

UDK 633.1 : 546] : 543.42

**ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НЕКОИ МАКРО И МИКРОЕЛЕМЕНТИ ВО ЖИТА СО АТОМСКА АПСОРПЦИОНА СПЕКТРОМЕТРИЈА**

Весна Ризова, Т. Стафилов, Ј. Сиваков\*

**КРАТОК ИЗВАДОК**

Во трудов е прикажана постапка за определување на Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn во различни жита (пченица, пченка, рж, јачмен) со примена на атомска апсорпциона спектрометрија. Претходната обработка на пробите е вршена на два начина: со суво разорување на органскиот материјал и мокро разорување со примена на смеса од HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и HClO<sub>4</sub>. При споредба на добиените резултати од двата начина на приготвување на пробите не е добиена статистички значајна разлика. Вршено е испитување на влијанието на присутниот матрикс во пробите врз апсорбанцата на испитуваните елементи. Проверка на методата е извршена со методата на стандардни адиции. Границите на детекција со примена на методата со суво разорување се движат од 0,7 μg · g<sup>-1</sup> за Mn до 6 μg · g<sup>-1</sup> за Ca.

**DETERMINATION OF SOME MACRO AND MICRO ELEMENTS IN CEREALS BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY**

Vesna Rizova, T. Stafilov, L. Sivakov

**SUMMARY**

A method for determination of Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn and Mn in different type of cereals (wheat, worn, barley, rye) by atomic absorption spectrometry are presented. Two ways of samples preparation were applied: dry, with drying on temperature of 550 °C and wet by dissolution with acid mixture of HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and HClO<sub>4</sub>. Limits of detection are: 1 μg · g<sup>-1</sup> for Mg and Zn, to 5 μg · g<sup>-1</sup> for Ca. The results from the determination of investigated elements in the samples of different cereals from the Skopje region, are given.

---

\* Весна Ризова, дипл. фарм., Републички завод за здравствена заштита, 91000 Скопје, д-р Трајче Стафилов, доцент, Институт за хемија, Природноматематички факултет, п. фах 162, 91 000 Скопје, Македонија, д-р Лазар Сиваков, вонр. проф., Земјоделски факултет, 91 000 Скопје

Vesna Rizova, Bs farm., Republic Institute for Protective Medicine, 91 000 Skopje, dr Trajče Stafilov, Ass. Prof., Institute of Chemistry, Natural matematie Faculty, 91 000 Skopje, dr Lazar Sivakov, Assoc. Prof., Faculty of Agriculture, 91 000 Skopje.

## ВОВЕД

Во организмот на човекот елементите се застапени со повисоки концентрации (макроелементи) како што се: Ca, Mg, Na, K или со ниски концентрации (микроелементи): Fe, Cu, Mn, Zn и други. Извор на овие елементи се животните продукти во кои голем удел имаат и житата. Оттаму произлегува и важноста од следење на застапеноста на овие елементи во житата со сигурни и прецизни методи. Најчесто, за определување на застапеноста на овие елементи во храната се користат техниките на пламената атомска апсорпциона спектрометрија - AAC (Ruik и Schmidt, 1979; Grobenski и Schultze, 1980; Evans и соp., 1980; Fagioli и соp., 1983; Puchyr и Shapiro, 1986), електротермичката AAC (Jonsson, 1976; Rabe, 1983; Schindler, 1983), пламената фотометрија (Rutkowska и Jeske 1978), емисионата спектрометрија со индуцирана спрегната плазма (ICP) (Jackson и Porter, 1978) и други.

Претходното издвојување на елементите од органските соединенија во храната се врши, главно, со суво разорување на органскиот дел на високи температури (Rowan и Zajicek, 1982; Popova и Bezur, 1974; Tsutsumi и соp., 1976b; Feingerg и Ducauze, 1980) или со мокро разорување со киселини (Evans и соp., 1980; Fagioli и соp., 1983; Puchyr и Shapiro, 1986) или со комбинација на двете постапки (Ruik и Schmidt, 1979). Определувањето на елементите по разорување на пробите се врши или со директно внесување на растворот од растворениот остаток (Grobenski и Schultze, 1980; Ruik и Schmidt, 1979; Evans и соp., 1980; Fagioli и соp., 1983; Puchyr и Shapiro, 1986) или по претходно нивно издвојување преку екстракција (Popova и Bezur, 1974; Tsutsumi и соp., 1976a; Feinberg и Ducauze, 1980).

