

УДК 543.42.613

*О.І. Юрченко^а, Т.В. Черножук^а, М.В. Ніколенко^б, О.М. Бакланов^а, О.А. Кравченко^а***АТОМНО-АБСОРБЦІЙНЕ ТА АТОМНО-ЕМІСІЙНЕ З ІНДУКТИВНО-ЗВ'ЯЗАНОЮ ПЛАЗМОЮ ВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗА ТА МАРГАНЦЮ В ЛІКУВАЛЬНО-СОЛЬОВИХ СУМІШАХ**^а Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна, м. Харків, Україна^б Український державний університет науки і технологій, м. Дніпро, Україна

Досягнуто повноту вилучення аналітів із зразків і гомогенності аналізованих розчинів шляхом використання ультразвукової обробки (20 хв). Підвищено чутливість, прецизійність та точність атомно-абсорбційного визначення аналітів за рахунок використання Тритон Х-100 (4%) та градувальних розчинів на основі ацетилацетонатів заліза та марганцю. Показано, що підвищення чутливості збільшується для марганцю в 1,7 рази, а для заліза – в 1,5 рази. Визначено вміст заліза та марганцю в лікувальних сольових сумішах атомно-адсорбційним та атомно-емісійним з індуктивно-зв'язаною плазмою методами. Зіставлені результати визначення аналітів, отриманих двома незалежними методами. Показано, що дисперсії однорідні, а розкид результатів несуттєвий та виправданий випадковим розкидом. Проведено перевірку правильності результатів атомно-абсорбційного визначення аналітів методом стандартних добавок і шляхом варіювання маси наважки зразка. Показано, що систематична похибка незначуща. Атомно-абсорбційним методом встановлено межу виявлення заліза $C_{\min}=0,009$ мкг/мл ($C_{\min,\text{air}}=0,015$ мкг/мл) та марганцю $C_{\min}=0,003$ мкг/мл ($C_{\min,\text{air}}=0,004$ мкг/мл).

Ключові слова: сольові суміші, залізо, марганець, пробопідготовка, тритон Х-100, ультразвукове оброблення, атомно-абсорбційна спектроскопія.

DOI: 10.32434/0321-4095-2024-157-6-110-116

Вступ

Необхідність визначення марганцю та заліза у лікувально-сольових сумішах [1] в першу чергу продиктовано їх біологічною роллю в організмі людини. Залізо є складовою гемоглобіну, що відповідає за транспорт кисню по організму. Воно також входить до складу ферментів (каталази та пероксидази) та деяких інших білків-накопичувачів та транспортників заліза. Марганець, у свою чергу, впливає на кровотворення, мінеральний обмін, ріст, розмноження. Крім того, іони марганцю стабілізують структуру нуклеїнових кислот. Марганець також захищає стінки артерій, роблячи їх стійкими до утворення атеросклеротичних бляшок. Він є життєво важливим для функціонування мозку, утворення шкірно-

го пігменту, входить до складу білків і ферментів, володіє антиоксидантною активністю.

Однак при занадто великій кількості, марганець та залізо роблять шкоду організму: марганець викликає судинні порушення та пригнічує центральну нервову систему, а залізо при великій кількості негативно впливає на печінку та підшлункову залозу.

Тому важливою є розробка методик визначення заліза та марганцю в аналізованих зразках, які будуть відповідати стандартам «зеленої хімії».

На даний момент використовують сучасні методи визначення аналітів в багатокомпонентних зразках: атомно-абсорбційну спектроскопію [2,3], атомно-емісійну спектроскопію з індуктивно-зв'язаною плазмою [4–6], рентгено-флуорес-

© О.І. Юрченко, Т.В. Черножук, М.В. Ніколенко, О.М. Бакланов, О.А. Кравченко, 2024



This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

О.І. Yurchenko, T.V. Chernozhuk, M.V. Nikolenko, O.M. Baklanov, O.A. Kravchenko

центний метод [7,8], хроматографію [9,10]. Для пробопідготовки зразків застосовують наступні способи: ультразвуковий [11,12], автоклавний [13], мікрохвильовий [14].

Мета даної роботи полягала в розробленні методики атомно-абсорбційного та атомно-емісійного з індуктивно-зв'язаною плазмою визначення заліза та марганцю в сольових сумішах з поліпшеними метрологічними характеристиками.

