

# АНАЛИЗ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В МАСЛОЖИРОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Л.С. Ивашкевич, Ю.Н. Велентей, Д.В.Черник

*Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический  
центр гигиены», г. Минск*

**Резюме:** Разработан метод определения токсичных элементов в масложировой продукции, который позволяет с высокой чувствительностью выполнять количественное определение железа, меди, свинца, кадмия, никеля, мышьяка на уровнях концентраций ниже значений, регламентированных санитарными нормами и правилами и техническими регламентами Таможенного союза.

**Ключевые слова:** Пробоподготовка, экстракция, жировые продукты, атомно-эмиссионная спектрометрия, микроэлементы.

**Summary:** The method for determination of toxic elements in oil and fat products has been developed. The method allows performing quantitative determination of iron, copper, lead, cadmium, nickel, arsenic with high sensitivity at concentration levels below the values regulated by the sanitary rules and regulations and the technical regulations of the Customs Union.

**Keywords:** Sample preparation, extraction, fatty foods, atomic emission spectrometry, trace elements.

**Введение.** Питание является одним из важнейших факторов, определяющих состояние здоровья населения. Рациональное питание создает условия для нормального физического и умственного развития организма, поддерживает высокую работоспособность, способствует профилактике заболеваний и оказывает существенное влияние на возможность организма противостоять воздействию неблагоприятных факторов окружающей среды. В то же время пища может быть источником большого числа потенциально опасных для здоровья человека химических веществ.

Повышенное содержание токсичных элементов в воздухе, воде и почве приводит к загрязнению ими и пищевых продуктов: около 80 % токсичных элементов попадают в организм из окружающей среды с продуктами питания.

Токсичные элементы входят в состав всех природных объектов. Многие из них относятся к числу биогенных (в частности, медь, цинк, железо) и в малых количествах необходимы для поддержания всех форм жизни; их отсутствие или недостаточные концентрации могут быть причиной негативных последствий, эндемических заболеваний. Другая группа элементов может оказывать токсическое воздействие, присутствуя даже в незначительных концентрациях. К этой группе относятся мышьяк, кадмий, свинец, ртуть, считающиеся наиболее опасными загрязнителями природной среды и сельскохозяйственной продукции вследствие их большого сродства к физиологически важным органическим соединениям и широкого использования в промышленности и сельском хозяйстве.

В масложировой продукции согласно санитарным нормам и правилам, гигиеническим нормативам «Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов», «Единым санитарно-эпидемиологическим и гигиеническим требованиям к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю)», а также техническому регламенту Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции требуется определение следующих элементов: свинец, мышьяк, кадмий, никель, железо, медь. Допустимое содержание этих элементов составляет: 0,1 мг/кг для свинца, мышьяка, меди; 0,05 мг/кг для кадмия; 1,5 мг/кг для железа и 0,7 мг/кг для никеля в маргарине.

Содержание минеральных и токсичных элементов в пищевой продукции определяется с использованием колориметрических, полярографических, спектрометрических методов.

Задачей данного исследования являлась разработка метода определения содержания токсичных элементов в масложировой продукции с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии.

**Материалы и методы.** Объектами исследования являлись 10 образцов масла подсолнечного и маргарина.

В работе использовали концентрированную азотную кислоту (67%, х.ч.), перекись водорода (36 %, х.ч.), деионизированную воду, полученную с помощью устройства для деионизации воды Direct-Q3 (Millipore Corporation, США).

При пробоподготовке образцов использованы метод кислотной экстракции и полной минерализации.

В минерализованных образцах определяли содержание элементов с использованием атомно-эмиссионного спектрометра Horiba Jobin Yvon (Япония-Франция) с радиальным обзором аргоновой плазмы.

**Результаты и обсуждение.** Метод основан на окислительно-кислотной минерализации образцов и последующем анализе в них токсичных

элементов: железа, меди, никеля, мышьяка, свинца, кадмия с использованием атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной аргонной плазмой.

Учитывая низкие допустимые концентрации токсичных элементов в масложировой продукции, была проведена модификация стадии пробоподготовки и подобраны оптимальные условия измерения на атомно-эмиссионном спектрометре, чтобы увеличить концентрацию определяемых элементов в минерализованном растворе и повысить чувствительность измерения элементов.

