельно перемішуємо.

2.4. Дослідження впливу природи та концентрації ПАВ на величину аналітичного сигналу при атомно-абсорбційному визначенні аналітів

Проведено дослідження впливу Тритону X-100, Додецил сульфат натрія та ЦПХ на величину аналітичного сигналу атомно-абсорбційного визначення аналітів, результати перенесені до таблиці 2.2 та таблиці 2.3.

Таблиця 2.2 Вплив ПАВ на величину аналітичного сигналу атомно-абсорбційного визначення кадмію

Е	ПАВ	% ПАВ	V (мл) ПАВ	ΔS
Cd Тритон X-100		1	2	1,047
		1	2,5	1,059
		3	2	1,071
		4	2	1,127
		5	2	1,142
Cd Додецил сульфат натрія		3	2	1,131
		3	2,5	1,104
		4	2	1,128
		4	2,5	1,127
		5	2	1,071
Cd ЦПХ		5	2,5	0,936
		1	2	1,039
		1	2,5	1,024
		3	2	1,005
	3	2,5	1,057	

Таблиця 2.3 Вплив ПАВ на величину аналітичного сигналу атомно-абсорбційного визначення цинку

Е	ПАВ	% ПАВ	V (мл) ПАВ	ΔS
Zn Тритон X-100		1	2	1,0075
		1	2,5	1,015
		3	2	1,085
		4	2	1,165
		5	2	1,06
Zn Додецил сульфат натрія		3	2	1,011
		3	2,5	1,044
		4	2	1,041
		4	2,5	1,074

	5	2	1,041
	5	2,5	1,039
Zn ЦПХ	1	2	1,025
	1	2,5	1,084
	3	2	1,002
	3	2,5	1,041

Висновок за таблиці 2.2 та 2.3: найбільше значення аналітичного сигналу досягається при масовій частці ПАР Тритон X-100 $w=4\%$.

2.5 Вибір часу обробки ультразвуком аналізованих розчинів при атомно-абсорбційному визначенні аналітів

Проведено дослідження впливу часу обробки ультразвуком на величину аналітичного сигналу атомно-абсорбційному визначенні аналітів.

Час для дослідів: 15хв., 20хв., 25хв.

Таблиця 2.4 Вибір часу обробки ультразвуком для атомно-абсорбційного визначення кадмію та цинку ($n=3$, $P=0.95$)

УЗ, хвилини	C(Cd) мг/кг	S_r	C(Zn) мг/кг	S_r
	$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$		$\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	
15	$0,2682 \pm 0,0018$	0,02	$3,89 \pm 0,03$	0,03
20	$0,2802 \pm 0,0016$	0,03	$4,09 \pm 0,01$	0,02
25	$0,2701 \pm 0,0018$	0,03	$4,01 \pm 0,02$	0,02

Висновок з таблиці 2.4: найбільше значення аналітичного сигналу досягається при обробці ультразвуком 20 хв.

