

УДК 543.552.054.1 : 664.863

Студ. Е.В. Гиль, студ. Е.Г. Механикова

Науч. рук. ст. преп. Е.В. Дубоделова

(кафедра физико-химических методов сертификации продукции, БГТУ)

ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В СОКАХ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Токсичные элементы относятся к основным загрязнителям окружающей среды и поэтому подлежат контролю и государственному надзору [1]. В данной работе предметом исследований являются такие элементы, как свинец, кадмий, цинк и медь в соках. Выбор был обусловлен тем, что свинец и кадмий являются высоко опасными веществами (II класс опасности), цинк и медь – умеренно опасными веществами (III класс опасности). Основными источниками поступления в продукты питания рассматриваемой группы токсичных элементов является загрязненная вода и воздух, нарушение правил применения ядохимикатов при внесении удобрений в почвы и несоблюдение требований ведения технологического процесса их производства [2].

Объектами исследований были выбраны яблочные и апельсиновые соки, производимые на территории ЕАЭС. ТР ТС 021 из изучаемых токсичных элементов нормирует содержание свинца в количестве не более 0,4 мг/кг и кадмия – не более 0,03 мг/кг. Однако, СанПиН № 52 и СТБ 1824, действующие на территории РБ ограничивают содержание свинца в количестве не более 0,3 мг/кг, кадмия – не более 0,02 мг/кг, цинка – не более 5 мг/кг, меди – не более 5 мг/кг. Согласно ГОСТ 26931 – 26934 токсичные элементы в продуктах питания рекомендовано определять полярографированием в режиме переменного тока. Полярографический метод анализа дает возможность определять примеси металлов, содержащиеся в образцах в количестве порядка 0,001 %, с точностью в среднем до 1 % [3]. Несмотря на высокие метрологические характеристики данного метода интерпретация полярограмм является длительным процессом, для осуществления которого персонал должен иметь не только соответствующую квалификацию, но и стандартные эталонные образцы анализируемых соединений. При этом рекомендуемый способ пробоподготовки – сухое озоление, среди недостатков которого можно выделить снижение точности определения из-за улетучивания элементов, их адсорбции на тиглях и загрязнения пробы материалом тигля и материалом муфельной печи.

Более перспективным методом анализа токсичных элементов в продуктах питания является инверсионная вольтамперометрия, заключающаяся в предварительном концентрировании определяемого компонента на поверхности индикаторного электрода с последующим электрохимическим растворением концентрата и регистрацией величины тока электрорастворения. Такой способ регистрации вольтамперограммы, позволяющий снизить нижнюю границу определяемых концентраций для органических веществ до 10^{-10} – 10^{-9} моль/дм³, а для неорганических веществ до 10^{-11} моль/дм³, и лежит в основе метода инверсионной вольтамперометрии [4]. Регистрация аналитического сигнала в инверсионной вольтамперометрии включает четыре стадии согласно действующего ГОСТ Р 51301. При этом расшифровка полученной вольтамперограммы осуществляется с использованием компьютерной программы, что значительно ускоряет процесс обработки полученных результатов. При проведении исследований нами были выдержаны общие требования ГОСТ Р 51301 в части пробоподготовки соков с сочетанием мокрого и сухого озоления. Особенностью проведения пробоподготовки является использование программируемой двухкамерной печи ПДП, имеющей закрытую камеру озоления проб и размещенную на ней полузакрытую камеру – плитку для выпаривания проб. Этапы пробоподготовки были нами скорректированы для массы навесок проб соков 5 г (таблица 1).

Таблица 1 – Этапы проведения пробоподготовки

№	Операции	Камера	Температура, °С	Время, мин.
1	Высушивание	Выпаривания	150	25
2	Окисление 2,5-3,0 см ³ HNO ₃ , растворение и упаривание до 1/3 объема	Выпаривания	250	60
3	Окисление 2,0-2,5 HNO ₃ + 1,0-1,5 см ³ H ₂ O ₂	Выпаривания	300	70
4	Озоление	Озоления	450	30
5	Окисление 2,0-2,5 HNO ₃ + 0,5-1,0 см ³ H ₂ O ₂	Выпаривания	350	60-70
6	Озоление	Озоления	450	30
7	Повтор операций 5-6 до получения однородной золы белого, серого или рыжеватого цвета			

Полученную на этапе пробоподготовки золу растворяли в азотной кислоте (соотношение воды и концентрированной кислоты составляло 2:3) и упаривали полузакрытой камере печи ПДП до влажных солей. После этого добавляли 10 см³ бидистиллированной воды и снова

упаривали до влажных солей (процедура проводилась дважды). К полученному остатку добавляли 10 см³ фонового электролита (был использован раствор, содержащий нитрат калия и ортофосфорную кислоту) и количественно переносили в мерную колбу на 25 см³ и доводили до метки фоновым электролитом.