Во овој труде прикажана постапка за определување на Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn во жита со пламена AAC. Претходната обработка на пробите е вршена со суво разорување со загревање или со мокро разорување со смеска од  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и  $\text{HClO}_4$ . Проверка на постапката е извршена со методата на стандардни адиции. Со примена на оваа постапка е извршено определување на испитуваните елементи во поголем број различни жита земени од околината на Скопје.

## МАТЕРИЈАЛ И МЕТОД НА РАБОТА

Испитувани се пченица, пченка, 'рж и јачмен кои потекнуваат од реонот на Скопје. Разорувањето на материјалот е вршено по сува и мокра постапка.

При сувата постапка, за определување на Fe, Cu и Mn се земаат 5 g сомлено жито во порцеланско лонче. Разорувањето се врши во муфолна печка со постепено зголемување на температурата (2°C во минута) и задржување на одредена температура извесно време и тоа: 30 минути на 100 °C; 1 час на температура од 250 °C и 6 часа на температура од 550 °C. Добиениот сивобел остаток по ладењето до собна температура се раствора со 50 cm<sup>3</sup> 4% HNO<sub>3</sub>. Од овој раствор директно се врши определување на Fe и Cu, додека за определувањето на Mn се врши разблажување на растворот за 2 пати.

За определување на Ca, Mg, Na, K и Zn се зема 1 g сомлено жито. Разорувањето се врши на ист начин како во претходниот случај, со таа разлика што загревањето на 550 °C трае 3 часа. Остатокот се раствора во 50 cm<sup>3</sup> 4% HNO<sub>3</sub>. Од овој раствор директно се врши определување на Ca, Na и K, додека за определување на Zn се врши 40-кратно а за определување на Mg 100-кратно разблажување.

При мократа постапка, за определување на Fe, Cu и Mn се земаат 5 g сомлено жито, додека при определувањето на другите елементи се зема 1 g проба. Се додава смеса за разорување која се состои од 70 cm<sup>3</sup> концентрирана HNO<sub>3</sub>, 30 cm<sup>3</sup> концентриран H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 1 cm<sup>3</sup> концентриран HClO<sub>4</sub>. Растворот се остава да стои 24 (12) а потоа се остава 5 (2-3) часа на песочна бања. Разорувањето се довршува со додавање мали порции (околу 2 cm<sup>3</sup>) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) сè додека не се добие сивобел остаток. Минералниот остаток се раствора со 50 cm<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> (4%) и од добиениот раствор се врши директно определување на испитуваните елементи со атомски апсорпционен спектофотометар Perkin-Elmer M-372. Како извор на светлина се користени ламби со шуплива катода за Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn. Определувањето е вршено со оксидационен пламен добиен од смеска од ацетилен и воздух.

Инструменталните услови на определувањето се дадени во Табелата 1.

Таб. 1. - Инструментални параметри за определување на испитуваните елементи со ААС

Table 1. - Instrumental parameters for the determination of the investigate elements by AAS

Елемент Element	Бранова должина Wavelength (nm)	Слит Slit (mm)	Струја на ламбата Lamp current (mA)	Калибрационен мод Calibration mode
Ca	422,7	0,4	15	Апсорбанца/Absorbance
Mg	285,2	0,8	6	"
Na	589,6	0,4	8	"
K	766,5	0,5	12	"
Fe	248,3	0,2	30	"
Cu	324,8	0,1	15	"
Zn	213,9	0,3	15	"
Mn	279,5	0,2	20	"

Сите употребени реагенси се со аналитички степен на чистота. За приготвување на основните раствори на испитуваните елементи, со концентрација од  $1 \text{ g} \cdot \text{dm}^{-3}$ , користени се комерцијални концентрирани раствори на  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{CuCl}_2$ ,  $\text{ZnCl}_2$  и  $\text{MnCl}_2$  (Merck, Darmstadt). Работните раствори се приготвени со разблажување на овие раствори со редестилирана вода.