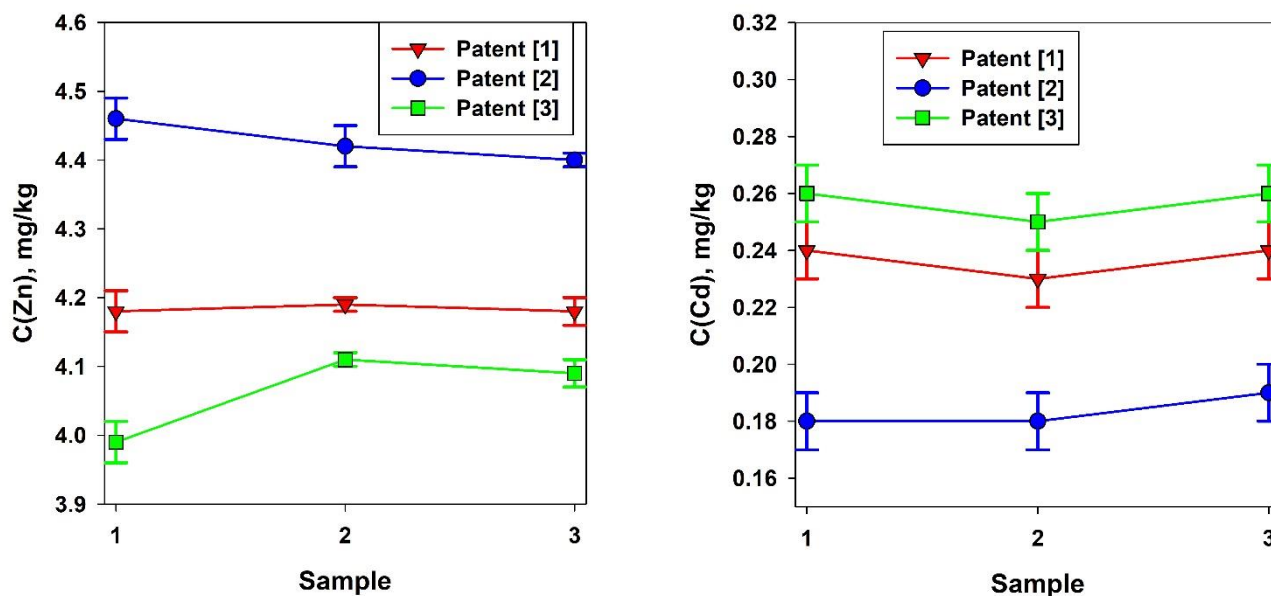


Рисунок 2.1. Визначена концентрація цинку та кадмію в аналізованих пробах [17]

2.6. Приготування градувальних розчинів

Перша серія градувальних розчинів: Використовуються водні розчини стандартних зразків згідно (СЗС), виготовлених у Фізико-хімічному інституті імені Богатського (м. Одеса) цинку та кадмію з вихідною концентрацією 0,1 г/л.

Піпеткою на 5,00 мл. відбирають 2,50 мл. вихідного розчину та подають у колбу на 50 мл, доводять до мітки дистильованою водою. Так маємо проміжний розчин. Піпеткою на 2,00 мл відбирають аліквоти по 0,2; 0,6%; 1,0% 1,4 та 2,0 мл проміжного розчину, та переміщують в колбу на 10 мл, до мітки доводимо дистильованою водою.

Отримуємо розчин концентрація цинку та кадмію в яких становить: $1 \cdot 10^{-4}$, $3 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-4}$, $7 \cdot 10^{-4}$, $10 \cdot 10^{-4}$ г/л.

Для другої серії градувальних розчинів, під час приготування, використовують ацетилацетонати кадмію та цинку відповідно.

Проміжний розчин готують з концентрацією металів $5 \cdot 10^{-3}$ г/л.

Піпеткою на 2,0 мл відбирають аліквоту по 0,2; 0,6; 1,0; 1,4 та 2 мл. проміжного розчину, що поміщують у колбу на 10 мл. Додають 2 мл Тритон Х-100 з $w=4\%$. Після отриманий розчин доводимо до мітки дистильованою водою.

Отримані розчин з концентрацією цинку та кадмію: $1 \cdot 10^{-4}$, $3 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-4}$, $7 \cdot 10^{-4}$, $10 \cdot 10^{-4}$ г/л.

Розчини обробляють ультразвуком 20 хв.

Залежність аналітичного сигналу кадмію та цинку в його концентрації з використанням різних стандартних зразків складу.

Таблиця 2.5 Градувальна залежність аналітичного сигналу кадмію від його концентрації.

$c \cdot 10^{-4}$, г/л	A_1	A_2	A_3	\tilde{A}
0,5	24	25	24	25
1	43	46	47	45
3	128	125	131	129
5	210	208	207	209
7	240	239	245	281

