

Орган по сертификации ООО «ЮГ-ТЕСТ» г. Ростова-на-Дону является хорошей базой для приобретения студентами навыков работы в области подтверждения соответствия. Для того чтобы стать квалифицированным специалистом, студенты, проходя ознакомительную (учебную) практику, имеют возможность наблюдать за работой экспертов и перенимать опыт, непосредственно знакомиться с документами, необходимыми для проведения процедуры подтверждения соответствия той или иной продукции требованиям нормативно-технической документации. Во время прохождения производственной практики студенту уже могут поручать делать определённую часть работы под руководством эксперта.

Список использованных источников

1. ГОСТ Р 53603-2009. Оценка соответствия. Схемы сертификации продукции в Российской Федерации. – Введ. 2009-12-05 - ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 2011. – 15 с.
2. Об утверждении критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации: Приказ № 326. – Введ. 2014-07-30. – Минюст, 2014. – 49 с.

УДК 543.253

АНАЛИЗ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЕЙ

*Матвейко Н.П., проф., Брайкова А.М., доц.,
Протасов С.К., доц., Садовский В.В., проф.*

*Белорусский государственный экономический университет,
г. Минск, Республика Беларусь*

Ключевые слова: инверсионная вольтамперометрия, тяжелые металлы, определение, растительные масла.

Реферат. *Содержание тяжелых металлов в растительных маслах регламентируется техническими нормативными правовыми актами. Методом инверсионной вольтамперометрии на анализаторе марки ТА-4 определили содержание цинка, кадмия, свинца, меди и ртути в образцах растительных масел, представленных на рынке Республики Беларусь.*

Для обеспечения безопасности жизни и здоровья людей содержание тяжелых металлов в растительных маслах регламентируется техническими нормативными правовыми актами (ТНПА): техническим регламентом таможенного союза ТС ТС 021/2011 и санитарными правилами и нормами (СанПиН № 52 РБ), и в обязательном порядке контролируется. Согласно этим ТНПА содержание тяжелых металлов во всех видах растительных масел не должно превышать (мг/кг): свинец – 0,1; мышьяк – 0,1; кадмий – 0,05; ртуть – 0,03; железо – 1,5 (нерафинированное масло – 5,0); медь – 0,1 (нерафинированное масло – 0,4). Подготовку проб растительного масла осуществляли без их мокрой минерализации, а только растворением проб в соответствующем органическом растворителе с последующим отбором аликвот. В этом случае исключается загрязнение проб примесями, содержащимися в используемых для минерализации реактивах, отсутствует необходимость применения высоких температур, а время, необходимое на такую подготовку проб, сократится в десятки раз по сравнению с подготовкой проб методом мокрой минерализации.

Цель работы – провести контроль содержания Zn, Cd, Pb, Cu и Hg в образцах растительного масла методом инверсионной вольтамперометрии без минерализации проб. Для исследования взяты образцы растительных масел, реализуемых торговой сетью г. Минска, сведения о которых представлены в таблице 1. Навеску каждого образца растительного масла массой 0,1 г растворяли в 2,5 см³ ацетона. Для определения Zn, Cd, Pb, Cu отбирали 0,05-0,07 см³ аликвоты. Её помещали в двухэлектродную кварцевую электрохимическую ячейку, добавляли 0,135 см³ концентрированной муравьиной кислоты, объем раствора доводили до 10 см³ би-

дистиллятом. Применение аликвоты объемом более $0,07 \text{ см}^3$ приводит к помутнению раствора и не позволяет проводить анализ.

Аналогично поступали при определении Hg. Однако в этом случае объем аликвоты не превышал $0,01 \text{ см}^3$, так как увеличение аликвоты более $0,01 \text{ см}^3$ существенно осложняет накопление Hg – на анодной вольтамперной кривой пробы не удается зарегистрировать максимум тока. Введение в раствор пробы добавки стандартного раствора ртути в объемах более $0,05 \text{ см}^3$ приводит к появлению на анодной вольтамперной кривой лишь небольшого по величине максимума тока окисления. Вероятно, растительное масло адсорбируется на поверхности золотого индикаторного электрода, затрудняя электрохимическое осаждение ртути. Аликвоту помещали в кварцевую ячейку, добавляли по $0,02 \text{ см}^3$ 8М раствора серной кислоты и 1М раствора хлорида калия, раствор доводили до 10 см^3 бидистиллятом.