## РЕЗУЛТАТ И ДИСКУСИЈА

И покрај големиот број постапки за определување на испитуваните елементи (Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn) во различни видови храна со ААС, во мал број од нив се дадени податоци за можните влијанија на присутниот матрикс во пробите врз апсорбанцата на овие елементи. Така, Tsutsumi и сор., (1976) покажуваат дека при определувањето на Cu во проби од храна, не доаѓа до влијание на апсорбанцата до колку во пробите се приступи до 200 mg Ca, 100 mg Mg, односно, 10 mg Fe, Mn и Zn. Rowan и Zajicek (1974) укажуваат дека присуството на K со концентрација од 100 до 10000  $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  не доведува до влијание при определување на Na. Поради поцелосно испитување на можните влијанија при определувањето на испитуваните елементи, подготвени се серии од раствори во кои концентрацијата на еден од испитуваните елементи е константна, а концентрацијата на другите потенцијални интерферентни елементи се менува, при што односот на нивните концентрации се движи од 1:0 до 1:2000. Овој однос е приближно еднаков на односот на концентрациите на овие елементи во растворите добиени по разорувањето на испитуваните жита. Резултатите од овие испитувања покажаа дека не постојат значителни влијанија, односно нема битна промена на апсорбанцата на испитуваните елементи.

Една од поважните фази во методата за определувањето елементи во храната претставува разорувањето на пробите и нивно преведување во раствор. Во литературата се опишани различни начини на приготвувањето на пробите од храна, кои, најчесто ги користат техниките на „суво“ и „мокро“ разорување. Предностите на постапката на суво разорување на пробите е во тоа што таа е поедноставна, се избегнува контаминацијата на пробата, можно е да се земе поголема маса од пробата, но од друга страна трае подолго и е потребно загревање на материјалот. Во литературата, обично, загревањето на пробите при сувото разорување се врши до 480 °C (Zook и сор. 1970). Меѓутоа, при еднократните загревања е можно да дојде до губење на некои од испитуваните елементи, преку прекање на материјалот или преку нивно испарување. За таа цел, во оваа работа е применето програмирано загревање на пробите од смленото жито кое е опишано во експерименталниот дел.

Обично, при определувањата на испитуваните елементи во храна, почесто се користи постапката на мокро разорување на пробите. Се користат различни смески од киселини. Така, Benzo и Schorin (1986) применуваат

смеска од  $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Garsia и сор. (1974)  $\text{HNO}_3$  и  $\text{HClO}_4$ . Во оваа работа е применет и овој начин на разорување на пробите за споредба на резултатите со постапката на суво разорување. Притоа е применета смеска од  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и  $\text{HClO}_4$  Меѓутоа, за разлика од други автори (Higgins и Pickering, 1971, 1974), во нашиот случај, пред додавањето на смеската од киселини, извршена е хомогенизација на пробата во ултразвучна бања, во траење од 2-3 часа или со стоене на материјалот со смеската 12-24 часа пред загревањето. Со ова се избегнуваат можните загуби поради бурната реакција на органскиот дел со киселините. Со додавање на  $\text{H}_2\text{O}_2$  се врши комплетно разорување на пробата. На овој начин се овозможува комплетно растворување на сите испитувани елементи и нивно определување од истиот раствор.

Заради споредување на двете постапки на разорување, по 10 проби од исто жито се разорувани на двата начина и е извршено определување на сите елементи. По определување на нивната концентрација е извршено тестирање на добиените резултати со Студентов Т тест. Овие резултати се прикажани во Табелата 2.