Оптимальным методом пробоподготовки для растительного и сливочного масла, пищевых жиров, маргарина является кислотная экстракция. Согласно методике, приведенной в ГОСТ 26929 «Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб», в термостойкую коническую колбу объемом 200 мл с навеской образца массой 20 г вносили центры кипения и 40 мл раствора соляной кислоты (1:1) по объему. Колбу с обратным холодильником помещали на плитку и кипятили в течение 1,5 часа с момента закипания. Затем содержимое колбы охлаждали до комнатной температуры, фильтровали через 2 фильтра, смоченных раствором используемой кислоты, в мерную колбу объемом 50 мл. Затем фильтр промывали 5 – 7 мл 5%-й соляной кислоты. Объем фильтрата доводили дистиллированной водой до метки. Для увеличения количества экстрагированных элементов соотношение образца к экстрагенту изменяли с 1:2 до 1:10, в качестве дополнительной стадии использовали ультразвуковую обработку с нагревом образца. Данные изменения позволили увеличить выход аналита на 5- 10 %.

Преимуществом данного способа пробоподготовки является возможность получить минерализованные образцы с высоким содержанием аналита, учитывая возможность использования большой массы навески, а также отсутствие необходимости использования специального оборудования для минерализации.

Кроме вышеизложенного экстракционного метода пробоподготовки используют метод полного разложения, который проводится в закрытых сосудах, что позволяет избежать возможных потерь легколетучих элементов.

Образец взвешивают во фторопластовом автоклавном стаканчике на аналитических весах (0,5 – 2 г), добавляют концентрированную азотную кислоту и перекись водорода, оставляют на ночь. Затем стаканчики помещают в микроволновой минерализатор или автоклав и минерализуют пробу. При микроволновом разложении используют следующую программу: контроль процесса по давлению, контрольная цифра давления - P=160psi (1,103 МПа), время разложения - 25 мин. При автоклавной минерализации процесс осуществляется в 2 этапа: 160 °С – 1 час, 180 °С – 2 часа.

После окончания процесса минерализации, образец охлаждали и количественно переносили в мерную колбу объёмом 25 мл, доводили деионизованной водой до метки.

Недостатком данного метода минерализации является низкая величина навески и, следовательно, низкая величина аналита в анализируемом образце. В связи с этим пробы из автоклавных стаканчиков объединяли, проводили упаривание в фарфоровой чашке на плитке с добавлением небольшого количества перекиси. Полученный раствор также переносили в мерную колбу объёмом 25 мл и доводили до метки деионизованной водой.

Полностью разложенная проба после улетучивания окислов азота должна представлять собой бесцветный или желтоватый прозрачный раствор без не-растворившихся частиц.

Раствор холостой пробы готовят с выполнением всех указанных выше операций, за исключением операции взятия навески.

Использование атомно-эмиссионного спектрометра с радиальным обзором плазмы, монохроматором и фокусным расстоянием 1 м позволяет проводить анализ элементов в области ультранизких концентраций. Выбор длины волны, скорости подачи пробы, скорости распыления, режима получения данных, а также использование вместо пневматического ультразвукового распылителя позволило снизить уровень чувствительности определения почти на порядок. Элементы определяли с использованием следующих длин волн, нм: Pb – 220,353; As – 193,695; Cd – 228,802; Cu – 324,754; Fe – 259, 94; Ni – 221,647.

В таблице 1 приведены данные определения содержания токсичных элементов с использованием разработанных условий определения.

Таблица 1 – Содержание токсичных элементов в образцах масложировой продукции

Образец	Определяемые элементы, мг/кг					
	Cu	Fe	Ni	Pb	Cd	As
Масло подсолнечное	0,05-0,09	0,7-1,2	-	н.о.	н.о.	н.о.
Маргарин	0,06-0,09	0,5-1,0	0,51-0,69	н.о.	н.о.	н.о.
Допустимое содержание	0,1	1,5	0,7	0,1	0,05	0,1
Предел обнаружения	0,002	0,002	0,006	0,01	0,001	0,01

Как видно из данных таблицы, содержание меди, железа и никеля в исследуемых образцах колебалось в зависимости от образца и метода

пробоподготовки, но не превышало нормативных значений. Мышьяка, кадмия и свинца обнаружено не было в пределах чувствительности используемого метода.

**Выводы.** Разработанный метод определения токсичных элементов в масложировой продукции позволяет с высокой чувствительностью выполнять количественное определение железа, меди, свинца, кадмия, никеля, мышьяка на уровнях концентраций ниже значений, регламентированных санитарными нормами и правилами и техническими регламентами Таможенного союза.