Методика експерименту

У роботі використано атомно-абсорбційний спектрометр іСЕ 3500 (полум'яний варіант, лампи з порожнистими катодами, полум'я ацетилен-повітря, довжина хвилі, нм: Fe – 248,3 нм; умови вимірювань: C₂H₂-повітря, збіднене, 1 л/хв C₂H₂; Mn – 279,5 нм; умови вимірювання: C₂H₂-повітря, збіднене, 1 л/хв C₂H₂). Також використали атомно-емісійний спектрометр з індуктивно-зв'язаною плазмою іCAP 6300 Duo «Thermo Scientific» (США); параметри визначення заліза та марганцю: швидкість плазмоутворюючого потоку аргону 12 л/хв, потужність плазми 1350 Вт; швидкість допоміжного потоку аргону 1,5 л/хв; режим спостереження плазми – аксіальний; потік аргону у розпилювачі – 0,55 л/хв; час інтеграції сигналу 20 с, 5 паралельних вимірювань; довжина хвилі, нм; для Fe – 259,940; для Mn – 257,610. Електронні ваги лабораторні ОНАУС РА 64(65/0,001); ультразвукова баня (Codyson) PS 20 jeken; стандартні зразки водних розчинів заліза та марганцю виробництва Фізико-хімічного інституту ім. А.В. Богатського (м. Одеса); ацетилацетон, ацетилацетонати заліза та марганцю (атестовані як стандартні зразки складу ряду підприємств України). Вихідна концентрація розчинів іонів металів для приготування градувальних розчинів 0,1 г/л, Тритон X-100, C₁₄H₂₂O(C₂H₄O)_n, n=9–10, M_r=631 г/моль, ККМ=2,9·10⁻⁴ моль/л.

Зразки лікувально-профілактичних сумішей приготовлені на кафедрі хімічної метрології ХНУ імені В.Н. Каразіна та запатентовані в наступній редакції «Сольова суміш для хворих на гіпертензію», «Сольова суміш з пониженим вмістом натрію хлориду «Козацька», «Сольова суміш зі знизеним вмістом натрію хлориду «Укріпна», «Спосіб отримання антигіпертензивної сольової суміші із заспокійливою дією», «Антигіпертензивна сольова фітосуміш для поліпшення статевої функції у чоловіків», «Кухонна сіль зі знизеним вмістом хлориду натрію для людей похилого віку».

Пробопідготовка лікувально-сольових сумішей

Відбирали серію наважок сумішей масою 0,2 г, зважених з точністю 0,00001 г, розчиняли їх в 10 мл конц. HNO₃. Розчини при нагріванні випарували до волого залишку. Після охолодження, добавляли 10 мл 1,5% HNO₃ та обробляли ультразвуком 20 хв. Розчини фільтрували в мірні колби місткістю 25 мл, додавали 2,5 мл Тритон X-100 (w=4%), 0,5 мл ацетилацетону, доводили до риски 1,5% HNO₃ та ретельно перемішували.

Градувальні розчини готували із неорганічних розчинів іонів металів і з розчинів ацетилацетонатів аналітів. Будували залежність аналітичних сигналів від їх концентрації.

Здійснено дослідження впливу концентрації Тритон X-100 (w=4; 5; 6%) на величину аналітичного сигналу визначуваних аналітів. Розраховано чутливість (S) атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю, яка визначається кутом нахилу лінійної частини градувального графіка:

$$S = \operatorname{tg} \alpha = \frac{dA}{dC} \quad (1)$$

Першу серію градувальних розчинів готували з розчинів стандартних зразків складу, виготовлених в Фізико-хімічному інституті ім. А.В. Богатського (м. Одеса), розчинів заліза та марганцю з вихідною концентрацією 0,1 г/л.

Другу серію градувальних розчинів готували з використанням ацетилацетонатів заліза та марганцю з добавками неіоногенної поверхнево-активної речовини з масовою концентрацією w=4; 5; 6% (відповідно).

Підвищення чутливості (ΔS) визначали за формулою

$$\Delta S = \frac{\operatorname{tg} \alpha_2}{\operatorname{tg} \alpha_1} \quad (2)$$

де $\operatorname{tg} \alpha_1$ – чутливість при використанні водних розчинів іонів металів; $\operatorname{tg} \alpha_2$ – чутливість при визначенні аналітів при додаванні Тритон X-100 та використанні ацетилацетонатів металів.