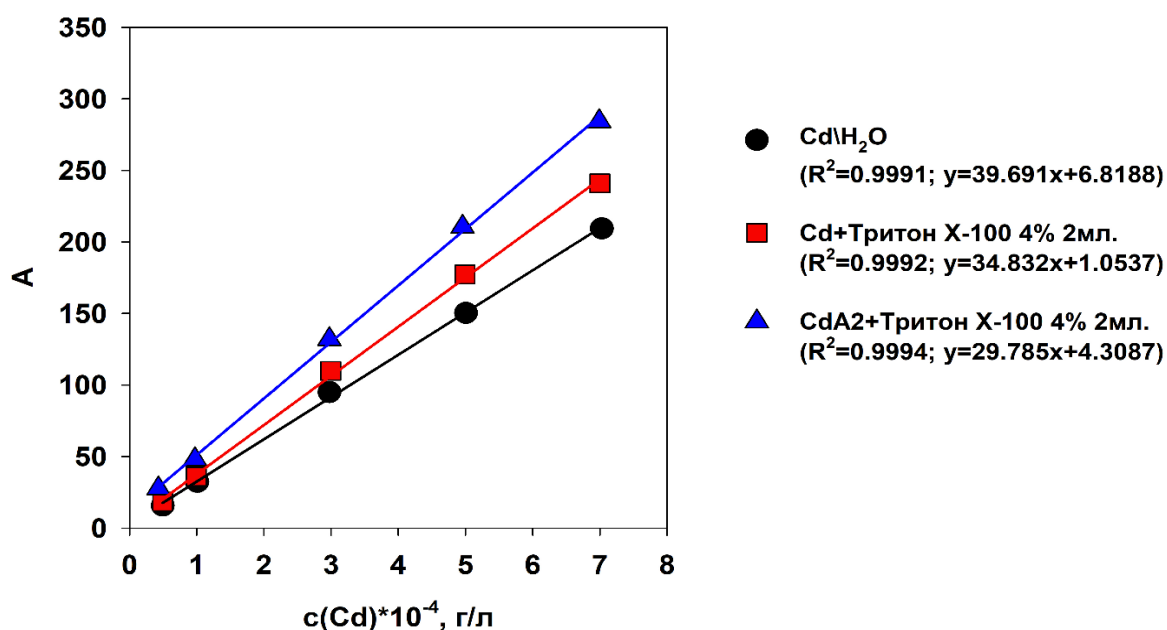


Рисунок 2.2 Градувальний графік для кадмію з використанням СЗС, ацетилацетонатів металу та з додаванням ПАР Тритон Х-100

Таблиця 2.6 Градувальна залежність аналітичного сигналу цинку від його концентрації

$c \cdot 10^{-4}$, г/л	A_1	A_2	A_3	\bar{A}
1	48	47	49	48
3	134	132	141	135
5	219	215	211	216
7	281	287	289	286
10	390	400	393	394

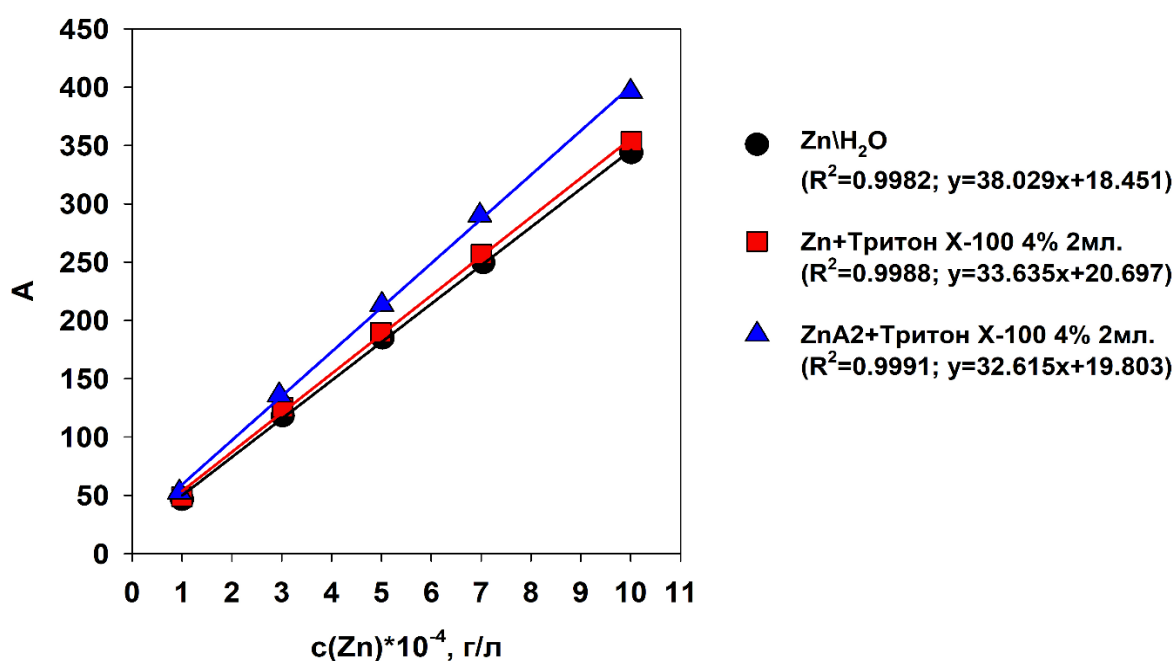


Рисунок 2.3 Градувальний графік для цинку з використанням СЗС, ацетилацетонатів металу та з додаванням ПАР Тритон Х-100

Чутливість атомно-абсорбційного визначення визначення аналіту визначається нахилом лінійної частини градувального графіка:

$$S = \operatorname{tg} \alpha = \frac{dA}{dc} \quad (3)$$

Знаходять відношення $\frac{tg\alpha_2}{tg\alpha_1}$, яке характеризує в скільки разів підвищується чутливість визначення аналіту з добавкою ПАР та обробкою УЗ випромінюванням:

$$\frac{tg\alpha_2}{tg\alpha_1} = \Delta S \quad (4)$$

Дані взяті з графіку представленого на рисунку 2.1 та рисунку 2.2:

$$\frac{tg\alpha_2}{tg\alpha_1} = 1,13$$

$$\frac{tg\alpha_2}{tg\alpha_1} = 1,17$$

Отже, чутливість атомно-абсорбційного визначення для кадмію збільшилась в 1,13 рази або на 13%. Для цинку: в 1,17 рази або 17%.