Таб. 2. - Резултати од определувањето на Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn во примерок третиран по суво и мокро разорување

Table 2. - Results from the determination of Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn and Mn in the sample treated by dry and wet destruction

Елемент Element	Сувор разорување Dry destruction		Мокро разорување Wet destruction		Т-вредност T-value
	x*	SD**	x*	SD**	
Ca	149,0	0,204	149,8	0,333	0,728
Mg	133,9	0,181	134,2	0,145	-0,136
Na	52,5	0,171	52,7	0,189	-0,372
K	1188,0	0,263	1190,0	0,274	-0,916
Fe	9,5	0,023	9,5	0,027	0,000
Cu	2,48	0,016	2,55	0,017	0,676
Zn	5,1	0,153	5,2	0,098	0,348
Mn	5,7	0,118	5,8	0,104	-0,301

\* средна вредност од 10 мерења изразена во  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ;

\* main value from 10 measurements in  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ;

\*\* стандардна девијација од 10 мерења во  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ;

\*\* standard deviation from 10 measurements in  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ;

Поради тоа што сите пресметани вредности за Т се помали од Т таблично, кое за 18 степени на слобода, а при веројатност од 95%, изнесува 1,734, може да се заклучи дека и двете техники на разорување обезбедуваат блиска точност.

Проверка на методата, и со двата начина на разорување на пробите, извршена е со методата на стандардни додатоци. За таа цел, точно познати количества од испитуваните елементи се додавани од нивните основни раствори во проби од брашно во кои претходно е извршено определувањето на елементот. Резултатите од овие определувања за сите елементи се дадени во табелите 3 и 4. Пробите кои во табелите се означени со броевите 1 се однесуваат на сувото разорување а оние со број 2 на мокрото разорување.

Таб. 3. - Резултати од определувањето на Ca, Mg, Na и K со методата на стандардни додатоци

Table 3. - Results from the determination of Ca Mg, Na and K by method of standard additions

Пр. бр. Sample No.	$\frac{W_M(\text{доп.})}{M(\text{added})} / \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	$\frac{W_M(\text{пресме.})}{M(\text{calc.})}$	$\frac{W_M(\text{најд.})}{M(\text{found})} / \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	PCD (%) R% RSD (%)	
1	2	3	4	5	
<b>Ca</b>					
1	-	-	50,0	-	-
1-1	50	100	94,1	3,96	94,1
1-2	100	150	140,0	3,52	93,3
1-3	150	200	192,8	4,24	96,4
1-4	200	250	241,2	2,80	96,4
2	-	-	48,0	-	-
2-1	50	98	98,0	7,34	100,0
2-2	100	148	147,2	8,20	99,5
2-3	150	198	196,8	5,34	99,4
2-4	200	248	245	3,90	98,8
<b>Mg</b>					
1	-	-	940	-	-
2-1	500	1440	1426	12,35	99,0
3-2	1000	1940	1920	8,20	98,9
4-3	1500	2440	2436	8,45	99,8
5-4	2000	2940	2924	5,30	99,5
2	-	-	845	-	-
2-1	500	1345	1335	16,03	99,3
3-2	1000	1845	1823	14,24	98,8
4-3	1500	2345	2318	12,23	98,8
5-4	2000	2845	2825	6,45	99,3

1	2	3	4	5	
<b>Na</b>					
1	-	-	23	-	-
2-1	25	48	47,3	6,39	98,5
3-2	50	73	72	5,48	98,6
4-3	75	98	97	7,12	99,0
5-4	100	123	124	4,32	100,8
<b>2</b>					
2-1	25	57	56,5	6,21	99,1
3-2	50	82	81	6,45	98,8
4-3	75	107	106,5	4,95	99,5
5-4	100	132	132,5	4,14	100,4
<b>K</b>					
1	-	-	1540	-	-
2-1	2000	3540	3480	8,12	98,3
3-2	4000	5540	5480	6,50	98,9
4-3	6000	7540	7432	10,12	98,6
<b>1</b>					
2-1	2000	3432	3379	12,34	98,7
3-2	4000	5432	5379	12,50	99,2
4-3	6000	7432	7387	10,48	99,5

Таб. 4. - Резултати од определувањето на Fe, Cu, Zn и Mn со методата на стандардни додатоци

Table 4. - Results from the determination of Fe, Cu, Zn and Mn by method of standard additions