При додаванні Тритон X-100 зменшується густина, поверхневий натяг аналізованого розчину та збільшується дисперсність аерозолі, що призводить до повної атомізації.

Таким чином, ми підвищили чутливість визначення марганцю в 1,7 рази, а заліза в 1,5 рази. Найбільша чутливість аналітичного сигналу досягається при концентрації пар Тритон X-100 (w=4%).

Використовуючи ацетилацетонати металів, як стандартні зразки складу, наблизили хімічний склад градувальних розчинів до аналізованих зразків, що дало можливість підвищити прецизійність та точність вимірювань.

Результати та обговорення

Проведено вибір часу оброблення ультразвуком аналізованих розчинів зразків лікувально-сольових сумішей при атомно-абсорбційному визначенні аналізів (табл. 1 і 2). Як видно з цих таблиць, найбільший аналітичний сигнал досягається при обробленні аналізованих зразків ультразвуком протягом 20 хв.

Нами розроблено методику атомно-абсорбційного та атомно-емісійного з індуктивно-зв'язаною плазмою визначення заліза та марганцю в лікувально-сольових сумішах з використанням ультразвукового оброблення водних розчинів Тритон X-100 та нових стандартних зразків складу. Методика за метрологічними характеристиками має суттєві переваги над існуючими. Результати атомно-абсорбційного та атомно-емісійного з індуктивно-зв'язаною плазмою визначення аналітів у лікувально-сольових сумішах наведено в табл. 3 і 4.

Зіставлено результати визначення заліза та марганцю, отриманих двома незалежними методами. Проведено зіставлення результатів за критеріями Фішера та Стьюдента (табл. 5). Спочатку проводиться аналіз зразку обома методами n -разів, розраховується середнє значення та стандартне відхилення. Далі порівнюються дисперсії результатів аналізу, з використанням F-критерію (Фішера).

Якщо розраховане значення критерія Фішера менше теоретичного, то результати обох методів відображають істинне значення, та їх можливо тоді об'єднати до однієї вибірки. Однак для більшої достовірності після критерія Фішера йде перевірка за критерієм Стьюдента (табл. 5).

За критеріями Фішера та Стьюдента результати ААС та АЕС-ІЗП узгоджуються між собою, оскільки розраховане значення не перевищує табличне значення при ($f_1=4, f_2=4, P=0,95$). Показано, що дисперсії однорідні, а розкид не суттєвий та оправданий випадковим розкидом (табл. 6). Оцінено систематичну похибку атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю шляхом варіювання маси наважки зразків (табл. 6).

Отримані результати атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю шляхом варіювання маси наважки зразка показали, що систематична похибка незначна.

Також було перевірено правильність результатів атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю методом стандартних добавок (табл. 7 і 8). Стандартні добавки введено у вигляді ацетилацетонатів металів. Пробопідготовка проб з добавками проводилася за вищенаведеною методикою. Показано, що систематична похибка атомно-абсорбційного визначення незначна (табл. 7 і 8).

Було оцінено межі виявлення аналітів атомно-абсорбційним методом (табл. 9 і 10).

Оцінювання межі виявлення проводилися шляхом аналізу 20 холостих розчинів по 6 паралельних вимірювань для кожного елемента. Потім розраховували значення стандартного відхилення фону. Далі розраховували межі виявлення

Таблиця 1

Вибір часу оброблення ультразвуком для атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю для першої сольової суміші з використанням Тритон X-100, $w=4\%$ ($n=5, P=0,95$)

Час оброблення ультразвуком, хв	C(Mn), мг/кг	S_r	C(Fe), мг/кг	S_r
без ультразвуку та ПАР	3,79±0,05	0,01	45,4±1,1	0,02
15	4,17±0,10	0,02	50,6±0,6	0,01
20	5,06±0,06	0,01	53,8±1,3	0,02
25	5,06±0,06	0,01	53,6±1,3	0,02

Таблиця 2

Вибір часу оброблення ультразвуком для атомно-абсорбційного визначення заліза та марганцю для п'ятої сольової суміші з використанням Тритон X-100, $w=4\%$ ($n=5, P=0,95$)

Час оброблення ультразвуком, хв	C(Mn), мг/кг	S_r	C(Fe), мг/кг	S_r
без ультразвуку та ПАР	48,4±0,6	0,01	98,0±1,2	0,01
15	50,6±0,6	0,01	100,7±2,5	0,02
20	52,5±0,7	0,01	104,2±1,3	0,01
25	52,6±0,7	0,01	104,0±1,3	0,01