Таблиця 2.7 Досліджувані проби сольових сумішей

Назва	№ проби
Сольова фітосуміш для хворих на гіпертензію [3]	1
Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Козацька” [4]	2
Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Укропна” [5]	3
Антигіпертензивна сольова фіто суміш «Заспокійлива» [6]	4
Антигіпертензивна сольова фіто суміш для чоловіків віком від 60 років хворих на гіпертензію [8]	5
Кухонна сіль зі зниженим вмістом хлориду натрію для людей похилого віку 60+ [7]	6

Таблиця 2.8 Проба №1. Сольова фітосуміш для хворих на гіпертензію [3]

Компонент	Кількість
Хлорид натрію у вигляді швидкокорозчинної лускатої солі	50,0
Цитрат калію	10,0
Цитрат магнію	20,0
Сухі плоди моркви	10,0
Сухі плоди глоду	10,0

Перевірка ГДД

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.9 Добовий прийом для проби №1

Компонент	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію у вигляді швидкокорозчинної лускатої солі	2,5	5,0
Цитрат калію	0,5	1,5
Цитрат магнію	1,0	М: 4,2 Ж: 3,2
Сухі плоди моркви	0,5	4,0
Сухі плоди глоду	0,5	2,0

Таблиця 2.10 Проба №2. Сольова суміш із зниженим вмістом хлориду натрію «Козацька» [4]

Компонент	Кількість
Хлорид натрію в вигляді розтертої в пил кухонної соли «Екстра»	40,0
Календула	25,0
Часник	33,0
Сухий кріп	2,0

Перевірка ГДД

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.11 Добовий прийом для проби №2

Компонент	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію в вигляді розтертої в пил кухонної соли «Екстра»	2,0	5,0
Календула (нагідки)	0,1	0,23-0,7
Часник	1,65	0,4-1,2
Сухий кріп	1,25	10,0

Висновок: норми компонентів у зразку не завищені і є допустимими.

Корисна модель відноситься до розробки рецептурних сольових сумішей зі зниженим вмістом хлориду натрію, яка може бути використана в харчовій промисловості осіб, які мають добре здоров'я, але знаходяться в умовах значних фізичних та психологічних навантажень, а також вірусних інфекцій. Також можна використовувати для посолу сала та м'яса.

Таблиця 2.12 Проба №3. Сольова суміш із зниженим вмістом хлориду натрію «Укропна» [5]

Компонент	Кількість
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	50,0
Цитрат калію	20,0
Цитрат магнію	20,0
Сухий кріп	10,0

Перевірка ГДД¹

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.13 Добовий прийом для проби №3

Компонент	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	2,5	5,0
Цитрат калію	1,0	1,5
Цитрат магнію	1,0	М: 4,2 Ж: 3,2
Сухий кріп	0,5	10,0

¹ Гранично допустимі дози – ГДД.

Висновок: норми компонентів у зразку не завищені і є допустимими.

Корисна модель відноситься до розробки рецептурних сольових сумішей зі зниженим вмістом хлориду натрію, яка може бути використана в харчовій промисловості хворих на гіпертензію, а також профілактики гіпертензії.

Таблиця 2.14 Проба №4. Антигіпертензивна сольова фітосуміш із заспокійливою дією [6]

Компонент	Кількість
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	40,0
Суше листя меліси	40,0
Суше листя пустирника	10,0
Суше листя м`яти	10,0

Перевірка ГДД

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.15 Добовий прийом для проби №4

Компонент	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	2,0	5,0
Суше листя меліси	2,0	5,0-10,0
Суше листя пустирника	0,5	1,5
Суше листя м`яти	0,5	5,0

Висновок: норми компонентів у зразку не завищені і є допустимими.

Корисна модель відноситься до розробки рецептурних антигіпертензивних сольових сумішей із заспокійливою дією, яка може бути використана в харчовій промисловості хворих на гіпертензію. Також можна

використовувати в харчуванні абсолютно здорову людину, замість звичайної солі для профілактики захворювань на гіпертензію.

Таблиця 2.16 Проба №5. Антигіпертензивна сольова фітосуміш для покращення статевої функції у чоловіків [8]

Компонент	Кількість
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	50,0
Цитрат калію	10,0
Цитрат магнію	20,0
Сухий кріп	10,0
Якірці сланкі	10,0

Перевірка ГДД

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.17 Добовий прийом для проби №5

Компонент	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	2,5	5,0
Цитрат калію	0,5	1,5
Цитрат магнію	1,0	М: 4,2 Ж: 3,2
Сухий кріп	0,5	10,0
Якірці сланкі	0,5	0,75-1,5

Висновок: норми компонентів у зразку не завищені і є допустимими.