1	2	3	4	5	
<b>Fe</b>					
1	-	-	25	-	-
2-1	20	45	44	2,53	97,8
3-2	30	55	53	3,14	96,4
4-3	40	65	64,5	3,45	99,2
5-4	50	75	74	2,17	98,7
<b>2</b>					
2-1	20	38	18	3,09	-
3-2	30	48	36,5	4,12	96,0
4-3	40	58	47,5	5,24	99,0
5-4	50	68	57	3,12	98,3

1	2	3	4	5	
<b>Cu</b>					
1	-	-	4,5	-	-
2-1	5	9,5	9,4	5,64	98,9
3-2	10	14,5	14,2	4,18	97,9
4-3	20	24,5	24,4	5,44	99,6
5-4	40	44,5	46	2,11	103,4
<b>2</b>					
2-1	5	10	9,9	6,45	99,0
3-2	10	15	14,7	7,23	98,0
4-3	20	25	24,9	5,19	99,2
5-4	40	45	44,8	2,98	99,6
<b>Zn</b>					
1	-	-	25	-	-
2-1	10	35	34,8	12,04	99,4
3-2	20	45	44,7	11,95	99,3
4-3	25	50	49,8	10,20	99,6
5-4	50	75	75	7,45	100,0
<b>2</b>					
2-1	10	37	36,8	15,42	99,5
3-2	20	47	46,5	15,24	98,9
4-3	25	52	50	10,48	96,1
5-4	50	77	77,4	6,52	100,5
<b>Mn</b>					
1	-	-	24,8	-	-
2-1	20	44,8	44,5	4,15	99,3
3-2	40	64,8	64,3	3,75	99,2
4-3	60	84,8	84,5	5,12	99,6
5-4	80	104,8	104,6	2,95	99,8
<b>2</b>					
2-1	20	43	42,8	3,42	99,5
3-2	40	63	61,8	4,43	98,1
4-3	60	83	81,5	5,75	98,2
5-4	80	103	103,5	2,45	100,5

Како што може да се види од резултатите, дадени во табелите 3 и 4, добиените вредности за аналитичкиот принос (R%) се движат во границите кои се задоволителни за примената и на двете постапки. Тие се движат до границите од 93,3 до 103,4% што е и во согласност со податоците за вредноста на аналитичкиот принос добиен од страна на други автори при определувањето на различни елементи во житата со AAC, како што е тоа случај со Mn од страна на Zook и соp., (1974) (102%) или од Garsia и соp., (1974) (100%); за Mg од O'Dell и соp., (1972) (103%).

Прецизноста, изразена преку вредноста на релативната стандардна девијација кај сувата постанка на разорување се движи од 2,11 до 12,35%, додека кај мократа од 2,45 до 16,03%. Како што се гледа од добиените вредности, прецизноста е подобра кога се применува сувата постанка.

Со цел да се определи границата на детекција на методата за определување на испитуваните елементи во жита со примена на ААС, извршено е определување на стандардната девијација во стандардни проби, третираани и на двата начина на разорување, во кои концентрацијата на испитуваните елементи е најниската која може да се детектира со пламената ААС. Притоа, за граница на детекцијата за определувањето на секој од испитуваните елементи е земена тројната вредност од добиената стандардна девијација. Добиените вредности за границата на детекција се далени во табелата 5.

Како што може да се види од резултатите од табелата 5, долната граница варира од  $0,7 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Mn до  $6 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Ca при сувото розорување, и од  $0,9 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Zn и Mn до  $11 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Ca при мокрото разорување на пробата. Од резултатите се гледа дека, главно, границата на детекција е пониска кога се работи по сувата постанка на разорување. Ова се должи на тоа што при овој начин на приготвување на пробите се додаваат помалку хемикалии, манипулацијата при работата е поедноставна, со што грешката и можните варијации во резултатите се помали.

Таб. 5. - Вредности на границата на детекција на определување на Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn При суво и мокро разорување

Table 5. - Values of limit of detection for the determination of Ca, Mg, Na, Fe, Cu, Zn and Mn by dry and wet destruction

Елемент Element	Граница на детекција/Limit of detection ( $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )	
	Суво/Dry	Мокро/Wet
Ca	6,0	11,0
Mg	1,5	2,0
Na	5,5	9,0
K	5,0	4,5
Fe	2,0	2,5
Cu	1,0	1,2
Zn	0,8	0,9
Mn	0,7	0,9

Калибрационите дијаграми за секој од испитуваните елементи се конструирани со определување на апсорбанцата на серија од проби со растечка концентрација од соодветниот елемент (од 0 до  $5 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  за Fe; од 0 до  $4 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  за Ca, K, Cu и Mn; од 0 до  $2 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  за Na; од 0 до  $1 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  за Zn; од 0 до  $0,4 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$  за Mg), третираани по предложената постанка.