Таблиця 3

Результати визначення вмісту заліза та марганцю у шести сольових сумішах атомно-абсорбційним методом ($n=5$, $P=0,95$)

№ суміші	C(Mn), мг/кг	S_r	C(Fe), мг/кг	S_r
1	5,23±0,06	0,01	52,6±0,6	0,01
2	4,75±0,06	0,01	70,7±0,9	0,01
3	4,76±0,12	0,02	46,2±1,1	0,02
4	27,7±0,3	0,01	88,4±1,1	0,01
5	52,8±1,3	0,02	104,2±1,3	0,01
6	23,2±0,3	0,01	74,9±0,9	0,01

Таблиця 4

Результати визначення вмісту заліза та марганцю у шести сольових сумішах атомно-емісійним з індуктивно-зв'язаною плазмою методом ($n=5$, $P=0,95$)

№ суміші	C(Mn), мг/кг	S_r	C(Fe), мг/кг	S_r
1	5,12±0,13	0,02	52,3±1,3	0,02
2	4,68±0,11	0,02	71,1±1,8	0,02
3	4,85±0,06	0,01	46,3±0,6	0,01
4	28,0±0,7	0,02	88,1±2,2	0,02
5	52,7±0,7	0,01	104,6±1,3	0,01
6	23,4±0,6	0,02	74,6±1,8	0,02

Таблиця 5

Співставлення результатів визначення заліза та марганцю в лікувально-сольових сумішах методами ААС та АЕС-ІЗП за критеріями Фішера та Стьюдента ($f_1=4$, $f_2=4$, $P=0,95$)

№ суміші	Метал	F	$F_{табл}$	$t_{4,4}$	$t_{експ}$
1	марганець	3,83	6,39	1,43	1,86
	залізо	3,95		0,38	
2	марганець	3,88		0,99	
	залізо	2,33		0,38	
3	марганець	3,85		1,26	
	залізо	3,64		0,14	
4	марганець	4,09		0,72	
	залізо	3,97		0,23	
5	марганець	4,01		0,13	
	залізо	1,01		0,41	
6	марганець	4,07		0,57	
	залізо	3,97		0,27	

$C_{min}=3S_0/S$, де S – коефіцієнт чутливості, який дорівнює $t\alpha$ [11].

Межі виявлення заліза та марганцю становлять (мкг/мл) 0,011 та 0,003, відповідно (табл. 9 і 10).

Таблиця 6

Оцінювання систематичної похибки при атомно-абсорбційному визначенні заліза та марганцю шляхом варіювання маси наважки зразку ($n=5$, $P=0,95$)

№	Маса наважки солі	C(Fe), мг/кг	S_r	C(Mn), мг/кг	S_r
1	0,1	52,5±1,3	0,02	52,6±1,3	0,02
2	0,2	52,6±0,6	0,01	52,8±1,3	0,02
3	0,4	52,3±0,6	0,01	52,7±0,7	0,01

Таблиця 7

Перевірка правильності результатів атомно-абсорбційного визначення марганцю в сольових сумішах методом стандартних добавок ($n=5$, $P=0,95$)

№	Вміст Mn, мг/кг	Введено, мг/кг	Знайдено, мг/кг	S_r
1	5,23±0,06	5,00	10,18±0,13	0,01
2	4,75±0,06	4,00	8,66±0,11	0,01
3	4,76±0,12	4,00	8,70±0,21	0,02
4	27,7±0,3	27,0	54,4±0,7	0,01
5	52,8±1,3	52,0	104,6±1,3	0,01
6	23,2±0,3	23,0	46,1±1,1	0,02

Таблиця 8

Перевірка правильності результатів атомно-абсорбційного визначення заліза в сольових сумішах методом стандартних добавок ($n=5$, $P=0,95$)

№	Вміст Fe, мг/кг	Введено, мг/кг	Знайдено, мг/кг	S_r
1	52,6±0,6	52,0	104,5±1,3	0,01
2	70,7±0,9	70,0	140,6±3,5	0,02
3	46,2±1,1	46,0	92,0±2,3	0,02
4	88,4±1,1	88,0	176,2±2,2	0,01
5	104,2±1,3	104,0	207,9±2,6	0,01
6	74,9±0,9	74,0	148,7±1,8	0,01

Висновки

Розроблено методику атомно-абсорбційного та атомно-емісійного з індуктивно-зв'язаною плазмою визначення заліза та марганцю в лікувально-сольових сумішах з поліпшеними метрологічними характеристиками. Використовуючи Тритон X-100, підвищили чутливість визначення марганцю в 1,7 рази, а заліза в 1,5 рази та понизили межі виявлення аналітів. Ультразвуковим обробленням аналізованих зразків досягли повноти вилучення аналітів та гомогенності розчинів. Використовуючи ацетилацетонати металів, наблизили хімічний склад градуовальних розчинів до аналізованих зразків, що дало можливість підвищити прецизійність та точність вимірювань.