Корисна модель відноситься до розробки рецептурних сольових сумішей зі зниженим вмістом хлориду натрію, яка може бути використана в

харчовій промисловості хворих на гіпертензію, особливо чоловіків хворих на гіпертензію для покращення статевої функції.

Таблиця 2.18 Проба №6. Кухонна сольова суміш зі зниженою кількістю хлориду натрію для людей похилого віку [7]

Компоненти	Кількість
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	40,0
Лізину гідрохлорид	5,0
Сухая морская водоросль – ламинария	5,0
Сухая водоросль «Dunaliella Salina»	20,0
Сухе листя чорники	15,0
Цитрат магнію	5,0
Цитрат калію	9,9
Віт. D ₃	1мл 0,125% р-р
Віт. B ₁₂	0,0001
Віт. B ₂	0,1

Перевірка ГДД

(При нормі 5г солі в день)

Розрахунок кількості днів прийому з урахуванням ваги солі:

$$100 \text{ (г)} / 5 \text{ (г / день)} = \underline{20 \text{ днів}}$$

Таблиця 2.19 Добовий прийом для проби №6

Компоненты	Добовий прийом	Норма
Хлорид натрію у вигляді швидкорозчинної лускатої солі	2,0	5,0
Лизина гидрохлорид	0,25	1,0-3,0
Сухая морская водоросль – ламинария	0,25	2,0
Сухая водоросль «Dunaliella Salina»	2,0	3,0-4,0

Суше листя чорники	0,75	5,0 (10,0)
Цитрат магнію	0,25	М: 4,2 Ж: 3,2
Цитрат калію	0,495	1,5
Віт. D ₃	Мінімальна кількість	
Віт. B ₁₂		
Віт. B ₂		

Висновок: норми компонентів у зразку не завищені і є допустимими.

Корисна модель відноситься до розробки рецептури кухонних сольових сумішей зі зниженим вмістом хлориду натрію, які можуть бути використані в харчовій промисловості людьми похилого віку для уповільнення процесу старіння.

Таблиця 2.20 Результати атомно-абсорбційного визначення цинку в сольових сумішах з використанням Тритону X-100, стабілізованих УЗ (n=3, P=0,95)

Елемент	№ проби	\bar{A}	\bar{C}	C-холоста ($A_{хол.} = 28$)
Zn	1	31	0,44	0,36
	2	37	0,613	0,19
	3	41	0,73	0,08
	4	122	3,05	2,25
	5	138	3,51	2,71
	6	126	3,17	2,95

Таблиця 2.21 Результати атомно-абсорбційного визначення кадмію в сольових сумішах з використанням Тритону X-100, стабілізованих УЗ (n=3, P=0,95)

Елемент	№ проби	\bar{A}	\bar{C}	C-холоста
Cd	1	14	0.181	Холоста проба – 0
	2	13	0.159	
	3	14	0.181	

	4	14	0.181	
	5	14	0.181	
	6	15	0.202	

Таблиця 2.22 Результати визначення вмісту кадмію та цинку методом атомної – абсорбції у пробі № 4 (n=3, P=0.95).

№ зразку	C(Cd) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr	C(Zn) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr
1	0,2866± 0,0025	0,02	4,18±0,03	0,03
2	0,2872± 0,0022	0,03	4,19±0,01	0,02
3	0,2894± 0,0018	0,03	4,18±0,02	0,02

Таблиця 2.23 Результати визначення вмісту кадмію та цинку методом атомної – абсорбції у пробі № 5 (n=3, P=0.95).

№ зразку	C(Cd) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr	C(Zn) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr
1	0,1848± 0,0019	0,03	4,46±0,03	0,03
2	0,1849± 0,0020	0,04	4,42±0,03	0,02
3	0,1851± 0,0018	0,02	4,40±0,01	0,02

Таблиця 2.24 Результати визначення вмісту кадмію та цинку методом атомної – абсорбції у пробі № 6 (n=3, P=0.95).

№ зразку	C(Cd) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr	C(Zn) мг/кг $\bar{C} \pm \frac{t_{p,f}S}{\sqrt{n}}$	Sr
1	0,2863± 0,0013	0,04	3,99±0,03	0,04
3	0,2879± 0,0016	0,04	4,11±0,01	0,02

2.7 Дослідження елементного складу методом рентгенфлуорисцентного аналізу на Спектрометрі ElvaX компанії «Елватех»

Дані взято з протоколу дослідження елементного складу. Дослідження проведені в «Інституті монокристалів» НАН України на Спектрометрі ElvaX компанії «Елватех».