Со примена на оваа метода, извршено е определување на Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn и Mn во 15 примероци од пченица, 10 примероци од пченка, 5 примероци од јачмен и 1 примерок од 'рж. Сите тие проби се земени од околината на Скопје. Резултатите од овие определувања се дадени во табелите 6 и 7 и тие се во согласност со вредностите за овие елементи дадени во соодветни табели за застапеноста на овие елементи во различни жита (Fricke и сор., 1979, Kaić-Rak и Antonić, 1990).

Таб. 6. - Резултати од определувањето на Ca, Mg, Na и K во различни жита од околината на Скопје (во  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )

Table 6. - Results from the determination of Ca, Mg, Na, K, Fe, Cu, Zn and Mn from the cereals samples from the Skopje region (in  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )

Žita Cereal	Ca	Mg	Na	K
Пченка/corn	150-200	1200-1480	32-55	2900-3100
Јачмен/barley	132-165	1440-1500	98-115	4800-5150
Пченично брашно/ wheat flour	125-167	145-167	28-40	1280-1390
'Ржено брашно/ rye flour	91	750	133	4650

Таб. 7. - Резултати од определувањето на Fe, Cu, Zn и Mn (во  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ) во различни жита од околината на Скопје

Table 7. - Results from the determination of Fe, Cu, Zn and Mn (in  $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ) in different cereals from the Skopje region

Жита - Cereal	Fe	Cu	Zn	Mn
Пченица/wheat	28-35	4-6	33-36	32-37
Пченка/corn	14-16	2,5-4	16-19	18-20
Јачмен/barley	17-20	2,8-4,5	18-22	13-17
Пченично брашно/ wheat flour	8-12	3,0-4,5	3-5	4-6
'Ржено брашно/ rye flour	9	3	15	9

## ЗАКЛУЧОК

Врз основа на испитувањата на минералниот состав во житата (пченица, пченка, јачмен и 'рж) може да се заклучи следново:

Пе е констатирана значајна разлика во содржината на елементите во житата во однос на сувата и мократа постапка на разорување на материјалот.

При додавање основни раствори во пробите од жита, приготвени со суво и мокро разорување, добиените вредности за аналитичкиот принос (R%) се движат од 93,3 до 103,4%.

Прецизноста изразена преку вредноста на релативната стандардна девијација (RSD%) се движи од 2,11 до 12,35% кај сувата постапка на разорување, а кај мократа постапка од 2,45 до 16,03%. Прецизноста е подобра кога се применува сувата постапка на разорување.

Границата на детекција за определување на испитуваните елементи во житата е пониска при сувата постапка на разорување и се движи од  $0,7 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Mn до  $6 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  за Ca.

Содржината на одделните елементи во различните жита кои потекнуваат од регионот на Скопје е различна. Најмногу е застапен K (од  $1280 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  во пченицата до  $5150 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  во јачменот), а најмалку Cu (од  $2,5 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  кај пченката до  $6 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$  кај пченицата).