Таблиця 9

Оцінювання межі виявлення C_{\min} (мкг/мл) заліза при атомно-абсорбційному визначенні

A ₁	A ₂	A ₃	A ₄	A ₅	A ₆	A _{ср}	S ₀	C _{min} (МКГ/МЛ)
2	0	2	4	3	2	2,17	0,245	0,009
3	1	2	3	2	2	2,17		
2	1	3	2	1	2	1,83		
0	3	0	3	4	2	2,00		
3	1	3	1	2	3	2,17		
2	3	1	3	2	3	2,33		
3	2	1	3	2	1	2,00		
2	3	1	4	1	2	2,17		
2	3	0	1	3	4	2,17		
2	3	2	2	3	2	2,33		
2	4	3	1	2	1	2,17		
3	2	3	2	1	2	2,17		
2	3	2	1	2	3	2,17		
1	2	1	2	1	2	1,50		
3	2	3	2	3	2	2,50		
2	3	0	3	2	3	2,17		
2	3	1	2	3	1	2,00		
5	2	1	2	1	2	2,17		
3	2	1	4	2	1	2,17		
1	2	1	2	2	4	2,00		

 $C_{\min} \text{ (МКГ/МЛ)}_{\text{лг}} = 0,015$

Таблиця 10

Оцінювання межі виявлення C_{\min} (мкг/мл) марганцю при атомно-абсорбційному визначенні

A ₁	A ₂	A ₃	A ₄	A ₅	A ₆	A _{ср}	S ₀	C _{min} (МКГ/МЛ)
1	2	3	2	3	2	2,17	0,296	0,003
1	2	3	2	1	2	1,83		
2	1	3	1	2	3	2,00		
3	2	4	2	3	2	2,67		
2	1	3	2	3	1	2,00		
2	3	4	2	3	2	2,67		
1	3	2	3	2	1	2,00		
3	2	3	1	2	3	2,33		
2	1	2	3	2	3	2,17		
1	3	1	2	1	3	1,83		
2	3	1	3	1	3	2,17		
4	3	2	3	2	3	2,83		
3	2	3	1	2	3	2,33		
3	2	1	3	2	1	2,00		
2	2	4	3	1	2	2,33		
3	2	3	1	2	3	2,33		
2	3	2	1	2	1	1,83		
2	1	3	2	1	3	2,00		
3	2	3	2	1	3	2,33		
2	1	3	2	1	2	1,83		

 $C_{\min} \text{ (МКГ/МЛ)}_{\text{лг}} = 0,004$ **Подяка**

Автори висловлюють щире подяку МОН України за грант № 012U113886.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Юрченко О.І., Черножук Т.В., Пантелеймонов А.В. Аналітична хімія кухонної солі, розсолів та високомінералізованих вод: монографія. Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна, 2023. – 296 с.
2. *Determination of heavy metals in the different samples of table salt* / Rizwan M., Haider M., Hassan A.U., Ali S. // *J. Basic Appl. Sci.* – 2017. – Vol.13. – P.198-202.
3. Verma L., Sharma B. Determination of selected heavy metals and metalloids in different edible salts // *Int. J. Innovative Res. Technol.* – 2023. – Vol.10. – No. 3. – P.567-570.
4. *Elemental analysis of sea, rock, and bamboo salts by inductively coupled plasma optical emission and mass spectrometry* / Hwang I.M., Yang J.S., Kim S.H., Jamila N., Khan N., Kim K.S., Seo H.Y. // *Anal. Lett.* – 2016. – Vol.49. – No. 17.

– P.2807-2821.

5. *Investigations of metallic elements and phenolics in Chinese medicinal plants* / Konieczynski P., Zarkov A., Viapiana A., Kaszuba M., Bielski L., Wesolowski M. // *Open Chem.* – 2020. – Vol.18. – P.1381-1390.