Таблица 1 – Сведения об изученных образцах растительного масла

№ образца	Название масла; страна производитель
1	Подсолнечное. «Подсолнухи. Силы природы»; Украина.
2	Льняное; Республика Беларусь.
3	Подсолнечное с добавлением оливкового. «Altero»; Россия.
4	Подсолнечное. «Золотая семечка»; Россия.
5	Подсолнечное. «Миладора»; Республика Татарстан.
6	Подсолнечное. «Диканский хуторок»; Украина.
7	Подсолнечное. «Золотая семечка»; Россия.
8	Подсолнечное. «Шалом»; Республика Беларусь.
9	Кукурузное. «Золотая капля»; Россия.
10	Рапсовое. «Rafini»; Республика Беларусь.
11	Оливковое. «Olio Extra Vergine Di Oliva»; Италия.
12	Льняное, пищевое; Республика Беларусь.

Определение Zn, Cd, Pb, Cu во всех образцах растительного масла выполняли на фоне водного раствора муравьиной кислоты, концентрацией $0,35 \text{ моль/дм}^3$, а определение Hg – на фоне водного раствора, содержащего $0,016 \text{ моль/дм}^3$ серной кислоты и $0,002 \text{ моль/дм}^3$ хлорида калия. В фоновые электролиты добавляли также по $0,07 \text{ см}^3$ ацетона, поскольку это вещество присутствовало в растворе пробы. Все исследования проводили на вольтамперометрическом анализаторе марки ТА–4. Содержание Zn, Cd, Pb и Cu определяли, применяя индикаторный электрод из амальгамированной серебряной проволоки, а содержание ртути – применяя индикаторный электрод из золота 583 пробы, поверхность которого механически обновляли перед исследованием каждой пробы. Во всех исследованиях вспомогательным электродом и электродом сравнения служил хлорсеребряный электрод в 1 М растворе хлорида калия.

Оптимальными условиями инверсионно-вольтамперометрического определения Zn, Cd, Pb и Cu были следующие. Электрохимическая очистка индикаторного электрода осуществлялась в течение 20с попеременной анодной и катодной поляризацией при потенциале +100 и –1150 мВ соответственно. Накопление металлов – при потенциале –1350 мВ в течение 100с. Успокоение раствора – при потенциале –1130 мВ в течение 15с. Развертка потенциала – в интервале потенциалов от –1130 до +100 мВ со скоростью 80 мВ/сек. Если сравнивать выбранные условия определения Zn, Cd, Pb и Cu с условиями определения металлов после подготовки проб мокрой минерализацией, то видно, что время накопления металлов вместо 15с составило 100с. Это обусловлено ограниченным объемом аликвоты $0,07 \text{ см}^3$, в то время как при анализе проб подготовленных мокрой минерализацией объем аликвоты составлял $0,2 \text{ см}^3$. Анализ проб растительного масла на содержание Hg проводили, используя следующие параметры. Электрохимическая очистка индикаторного электрода – при потенциале +630 мВ в течение 15 с. Накопление ртути – при потенциале –600 мВ в течение 240 с. Успокоение раствора – при потенциале +340 мВ в течение 25 с. Регистрацию анодной вольтамперной кривой – при скорости изменения потенциала 6 мВ/с от +340 мВ до +600 мВ. Как и при определении Zn, Cd, Pb и Cu из-за применения меньшего объема аликвоты время накопления ртути также необходимо было увеличить 2-2.5 раза по сравнению со временем накопления этого металла при анализе проб после мокрой минерализации.