Протокол дослідження

Дата та час дослідження: 22.03.2021 14:55

Таблиця 2.25 Зразок №1

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	95.417 ± 0.093%
19	K	2.643 ± 0.235%
20	Ca	1.851 ± 0.129%
22	Ti	< 0.030%
25	Mn	< 0.005%
26	Fe	0.028 ± 0.003%
28	Ni	0.005 ± 0.001%
29	Cu	0.017 ± 0.001%
30	Zn	0.003 ± 0.001%
35	Br	0.009 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.027 ± 0.003%

Протокол досліджування

Дата та час досліджування: 22.03.2021 15:09

Таблиця 2.26 Зразок №2

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	91.949 ± 0.155%
19	K	5.995 ± 0.281%
20	Ca	1.975 ± 0.176%
22	Ti	< 0.038%
25	Mn	0.006 ± 0.006%
26	Fe	0.033 ± 0.004%
28	Ni	0.007 ± 0.002%
29	Cu	0.016 ± 0.001%
30	Zn	0.007 ± 0.001%
35	Br	0.008 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.022 ± 0.004%

Протокол досліджування

Дата та час досліджування: 22.03.2021 15:17

Таблиця 2.27 Зразок №3

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	97.670 ± 0.084%
19	K	1.062 ± 0.305%
20	Ca	1.172 ± 0.160%
22	Ti	0.024 ± 0.037%
25	Mn	< 0.006%
26	Fe	0.021 ± 0.004%
28	Ni	0.004 ± 0.002%
29	Cu	0.014 ± 0.001%
30	Zn	< 0.001%

35	Br	0.012 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.020 ± 0.003%

Протокол досліджування

Дата та час досліджування: 22.03.2021 15:25

Таблиця 2.28 Зразок №4

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	85.653 ± 0.137%
19	K	3.819 ± 0.240%
20	Ca	9.892 ± 0.165%
22	Ti	0.354 ± 0.038%
25	Mn	0.061 ± 0.006%
26	Fe	0.082 ± 0.004%
28	Ni	0.004 ± 0.001%
29	Cu	0.018 ± 0.001%
30	Zn	0.086 ± 0.002%
35	Br	0.013 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.020 ± 0.003%

Протокол досліджування

Дата та час досліджування: 22.03.2021 15:33

Таблиця 2.29 Зразок №5

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	83.363 ± 0.129%
19	K	0.595 ± 0.210%
20	Ca	15.265 ± 0.159%
22	Ti	0.357 ± 0.038%
25	Mn	0.108 ± 0.007%

26	Fe	0.061 ± 0.004%
28	Ni	0.005 ± 0.002%
29	Cu	0.023 ± 0.001%
30	Zn	0.190 ± 0.002%
35	Br	0.011 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.021 ± 0.003%

Протокол досліджування:

Дата та час досліджування: 22.03.2021 15:41

Таблиця 2.30 Зразок №6

Ат.номер	Елемент	Концентрація
	LE	88.470 ± 0.151%
19	K	1.750 ± 0.282%
20	Ca	8.834 ± 0.159%
22	Ti	0.662 ± 0.048%
25	Mn	0.053 ± 0.008%
26	Fe	0.056 ± 0.005%
28	Ni	0.008 ± 0.002%
29	Cu	0.022 ± 0.002%
30	Zn	0.099 ± 0.003%
35	Br	0.018 ± 0.001%
38	Sr	< 0.001%
82	Pb	0.027 ± 0.005%

ОХОРОНА ПРАЦІ

Всі досліді виконувалися згідно діючих на хімічному факультеті Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна інструкцій з охорони праці та безпеки життєдіяльності.

Під час виконання експериментальної роботи потрібно знати, з якими речовинами працюєш, а також техніку безпеки з ними:

1. Усі експерименти та досліді з речовинами, що мають токсичний та неприємний запах, повинні проводитися у витяжній шафі та з використанням захисних засобів. Особлива обережність необхідна під час роботи з концентрованою азотною кислотою.

2. При необхідності визначення запаху газу або рідини рекомендується обережно вдихати повітря, помірно направляючи рукою в напрямку випарування від сосуда до себе.

3. Під час розбавленні концентрованих кислот слід вливати кислоту у воду, а не навпаки.

4. При додаванні реактивів необхідно утримуватись від нахилення над сосудом, щоб уникнути потрапляння бризків на обличчя та одяг.

5. Не потрібно нахилятися над посудом з рідиною, яка нагрівається, оскільки це може призвести до викиду вмісту з колби.

6. під час потрапляння на лице чи на руки розчин кислот чи лугу, вражену ділянку потрібно негайно промити великою кількістю води, протерти слабо концентрованим розчином соди для повної нейтралізації кислоти, або ж слабким розчином оцтової кислоти з метою нейтралізації лугу.