6. *Evaluation of heavy metals (Cd, Cr, Hg, Ni, As, and Pb) concentration in salt samples of Lake Urmia, Iran* / Baygan A., Mogaddam M.R.A., Lotfipour F., Nemati M. // *Int. J. Environ. Anal. Chem.* – 2020. – Vol.102. – No. 7. – P.1672-1682.

7. *Heavy metal constituent of medicinal plants: a case study of Moringa oleifera Lam. from selected areas in Accra, Ghana* / Lartey M., Frimpong-Manso S., Banahene P.O., Addo-Lartey A., Okine N.N., Boamah D., et al. // *Health Sci. Invest. J.* – 2021. – Vol.2. – No. 1. – P.181-188.

8. *Comparative study of heavy metals analysis in mongolian medicines based on high sensitivity X-ray fluorescence spectroscopy and ICP-MS* / Gao L., Di D., Liu X., Teng F. // *Spectroscopy.* – 2022. – Vol.37. – P.20-27.

9. Zachariadis G.A., Lyratzi A.I., Stratis J.A. Ion chromatographic method for the determination of cations of

group IA and IIA in water samples, pharmaceuticals, and energy drinks by non-suppressed conductometric detection // *Cent. Europ. J. Chem.* – 2011. – Vol.9. – No. 5. – P.941-947.

10. *Monitoring of heavy metals and pesticide residues of herbal decoctions in traditional Korean medicine clinics in Korea* / Jeong H.I., Han J.E., Shin B.C., Jang S.B., Won J.H., Kim K.H., Sung S.H. // *Int. J. Environ. Res. Public Health.* – 2022. – Vol.19. – No. 14. – Art. No. 8523.

11. *Atomic absorption determination of chromium in kitchen salt using macrocomponent extraction* / Yurchenko O., Chernozhuk T., Baklanov A., Kravchenko O. // *Theor. Appl. Sci.* – 2021. – Vol.103. – P.971-975.

12. *Improving the safety of the salt content determination various forms of chrom* / Pyshkova E.P., Dmitriev P.A., Baklanov A.N., Baklanova L.V. // *Theor. Appl. Sci.* – 2018. – Vol.62. – P.31-37.

13. *Lehtimäki E., Vaisanen A. Determination of metal concentrations in certified plastic reference materials after small-size autoclave and microwave-assisted digestion followed with inductively coupled plasma optical emission spectrometry* // *Spectrochim. Acta Part B. At. Spectrosc.* – 2017. – Vol.127. – P.64-69.

14. *Pinheiro F.C., Barros A.I., Nobrega J.A. Microwave-assisted sample preparation of medicines for determination of elemental impurities in compliance with United States pharmacopeia: how simple can it be?* // *Anal. Chim. Acta.* – 2019. – Vol.1065. – P.1-11.

Надійшла до редакції 24.07.2024

ATOMIC ABSORPTION AND INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION DETERMINATION OF IRON AND MANGANESE IN MEDICINAL SALT MIXTURES

O.I. Yurchenko ^{a,*}, T.V. Chernozhuk ^a, M.V. Nikolenko ^b, O.M. Baklanov ^a, O.A. Kravchenko ^a

^a V.N. Karazin Kharkiv National University, Kharkiv, Ukraine

^b Ukrainian State University of Science and Technologies, Dnipro, Ukraine

* e-mail: yurchenko@karazin.ua

Complete extraction of analytes from samples and the homogeneity of analyzed solutions were achieved using ultrasonic treatment (20 minutes). The sensitivity, precision, and accuracy of atomic absorption determination of analytes were improved by using Triton X-100 (4%) and calibration solutions based on iron and manganese acetylacetonates. It was demonstrated that sensitivity increased by 1.7 times for manganese and 1.5 times for iron. The iron and manganese content in medicinal salt mixtures was determined using both atomic absorption and inductively coupled plasma atomic emission methods. The results obtained by these two independent methods were compared, showing that the dispersions are homogeneous and the variation in results is minor, attributed to random error. The accuracy of the atomic absorption results was verified using the standard addition method and by varying the sample weight, confirming that systematic error is negligible. The detection limits established by the atomic absorption method were $C_{\min} = 0.009 \mu\text{g/mL}$ for iron ($C_{\min, \text{it}} = 0.015 \mu\text{g/mL}$) and $C_{\min} = 0.003 \mu\text{g/mL}$ for manganese ($C_{\min, \text{it}} = 0.004 \mu\text{g/mL}$).