Для определения тяжелых металлов Zn, Cd, Pb, Cu и Hg в образцах растительного масла использовали метод добавок стандартных растворов, содержащих по 2 мг/дм³ Cd, Pb, Cu, 1 мг/дм³ Hg и 3 мг/дм³ Zn. Растворы готовили на основе государственных стандартных образцов (ГСО) и бидистиллята. Содержание тяжелых металлов в образцах растительного масла рассчитывали по разности вольтамперных кривых пробы и фона, а также пробы с добавкой стандартного раствора и фона, используя специализированную компьютерную программу "VALabTx". Каждую пробу растительного масла анализировали 4 раза. Результаты исследований обрабатывали методом математической статистики: рассчитывали относительные стандартные отклонения (S_r) и интервальные значения ($\pm\Delta x$) содержания Zn, Cd, Pb, Cu и Hg в растительном масле. Результаты исследований и расчетов: интервальные значения содержания Zn, Cd, Pb, Cu и Hg и относительные стандартные отклонения представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Содержание Zn, Cd, Pb, Cu и Hg в образцах растительного масла

№	Содержание металла, мг/кг									
	Zn	S_r , %	Cd	S_r , %	Pb	S_r , %	Cu	S_r , %	Hg	S_r , %
1	6,1±0,12	1,42	0,03±0,002	4,80	0,07±0,003	3,08	0,17±0,008	3,39	0,006±0,0004	4,80
2	3,2±0,06	1,35	0,04±0,002	3,60	0,07±0,003	3,08	0,11±0,006	3,92	0,007±0,0005	5,14
3	9,6±0,17	1,28	0,05±0,003	4,31	0,08±0,003	2,70	0,02±0,001	3,60	нет	–
4	8,7±0,16	1,32	0,05±0,003	4,31	0,09±0,004	3,20	0,02±0,001	3,60	нет	–
5	2,5±0,05	1,44	0,03±0,002	4,80	0,02±0,001	3,60	0,02±0,001	3,60	нет	–
6	7,8±0,16	1,48	0,03±0,002	4,80	0,09±0,004	3,20	0,03±0,002	4,79	0,009±0,0007	5,59
7	4,6±0,09	1,41	0,04±0,002	3,60	0,06±0,003	3,60	0,04±0,002	3,60	0,008±0,0007	6,29
8	2,4±0,05	1,50	0,03±0,002	4,80	0,04±0,002	3,60	0,02±0,001	3,60	0,009±0,0007	5,59
9	8,4±0,15	1,30	0,02±0,001	3,60	0,09±0,004	3,20	0,09±0,004	3,20	0,006±0,0005	6,00
10	2,1±0,03	1,02	нет	–	0,07±0,003	3,08	0,06±0,003	3,60	нет	–
11	0,6±0,01	1,20	нет	–	0,02±0,001	3,60	0,03±0,002	4,79	0,002±0,0001	3,60
12	5,1±0,10	1,69	нет	–	0,09±0,004	3,20	0,08±0,004	3,60	0,005±0,0003	4,32

Во всех изученных образцах растительного масла содержатся Zn, Pb и Cu. В восьми образцах масла (№№ 1,2,6,7,8,9,11,12) содержится также Hg. Кадмий не обнаружен только в трех из 12 изученных образцов растительного масла (№№10-12). Больше всего в растительном масле содержится Zn и составляет от 0,6±0,01 мг/кг для образца № 11 до 9,6±0,17 мг/кг для образца № 3. Содержание Hg в растительном масле меньше, чем других тяжелых металлов. Оно изменяется от 0,002±0,0001 мг/кг для образца № 11 до 0,009±0,0007 мг/кг для образцов №№ 6 и 8, что ниже допустимого уровня этого металла, регламентируемого ТНПА. Содержание Pb во всех изученных образцах растительного масла не превышает 0,1 мг/кг – допустимого содержания, нормируемого ТНПА. Однако для образцов №№ 4 и 6 оно лишь на 0,01 мг/кг меньше нормируемого уровня. Что касается Cu, то этот металл в наибольшем количестве обнаружен в образце растительного масла № 1 (0,17±0,008 мг/кг). Причем только в этом образце содержание Cu превышает требования ТНПА. Таким образом, полученные нами результаты свидетельствуют о том, что инверсионно-вольтамперметрическое определение Zn, Cd, Pb, Cu и Hg в растительном масле можно проводить без использования традиционной подготовки проб мокрой минерализацией, а растворять пробы растительного масла в ацетоне с последующим отбором для анализа аликвоты этого раствора.