## ЛИТЕРАТУРА

1. Benzo, Z., Schorin, H., 1986. Simultaneous quantitative determination of Mn, Fe, Cu and Zn by AAS in tropical cereals, fruit and legume materials, *J. Food Sci.*, 51 : 222-4..
2. Garsia, W. J., Blessin, C. W., Inglett, G. E., 1974. Heavy metals in whole kernel dent corn determined by atomic absorption, *Cereal. Chem.*, 51 788.
3. Grobanski, Z., Schultze, H., 1980. Modern atomic absorption techniques for trace metal determination in foods, *GIT Fachz. Lab.*, 24:12.
4. Evans, W. H., Dellar, D., Lucas, B., 1980. Observation on the determination of total Cu, Fe, Mn and Zn in foodstuffs by flame ASS, *Analyst*, 105:529-43.
5. Zook, E. G., Greene, F. E., Morris, E., 1970. Nutrient composition of selected wheats and wheat product. Distribution of manganese, copper, nickel, zinc, magnesium, lead, tin, cadmium, chromium and selenium as determined by atomic absorption spectroscopy and colorimetry, *Cereal. Chem.* 47, 720.
6. Jackson, C. J., Porter, D. G., Dennis, A. L., Stockwell, P. B., 1978. Automated digestion and extraction apparatus for use in the determination of trace metals in foodstuffs, *Analyst*, 103 : 317-31
7. Jonsson, H., 1976. Determination of copper, iron and manganese in milk with flameless AAS and a survey of the contents of these metals in Swedish market milk, *Milchwissenschaft*, 31:210. Ca, 85, 45008 e.
8. Kaić-Rak, A., Antonić, K., 1990. Tablice o sastavu namirnica i pića, *Zavod za zaštitu zdravlja*, 37.

9. O'Dell, B. L., de Boland, H. R., Koirtjohann, S. R., 1972. Distribution of phytate and nutritionally important elements among the morphological components of cereal grains, *J. Agr. Food Chem.* 20:718.
10. Popova, S. A., Bezur, L., Pungor, E., 1974. Determination of Cobalt and Copper in animal feeds by extraction and atomic absorption spectrometry, *Z. Anal. Chem.*, 271 : 269-72.
11. Puchyr, R. F., Shapiro, R., 1986. Determination of trace elements in food by HCl-nitric acid leaching flame AAS, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 69:868-70.
12. Rabe, E., 1983. Sodium and potassium content in german bread varieties, *Z. Lebensm. - Unters. Forsch.*, 176:270-4.
13. Rogers, G. R., 1968. Collaborative study of atomic absorption spectrophotometric method for determining zinc in foods, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 51:1042.
14. Rowan, C. A., Zajicek, O. T., Calabrese, E. J. 1982. Dry ashing vegetables for determination of K and Na by AAS, *Anal. Chem.*, 54: 149-51.
15. Ruik, G., Schmidt, M., 1979. Determination of Ca and Fe in food by AAS, *Lebensmittelindustrie*, 26:491-3.
16. Rutkowska, V., Trzebwska-Jeske, J. (1978). Study of a method for determination of total cadmium, lead and nickel in foodstuffs using measurement by flame AAS, *Rozv. Panstw. Znakl. Hig.*, 29:33-42.
17. Schindler, E., 1983. Compound procedure to determination of lead, cadmium and copper in cereals and flours, *Dtsch. Lebensm. - Rundsch.*, 79 (1:334-7).
18. Tsutsumi, C., Koizumi, H., Yashikawa, S., 1976 a. Atomic absorption spectrophotometric determination of lead, cadmium and copper in foods by simultaneous extraction of the iodides with methyl isobutyl ketone, *Bunseki Kagaku*, 25:150-4; *Chem. Abstr.*, 85:19144b (1976).
19. Tsutsumi C., Koizumi, H., Yashikawa, S., 1976 b. Dry ashing method of various food for solvent extraction-atomic absorption spectrophotometry, *Bunseki Kagaku*, 35:156-60; *Chem. Abstr.*, 85, 19145 c (1976).
20. Fagioli, F., Landi, S., Locatelli, C. 1983. Evaluation of new method for determination of elements in vegetable foods and feeds by AAS with sampling of carbonaceous slurry, *Anal. Lett.*, 16:275-88.
21. Feinberg, M., Ducauze, C., 1980. High temperature dry ashing of foods for AAS determination of Pb, Cd and Cu, *Anal. Chem.*, 52: 207-9.
22. Fricke F. L., Robbins, W. B., Caruso, J. A., 1979. Trace element analysis of food and beverages by atomic absorption spectrometry, *Prog. anal. At. Spectrosc.*, 2:185-286.
23. Higgins, M. L., Pickering, W., 1971. The precision of determination of zinc content of food, *Talanta*, 18: 986.