Keywords: salt mixtures; iron; manganese; sample preparation; Triton X-100; ultrasonic treatment; atomic absorption spectrometry.

REFERENCES

1. Yurchenko OI, Chernozhuk TV, Panteleimonov AV. *Analytical chemistry of table salt, brines and highly mineralized waters*. Kharkiv: Kharkiv V.N. Karazin National University; 2023. 296 p. (in Ukrainian).
2. Rizwan M, Haider M, Hassan AU, Ali S. Determination of heavy metals in the different samples of table salt. *J Basic Appl Sci.* 2017; 13: 198-202. doi: 10.6000/1927-5129.2017.13.34.
3. Verma L, Sharma B. Determination of selected heavy metals and metalloids in different edible salts. *Int J Innovative Res Technol.* 2023; 10(3): 567-570.
4. Hwang IM, Yang JS, Kim SH, Jamila N, Khan N, Kim KS, et al. Elemental analysis of sea, rock, and bamboo salts by inductively coupled plasma-optical emission and mass spectrometry. *Anal. Lett.* 2016; 49(17): 2807-2821. doi: 10.1080/00032719.2016.1158831.
5. Konieczynski P, Zarkov A, Viapiana A, Kaszuba M, Bielski L, Wesolowski M. Investigations of metallic elements and phenolics in Chinese medicinal plants. *Open Chem.* 2020; 18: 1381-1390. doi: 10.1515/chem-2020-0130.
6. Baygan A, Mogaddam MRA, Lotfipour F, Nemati M. Evaluation of heavy metals (Cd, Cr, Hg, Ni, As, and Pb) concentration in salt samples of Lake Urmia, Iran. *Int J Environ Anal Chem.* 2020; 102(7): 1672-1682. doi: 10.1080/03067319.2020.1742890.

7. Lartey M, Frimpong-Manso S, Banahene PO, Addo-Lartey A, Okine NN, Boamah D, et al. Heavy metal constituent of medicinal plants: a case study of *Moringa oleifera* Lam. from selected areas in Accra, Ghana. *Health Sci Invest J*. 2021, 2(1): 181-188. doi: 10.46829/hsijournal.2021.6.2.1.181-188.

8. Gao L, Di D, Liu X, Teng F. Comparative study of heavy metals analysis in Mongolian medicines based on high sensitivity X-ray fluorescence spectroscopy and ICP-MS. *Spectroscopy*. 2022; 37: 20-27. doi: 10.56530/spectroscopy.kh5878f1.

9. Zachariadis GA, Lyratzi AI, Stratis JA. Ion chromatographic method for the determination of cations of group IA and IIA in water samples, pharmaceuticals and energy drinks by non-suppressed conductometric detection. *Cent Eur J Chem*. 2011; 9: 941-947. doi: 10.2478/s11532-011-0077-8.

10. Jeong HI, Han JE, Shin BC, Jang SB, Won JH, Kim KH, et al. Monitoring of heavy metals and pesticide residues of herbal decoctions in traditional Korean medicine clinics in Korea. *Int J Environ Res Public Health*. 2022; 19(14): 8523. doi: 10.3390/ijerph19148523.

11. Yurchenko O, Chernozhuk T, Baklanov A, Kravchenko O. Atomic absorption determination of chromium in kitchen salt using macrocomponent extraction. *Theor Appl Sci*. 2021; 103: 971-975.

12. Pyshkova EP, Dmitriev PA, Baklanov AN, Baklanova LV. Improving the safety of the salt content determination various forms of chrom. *Theor Appl Sci*. 2018; 62: 31-37. doi: 10.15863/tas.2018.06.62.7.

13. Lehtimäki E, Vaisanen A. Determination of metal concentrations in certified plastic reference materials after small-size autoclave and microwave-assisted digestion followed with inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *Spectrochim Acta Part B At Spectrosc*. 2017; 127: 64-69. doi: 10.1016/j.sab.2016.11.011.

14. Pinheiro FC, Barros AI, Nobrega JA. Microwave-assisted sample preparation of medicines for determination of elemental impurities in compliance with United States pharmacopeia: how simple can it be? *Anal Chim Acta*. 2019; 1065: 1-11. doi: 10.1016/j.aca.2019.03.016.