

УДК 543.42:664.34

## ПРЯМОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОКСИЧНЫХ МЕТАЛЛОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЛАХ МОДИФИЦИРОВАННЫМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ

**Голубятников Н.И., Карпенко Л.П., Бабчук Л.Н., Журавлёв А.С.**

Центральная санитарно-эпидемиологическая станция на водном транспорте,  
г. Ильичёвск

В статье показаны методические подходы прямого определения содержания токсичных металлов в растительных маслах атомно-абсорбционным методом с использованием атомизатора графитовая «втулка-фильтр» и палладиевого модификатора матрицы, показано практическое применение.

**Ключевые слова:** прямое определение, атомно-абсорбционный метод, графитовая «втулка-фильтр», палладиевый модификатор матрицы, анализ, токсичные металлы, практическое использование.

### Введение

Известно, что содержание тяжелых металлов в пищевых продуктах и растительном сырье регламентируется нормативными документами [1-5]. Достаточно распространенными практическими методами количественного анализа токсичных металлов (свинец, медь, кадмий, цинк, олово, мышьяк) являются метод инверсионной хронопотенциометрии, вольтперометрии, спектрофотометрии и атомно-абсорбционный спектральный анализ. Многие методики, посвященные определению в маслах различных металлов, требуют предварительного растворения и высокотемпературного озоления (минерализации) анализируемых образцов.

Минерализация – это полное разрушение органических веществ аналита (проб пищевых продуктов, в том числе масел растительных) при нагревании с концентрированными минеральными кислотами, с последующим высокотемпературным озолением (450°С). Во временном аспекте это составляет около 48 часов. Эти временные затраты и определяют длительность выдачи экспертного заключения, а следовательно и погрузочно-разгрузочных работ в порту. Лабораторная база в порту должна оперативно и качественно выполнить необходимый анализ для принятия решения о пропуске грузов через границу Украины.

Универсальной процедуры озоления

проб для определения металлов не существует, что объясняется их различной активностью и летучестью, тем более, что при высоком температурном озолении вероятны потери всех летучих металлов, в том числе Pb, Cd, As.

Перспективным для лабораторной практики является описанный в литературе прямой электротермический атомно-абсорбционный спектрофотометрический (ЭТ ААС) анализ содержания токсичных металлов в растительных маслах [6].

В ряде работ [7] установлено, что испарение с графитовой «втулки-фильтра» в присутствии модификатора матрицы  $Pd(NO_3)_2$  позволяет в 2-3 раза повысить чувствительность метода и уменьшить неселективное поглощение света.

### Экспериментальная часть

Целью данной работы является изучение аналитических характеристик атомизатора графитовая «втулка-фильтр» для возможного использования прямого определения содержания токсичных металлов в растительных маслах при проведении экспертизы экспортно-импортных перевозок растительных масел водным транспортом в пунктах пропуска через границы Украины.

Исследования проводили на атомно-абсорбционном комплексе САТУРН-4, для атомизации проб использовали комплекс ГРАФИТ-5М.02 и атомизатор графитовая «втулка-фильтр». В качестве стандартных

Таблица 1.

Результаты определения свинца, цинка, меди методом ЭТ ААС и вольтамперометрическим методом растительных маслах ( $n = 5$ ;  $P = 0.95$ )

образцов использовали Государственные стандартные образцы растворов металлов (производитель СКТБ ФХИ им. А. В. Богатского НАН Украины) и стандартный образец Multi Element Standard II Oil Dissolved (matrix Hydrocarbon Oil) – производство фирмы Merck. Основной стандартный раствор и рабочие растворы стан-

Образец	Определяемые элементы	Выявленное содержание ( $C_{об} \pm ?с$ )			
		Определение методом ЭТ ААС	$S_r$	Определение вольтамперометрическим методом	$S_r$
Масло подсолнечное	Медь	$0,028 \pm 0,006$	0,07	$0,03 \pm 0,006$	0,076
	Цинк	$0,412 \pm 0,05$	0,06	$0,398 \pm 0,08$	0,08
	Свинец	$0,043 \pm 0,006$	0,067	$0,056 \pm 0,007$	0,076
Масло рапсовое	Медь	$0,388 \pm 0,06$	0,07	$0,398 \pm 0,06$	0,08
	Цинк	$0,628 \pm 0,05$	0,08	$0,640 \pm 0,09$	0,087
	Свинец	$0,027 \pm 0,006$	0,065	$0,03 \pm 0,007$	0,07

дартов готовили в соответствии с [8] с использованием очищенного рафинированного дезодорированного вымороженного подсолнечного масла марки П. В связи с тем, что непосредственное введение чистого масла в печь без добавления растворителя ухудшает сходимость результатов анализа в качестве наиболее подходящего растворителя использовали н-гексан в соотношении 1:1 к массе анализируемого образца. Модификаторами матрицы были нитрат палладия с концентрацией палладия 10 мг/мл (производство фирмы Merck). Пиролиз масла осуществляли в течение 20-30 с. Определение элементов выполняли по методу градуировочного графика и метода стандартных добавок. Изменение режима работы атомизатора осуществляется по заданной программе, состоящей из отдельных шагов, параметры которых вводятся в память персонального компьютера.