В электрохимическую ячейку вносили 10 см³ фонового электролита и 2 капли раствора ионов ртути (II) и снимали вольтамперную кривую фона. Затем проводили регистрацию вольтамперной кривой пробы, которую вносили в количестве 10 см³, отобранной из мерной колбы объемом 25 см³. Далее в пробу вносили добавку 0,2 см³ стандартных растворов определяемых элементов и вновь регистрировали вольтамперограмму. Для каждого образца сока проводилось два параллельных измерения. В таблице 2 приведены усредненные значения полученных результатов.

**Таблица 2 – Результаты испытаний образцов
восстановленных соков**

Номер образца	Обнаруженные элементы	Содержание металла в образце, мг/л
1	свинец	0,5200±0,0141
2	свинец	0,0028±0,0006
	медь	0,0018±0,0001
3	свинец	1,6000±0,0071
	медь	0,0220±0,0014
4	медь	0,6700±0,0071
5	цинк	0,0550±0,0021

Таким образом, можно рекомендовать метод инверсионной вольтамперометрии для совместного определения свинца, кадмия, меди и цинка к широкому применению в производственном контроле выпускаемых на территории ЕАЭС восстановленных соков.

ЛИТЕРАТУРА

1. Теплая, Г.А. Тяжелые металлы как фактор загрязнения окружающей среды / Г. Теплая // Астраханский вестник экологического образования. – 2013. – №1. – С. 182–192.
2. Сульдина, Т.И. Содержание тяжелых металлов в продуктах питания и их влияние на организм / Т. Сульдина // Рациональное питание, пищевые добавки и биостимуляторы. – 2016. – № 1. – С. 136 – 140.
3. Крешков, А.П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ / А.П. Крешков ; под ред. Л.Н. Овсянниковой. – 3-е изд. – Ленинград : Химия, 1971. – 456 с.

4. Шачек, Т.М. Химико-аналитический контроль промышленных и продовольственных товаров. Химические и электрохимические методы : тексты лекций // Т.М. Шачек, Е.В. Дубоделова. – Минск, 2012. – 125 с.

УДК 664.346+543.062

Студ. М.В. Лаврусик
Науч. рук. доц. Н.И. Заяц

(кафедра физико-химических методов сертификации продукции, БГТУ)

МЕТОДИКА КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЯИЧНЫХ ПРОДУКТОВ В МАЙОНЕЗЕ

Действующий с 2015 г. ГОСТ 31761 устанавливает ранее не регламентированные требования к содержанию яичной продукции в майонезе. В настоящее время именно этот показатель лежит в основе разделения майонезной продукции на: майонезы – содержание яичных продуктов не менее 1% и майонезные соусы – содержание яичных продуктов менее 1%.

Определение массовой доли яичных продуктов в пересчете на сухой желток осуществляется по ГОСТ 31762 колориметрическим методом по голубому молибденовому комплексу.

При освоении данного метода изготовители майонезов сталкиваются с проблемой точности полученных результатов. Так авторами статьи [1] были проанализированы партии майонеза, полученные в производственных условиях, с точно дозированным количеством сухого яичного желтка. В результате анализа было обнаружено желтка не более 80% (а в некоторых случаях менее 50%) от заложенного по рецептуре.

Целью работы является выявление факторов, влияющих на точность определения яичных продуктов в майонезе.

Объектами испытаний являлись специально приготовленные образцы майонезов с известным содержанием яичных продуктов (1; 1,2; 2 и 3%) и с массовой долей жира от 50 до 67 %. Для приготовления майонезов были использованы два вида сухого яичного желтка и яичный порошок различных производителей.

Методика определения яичных продуктов предусматривает два этапа проведения анализа:

– выделение жировой фазы экстракцией органическими растворителями разной полярности (этанол-хлороформ 2:1) при кипячении;