7. У разі отримання опіку, вражене місце промочити концентрованим розчином калію перманганату.

8. Перед увімкненням електричних приладів рекомендується перевірити наявність заземлення.

9. В разі отруєння, чи отримання сильних опіках потрібно терміново звернутися до лікаря.

10. При роботі з скляними приладами та посудом важливо пам'ятати про їх крихкість і уникати ударів, які можуть призвести до пошкодження посуду та можливого травмування.

11. Експерименти з легко займистими, леткими рідинами слід проводити на безпечній відстані від нагрівальних пристроїв та витяжних шаф.

12. Перед виходом з лабораторії слід перевірити: чи закриті крани водопровідної води та чи вимкнені нагрівальні електричні прилади.

ВИСНОВКИ

1. Проведено літературний огляд по методам визначення кадмію та цинку в багатокomпонентних зразках та сучасних методах пробопідготовки. Визначено, що найбільш поширеним методом аналізу солей та їх сумішей є атомно-абсорбційне визначення на спектрометрі з використанням обробки ультразвуком;

2. Підвищення чутливості атомно-абсорбційного визначення елементів кадмію та відбувається на 13 % и 17 % відповідно, використовуючи ПАР Тритон X-100 (w=4%) та ультразвукової обробки зразків сумішей протягом 20 хв. отримуючи максимальний аналітичний сигнал;

3. Визначено кількісний та якісний склад кадмію та цинку в зразках запатентованих лікарських сольових сумішей атомно – абсорбційним методом та за допомогою ретнгенофлуоресцентного аналізу;

4. Було визначено концентрацію кадмію та цинку в зразках лікарських сольових сумішей атомно – абсорбційним методом з використанням ацетилацетонатів кадмію та цинку з метою підвищення прецизійності результатів аналізу, яка показана в отриманих результатах.

Лісова М.Р



СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Гринь, Г. І.; Мохонько, В. І.; Суворін, О. В. Методи вимірювання параметрів навколишнього середовища: підруч. Сєверодонецьк : вид-во СНУ ім. В. Даля, 2019, 420.
2. Кодекс Аліментаріус. Гігієна харчових продуктів/Пер. з англ. - М: Видавництво "Весь Світ", 2007, 76.
3. Патент України на корисну модель № 141787 «Сольова суміш для хворих на гіпертензію» /Юрченко О. І., Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявки U 2019 10505, заявл. 21.10.2019, опубл. 27.04.2020, бюл. № 8, **2020**.
4. Патент України на корисну модель № 136690 «Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Козацька”» / Юрченко О. І., Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявкиU 2019 10505, заявл. 21.10.2019, опубл. 27.04.2020, бюл. № 8, **2020**.
5. Патент України на корисну модель № 136271 «Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду “Укропна”» Юрченко О. І., Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявкиU 2019 10505, заявл. 21.10.2019, опубл. 27.04.2020, бюл. № 8, **2020**.
6. Патент України на корисну модель № 148660 «Спосіб отримання антигіпертензивної сольової суміші із заспокійливою дією» Юрченко О. І., Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявки U 2021 01922, заявл. 12.04.2021, опубл. 01.09.2021, бюл. № 35, **2021**.
7. Патент України на корисну модель № 141812 «Антигіпертензивна сольова фітосуміш для поліпшення статевої функції у чоловіків» Юрченко О. І., Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявки U 2019 10674, заявл. 28.10.2019, опубл. 27.04.2020, бюл. № 8, **2020**.
8. Патент України на корисну модель № 143816 «Кухонна сіль зі зниженим вмістом хлориду натрію для людей похилого віку» Юрченко О. І.,

Черножук Т. В., Бакланова Л. В., Бакланов О. М., № заявки U 2020 01820, заявл. 16.03.2020, опубл. 10.08.2020, бюл. № 1513, **2020**.

9. Про затвердження Державних санітарних норм та правил “Медичні вимоги до якості та безпечності харчових продуктів та продовольчої сировини”: наказ Міністерства охорони здоров’я України від 09.01.2013 р. No 1140 [Онлайн]. (дата звернення 01.03.24)

10. Про основні принципи та вимоги до безпечності та якості харчових продуктів : Закон України від 22.07.2014 р. No 1602-VII [Онлайн]. <http://zakon5.rada.gov.ua/laws/show/771/97-%D0%B2%D1%80/page> (дата звернення 01.12.23)

11. Державна фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». 2-е вид. X.: ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. Т. 1, 1130.

12. Державна фармакопея України / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». 2-е вид. Доп. 1. X.: ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016, 360.

13. Чеботарьов, О. М.; Гузенко, О. М.; Снігур, Д. В. Сучасні методи пробопідготовки речовин та матеріалів до аналізу. Одеса: Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2020, 40.