### Результаты и обсуждение

В результате работы были оптимизированы операционные параметры атомизатора графитовая «втулка-фильтр» и изучены соответствующие аналитические зависимости ЭТ ААС определения меди, цинка, свинца, кадмия, олова в растительных маслах. Кроме того, было выполнено прямое (без минерализации проб) исследование растительных масел (подсолнечного, кукурузного, соевого, рапсового). Для контроля точности использовали параллельно другой метод анализа – воль-

тамперометрический на анализаторе «АВА 3». Для вольтамперометрического анализа производилась подготовка аналита согласно нормативной документации [9] — способом мокрой кислотной минерализации. Результаты определения представлены в табл. 1.

Атомно-абсорбционный спектрофотометрический и вольтамперометрический методы показывают результаты, отличающиеся удовлетворительной схожимостью.

В результате было показано, что использование атомизатора графитовая «втулка-фильтр» и палладиевого модификатора матрицы позволяет выполнить достаточно быстрое и надежное прямое определение токсичных металлов в растительных маслах на уровне 0,2-0,5 их предельно-допустимых концентраций (ПДК). Это позволяет ввести в практику работы аналитических лабораторий вышеописанный метод для решения ряда проблемных вопросов:

- уменьшение количества используемых для подготовки проб реактивов;
- минимизация загрязнения аналита;
- предупреждение потерь аналита в форме летучих соединений;
- увеличивается в 2-3 раза чувствительность метода.

### Выводы

Наиболее существенным является сокращение времени проведения анализа

содержания токсичных металлов в маслах растительных, что играет весьма важную роль при проведении государственной санитарно-эпидемиологической экспертизы растительных масел в пунктах пропуска через границу Украины. Поскольку, особенностью организации деятельности государственного санитарно-эпидемиологического надзора в пункте пропуска морского или речного порта является то, что грузы, которые пребывают по экспорту, или импорту на судах, в контейнерах, автотранспортом должны быть растаможены за максимально короткое время.

### Литература

1. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов. № 5061-89.
2. ДСТУ 4492:2005. Олія соняшникова. Технічні умови. – Київ. Держспоживстандарт України. 2005 р.
3. ГСТУ 46.072:2005. Олія ріпакова. — Технічні умови. Київ. Держспоживстандарт України. 2005 р.
4. ДСТУ 4534:2006. Олія соєва. Технічні умови. — Київ. Держспоживстандарт України. 2006 р.
5. ДСТУ ГОСТ 8808:2003. Олія кукурудзяна. Технічні умови. — Київ. Держспоживстандарт України. 2003 р.
6. С. М. Canar' rio and D. A. Katskov. Direct determination of Cd and Pb in edible oils by atomic-absorption spectrometry with transverse heated filter atomizer// J. Anal. At. Spectrom.- 2005.- v.20.- P.1386 – 1388
7. Захария А.Н., Чеботарев А.Н., Колпак Р.Н., Журавлёв А.С. Прямое электро-термическое атомно-абсорбционное определение никеля, свинца, мышьяка в растительных жирах и маслах с использованием графитовой «втулки-фильтра»//Труды научно-практической конференции «Качество и безопасность. Стандарты и тенденции развития современного химического анализа веществ и материалов». 2010 г. – 56-60.
8. ДСТУ ISO 12193:2004. Жири тваринні і рослинні та оліїю Визначення вмісту свинцю методом атомно-абсорбційної спектрометрії з використанням графітової печі. — Київ. Держспоживстандарт України. 2004 р.
9. ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов, Киев. Госстандарт Украины, 1997 г.

### Резюме

#### ПРЯМЕ ВИЗНАЧЕННЯ ТОКСИЧНИХ МЕТАЛІВ У РОСЛИННИХ ОЛІЯХ МОДИФІКОВАНИМ АТОМНО-АБСОРБЦІЙНИМ МЕТОДОМ

*Голуб'ятников Н.І., Карпенка Л.П., Бабчук Л.М., Журавльов А.С.*

У статті подано методичні підходи прямого визначення вмісту токсичних металів в рослинних оліях атомно-абсорбційним методом з використанням атомізатора графітової «втулки-фільтра» і палладієвого модифікатора матриці.

**Ключові слова:** *пряме визначення, атомно-абсорбційний метод, графітова «втулка-фільтр», палладієвий модифікатор матриці, аналіз, токсичні метали, практичне застосування.*

### Summary

#### DIRECT DETERMINATION OF TOXIC METALS IN VEGETABLE OILS MODIFIED AAS METHOD

*Golubyatnikov N.I., Karpenko L.P., Babchuk L.N., Zhuravlev A.S.*

The article describes the methodological approaches of the direct determination of toxic metals in vegetable oils by atomic absorption method with using a graphite atomizer “bush-filter” and palladium matrix modifier, showing practical applications.

**Keywords:** *direct determination of atomic-absorption method, graphite “bush-filter”, a palladium matrix modifier, the analysis of toxic metals, practical use.*

*Впервые поступила в редакцию 11.01.2013 г. Рекомендована к печати на заседании редакционной коллегии после рецензирования*