

## МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ

В.В. Ким, А.О. Гусар

Научный руководитель – к.х.н., доцент Г.Я. Губа

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, [valeriyavk97@mail.ru](mailto:valeriyavk97@mail.ru)

При анализе содержания примесей тяжелых металлов классическими физико-химическими методами необходима предварительная пробоподготовка образцов для разрушения органических соединений металлов, которые мешают точному определению их содержания. В этом отношении для проведения анализа необходимо для начала разрушить органические производные металлов [1]. Имеется два основных метода разложения органических соединений: мокрое озоление (разложение путем нагревания с кислотами окислителями); сухое озоление (сжигание пробы в муфельных печах) [2].

Стандартные методы мокрого озоления органических веществ в пробах основаны на раз-

Опыт проводили в мультимодальной микроволновой печи при мощности 280 Вт в присутствии  $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

К пробе в количестве 2 мл виноматериала (или 0,01 г кекса) добавляли 2 мл  $\text{HNO}_3$  (конц.); нагревали до объема пробы 0,5 мл; к 0,5 мл пробы добавляли 0,5 мл  $\text{HNO}_3$  (конц.) и 0,5 мл  $\text{H}_2\text{O}_2$  (конц.) и продолжали нагревать до остатка 0,5 мл.

Опыт повторяли 3 раза до достижения объема пробы 0,5 мл.

Наличие примесей металлов определяли методом вольтамперометрии.

Результаты представлены в таблице 1.

**Таблица 1.** Результаты определения примесей металлов в образцах кексов и виноматериалов

Образец	Микроволновой нагрев Наличие металлов в образце			Нагрев в обычной печи Наличие металлов в образце		
	Cd	Pb	Время подготовки образца (мин.)	Cd	Pb	Время подготовки образца (мин.)
1611 (кекс)	<0,005	<0,17±0,5	7	<0,005	<0,03	40
1612 (кекс)	<0,005	<0,17±0,5	7	<0,005	<0,03	40
1613 (кекс)	<0,005	<0,17±0,5	7	<0,005	<0,03	40
Вино красное «Каберне»	<0,001	<0,026±0,008	7	<0,001	<0,017±0,005	40

ложении образцов концентрированными кислотами  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HClO}_4$ .

Данный метод трудоемкий и в некоторых случаях не приводит к полному разложению органических соединений, которые препятствуют получению достоверных результатов [3].

В последнее время при анализе образцов часто применяют микроволновое облучение (МВО).

Использование МВО способствует ускорению протекания химических реакций и тем самым сокращению времени пробоподготовки.

Целью данного исследования – изучение влияния МВО на пробоподготовку проб при анализе пищевых продуктов на наличие различных металлов.

Таким образом, результаты анализов на тяжелые металлы образцов виноматериалов и кексов, полученных в результате микроволновой пробоподготовки, оказались идентичными результатам анализов для образцов, полученных нагревом на обычной печи.

Поэтому микроволновый метод пробоподготовки не уступает другим по качеству и имеет свои преимущества, например, значительное сокращение времени проведения пробоподготовки образцов к анализу – в данном случае в 6 раз.

Выражаем искреннюю благодарность за помощь в работе д.х.н., профессору Слепченко Г.Б. и Черемпей Е.Г.

### Список литературы

1. ГОСТ 26929–94. Сырьевые продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов.– М.: Изд-во стандартов, 1995.
2. Кунце У. Основы качественного и количественного анализа / У. Кунце, Г. Шведт.– М.: Мир, 1997.– 442с.
3. Губко Е.В., Капуста Е.П. Использование современных методов подготовки проб для определения содержания тяжелых металлов при санитарном контроле. // Здоровье. Медицинская экология. Наука, 2012.– Т.49.– №3–4.– С.95–97.

## ОБРАБОТКА ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ КВАРЦЕВЫХ КАПИЛЛЯРОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ КОЛОНОК ВЫСОКОГО КАЧЕСТВА

Н.В. Когай

Научный руководитель – к.х.н. М.В. Шашков

Новосибирский государственный университет

630090, Россия, г. Новосибирск, ул. Пирогова 2, nsu@nsu.ru

Капиллярные колонки в настоящее время являются основным инструментом газовой хроматографии. Получение высокого качества колонок необходимо для достижения высокой разрешающей способности и наименьшего предела обнаружения различных веществ. Химическое влияние поверхности на хроматографический анализ исследуемой смеси характеризуется через асимметрию пиков, их уширение за счет адсорбции на поверхности, а также селективность разделения в процессе анализа. Для успешного применения капиллярных колонок в большинстве случаев требуется более тщательная обработка поверхности перед нанесением неподвижной фазы (НФ), так как на необработанной внутренней поверхности капиллярной колонки, обладающей недостаточной смачиваемостью, непрерывная пленка неподвижной фазы в большинстве случаев не может образоваться. Возникает так называемый эффект Релевской нестабильности, который проявляется как образование волн жидкости и обусловлен стремлением пленки жидкости уменьшить межфазную энергию за счет уменьшения площади контакта между фазами. В процессе приготовления капиллярных колонок происходят изменения структуры поверхности, некоторые из которых до сих пор не полностью изучены из-за отсутствия подходящих физических или химических методов для прямой характеристики внутренней поверхности капилляров. Поэтому, несмотря на неопределенность абсолютного состава и структуры поверхности необходимо разрабо-

тать эффективные методы обработки, которые путем анализа эмпирических данных позволят однозначно определить ключевые основы для выполнения всех требований, необходимых для наиболее эффективного разделения. Таким образом, основной целью обработки поверхности является получение хорошей смачиваемости для покрытия неподвижными фазами с последующим созданием стабильного слоя, который должен защищать все активные участки поверхности колонки, а также приводить к хорошей дезактивации поверхности.

Для осуществления поставленной цели были выдвинуты следующие задачи:

1. Разработка методов предварительной обработки поверхности для получения колонок высокого качества.
2. Разработка оптимальных условий нанесения неподвижной фазы на колонку.
3. Оценка свойств приготовленных капиллярных колонок.
4. Получение примеров разделений и оценка возможностей для решения практических задач.

В данной работе был предложен метод гидротермической обработки с использованием азотной кислоты, который показал отличный результат, о чем свидетельствует успешная дальнейшая дезактивация поверхности и нанесение неподвижной жидкой фазы (НЖФ). Были использованы различные дезактивирующие агенты как для неполярных НЖФ, так и для среднеполярных НЖФ. Изучено состояние