14. Mohammed, A. M. Elemental Analysis Using Atomic Absorption Spectroscopy. *Eur. J. Eng. Technol. Res.* **2021**, 6 (7), 48-51.

15. Saeed Mohammad Sorouraddin, Mir Ali Farajzadeh. Development of salt-induced homogeneous liquid–liquid extraction using a deep eutectic solvent performed in a narrow-bore tube for the extraction of Zn(ii), Cu(ii), and Cd(ii) ions from honey samples *Anal. Methods*, **2024**, 16, 1593-1602.

16. Лісова М. Р., Юрченко О. І. Вплив природи та концентрації пар на аналітичний сигнал при атомно-абсорбційному визначенні цинку та

кадмію. XIII Всеукраїнська наукова конференція студентів та аспірантів "Хімічні Каразінські читання - 2021" (ХКЧ'21), Харків, Україна, 20-21 квітня 2021 р., Тези доповідей, 2021; 40-41.

17. Лісова М. Р., Юрченко О. І. Атомно – абсорбційне визначення кадмію та цинку в лікувальних сольових сумішах з використанням ультразвуку, ПАР та стандартних зразків складу на основі ацетилацетонатів металів. XVI Всеукраїнська наукова конференція студентів та аспірантів "Хімічні Каразінські читання - 2024" (ХКЧ'24). Харків, Україна, 30 квітня 2024 р., Тези доповідей, 2024; 59-60.

18. T. B. van der Lans, M. J. de Keijzer, and J. P. Rooijmans. X-ray fluorescence spectrometry for the analysis of metal objects in museum collections. *X-Ray Spectrometry*, **2008**, 37(3), 206-216.

19. Ferreira, S. L. C.; Bezerra, M. A.; Santos, A. S.; dos Santos, W. N. L.; Novaes, C. G.; Oliveira, O. M. C.; Oliveira, M. L.; Garcia, R. L. Atomic Absorption Spectrometry. *A Multi Element Technique. TrAC Trends Anal. Chem.* **2018**, 100, 1-6.

20. О. В. Іщенко, С.В. Гайдай, О. А. Беда. Мас-спектроскопія: підручник. Київ: ВПЦ «Київський університет» 2018, 244.

21. López-López, M. C., León-González, M. E., & Hernández-Borges, J. Determination of metals in food samples using inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES) and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS): A review. *Food Chemistry*, **2023**, 327, 127012.

22. Cowan, D. A., & Oliver, D. A. A review of sample preparation techniques for environmental analysis. *Journal of Chromatography A*, **2006**, 1126(2), 192-204.

23. Zhou S., Li H., Li S., Han X., Liu C., Liu J., Xu Y. Determination of trace elements in table salt and soy sauce by ICP-MS with microwave digestion. *Journal of Food Science and Technology*, **2019**, 56(9), 4021-4028.

24. Belchinskaya, E. Salnikova, O. Shusharina, et al. Autoclave acid digestion with in situ formation of silver nanoparticles for silver determination in

environmental samples by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Talanta*, 235, **2023**, 122.

25. T. Tran, J. Sun, H. Wang, et al. Autoclave-assisted extraction and quantification of mercury in fish: Comparison of direct analysis, cold vapor atomic absorption spectrometry, and high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry. *Journal of Food Composition and Analysis*, 107, **2022**, 104.

26. S. Terfi, F. Sadi. Optimization of Extraction of Toxic Metals from Medicinal Plants, *Malva sylvestris* L., and *Pistacia lentiscus*. *Analytical Letters*, **2015**, 7, 1190-1197.

27. Yurchenko O.I., Chernozhuk T.V., Kravchenko O.A. Atomic absorption and atomic emission with inductively coupled plasma and X-ray determination of Cadmium and Nickel in soils using ultrasound, Triton X-100, and metal acetylacetonates. - *International Scientific Journal Theoretical & Applied Science*, 2021, 96 (4), 169-176.

28. Sabin D. Determining the Trace Amounts of Zinc by Membrane Filtration-Sensitized Flame Atomic Absorption Spectrometry in Water Samples. *Romanian Biotechnological Letters* **2018**, 23(5), 13940-13945.

29. O. Yurchenko, A. Baklanov, T. Chernozhuk. Chemical applications of ultrasound. On the use of ultrasound in the analyses and technology of brina and sodium chloride solutions: monographi /LAMBERT Academic Publishing, 2021, 185.

30. Yurchenko O.I., Chernozhuk T.V., Kravchenko O.A. Atomic absorption determination of Cadmium in sunflower oil.-*International Scientific Journal Theoretical & Applied Science*, 2021, 97 (5), 467-472.