

## Použitie diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie pri monitorizácii obsahu olova v cukre. II

ANNA PRUGAROVÁ — MILAN KOVÁČ

**Súhrn.** Práca sa zameriava na monitorizáciu obsahu olova v cukre za použitia metódy diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie. Uvádzajú sa výsledky zisteného obsahu Pb v 28 priemerných denných vzorkách II. rafinády, vyrábanej v kampani 1983 v cukrovare Dunajská Streda.

Najvyššia nameraná hodnota obsahu Pb v II. rafináde bola 2,5-krát nižšia ako limit. Priemerná koncentrácia Pb v II. rafináde ( $\bar{x} = 0,183 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ) je síce o niečo vyššia ako priemerná koncentrácia Pb v rafinovanom cukre ( $\bar{x} = 0,116 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ), ale aj tak je asi päťkrát nižšia, ako t. č. platná medzná prípustná hodnota obsahu olova v cukre.

Medzi dôležité kvalitatívne ukazovatele cukru patrí aj obsah ťažkých kovov. Potrebu monitorizácie ich obsahu udáva toxicita týchto rizikových kovov, ako aj vysoká spotreba cukru v ľudskej výžive. Bulletin Süß-Aktuell, 1985, č. 1 (NSR) uvádza na základe štatistického prehľadu spotreby cukru v tridsiatich európskych krajinách priemernú ročnú spotrebu cukru na obyvateľa roku 1983 39,6 kg [1]. Podľa údajov o spotrebe potravín na 1 obyvateľa ČSSR, vypočítanej podľa globálnych bilancií, kolísala priemerná ročná spotreba rafinovaného cukru u nás v rokoch 1975—1983 takto [2]:

Rok	1975	1976	1977	1978	1979	1980	1981	1982	1983
Spotreba cukru (kg na obyvateľa)	38,0	38,1	35,6	38,3	38,6	37,5	36,9	39,6	37,8

Ing. Anna Prugarová, CSc., Ing. Milan Kováč, CSc., Výskumný ústav potravinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

Odporúčaná spotreba cukru na obyvateľa (priama i nepriama) je však iba 28 kg za rok (asi 77 g denne) — čiže konzumujeme asi o 10 kg cukru ročne viac, ako je odporúčaná dávka [3].

Podľa odporúčania FAO/WHO je tolerovateľný týždenný príjem olova 3 mg na osobu, čiže 12 mg na osobu za mesiac [4]. Pri uvedenej ročnej spotrebe 39,6 kg cukru na obyvateľa Európy (1983) je to pri dosiaľ platnej medznej prípustnej hodnote obsahu Pb v cukre  $1,0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$  3,3 mg Pb na obyvateľa za mesiac iba z cukru. Cukor obsahujúci olovo v rámci doteraz platného limitu by bol teda zodpovedný za príjem asi  $1/4$  z tolerovateľnej týždennej dávky olova na obyvateľa. Preto zainteresované orgány FAO/WHO uvažujú o znížení limitu Pb v cukre — na čo je potrebný podrobný prehľad o obsahu olova v cukre, vyrábanom v jednotlivých členských krajinách.

Takáto monitorizácia si však vyžaduje rýchle a dostatočne presné analytické metódy stanovenia Pb. Jednou z nich je nová modifikácia polarografie — diferenciálna pulzná rozpúšťacia voltametria, ktorej princíp a využitie na uvedené účely sú podrobne opísané v našej predchádzajúcej práci [5].

### Materiál a metódy

V rámci monitorizácie obsahu olova v cukre sme v priamej nadväznosti na už publikované výsledky experimentov, realizovaných v Centrálnom analytickom laboratóriu Výskumného ústavu potravinárskeho v rámci riešenia rezortnej úlohy „Stanovenie toxických prvkov“ [6] zisťovali obsah olova v priemerných denných vzorkách II. rafinády (kryštálového cukru), vyrobenej v mesiacoch september až december 1983 v cukrovare Dunajská Streda. V II. rafináde sme oproti afinovanému cukru (afináciou sa oddeľuje sirup nižšej čistoty od afinády vyššej čistoty) predpokladali vyšší stupeň znečistenia, ktorý môže prípadne viesť aj k zvýšenému obsahu Pb.

Obsah Pb sme stanovovali metódou diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie na visiacej ortuťovej kvapkovej elektróde (HMDE) v roztoku pripravenom rozpustením popola vzorky v definovanom množstve základného elektrolytu.

Mineralizáciu vzoriek suchou cestou pri  $450^\circ\text{C}$  sme robili v kremenných keľminkoch v muflovej peci s presne regulovaným teplotným režimom.

*Použité prístroje a zariadenia.* Celosklená aparatura na redestiláciu vody; muflová pec LM 212.11 (VEB Elektro, Bad Frankenhausen, DDR); čs. polarografický analyzátor PA 3 v spojení so statickou ortuťovou elektródou SMDE 1 v kombinácii s plošným súradnicovým zapisovačom XY 4105 (Laboratorní přístroje, k. p.).

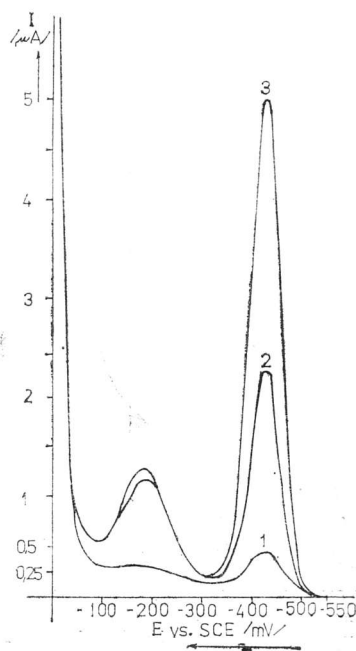
### Podmienky merania

Trojelektrodové zapojenie:	merná HMDE, referenčná nasýtená kalomelová elektróda (SCE) a pomocná Pt elektróda
Začiatkové napätie:	—550 mV
Rozsah polarizačného napätia:	0,55 V (t. j. od —550 mV do 0 mV)
Dĺžka doby elektrolýzy	200 s
Prúdová citlivosť:	11 (zodpovedajúca 0,25 $\mu\text{A}/\text{cm}$ )
Rýchlosť nárastu polarizačného napätia:	20 mV/s
Veľkosť Hg kvapky:	160 ms (čas otvorenia ihlového ventilu v sedle kapiláry)
Použitý inertný plyn:	dusík
Základný elektrolyt:	$c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol.l}^{-1}$

Obsah Pb sa určoval metódou štandardného prídavku (pridávali sme roztok  $\text{PbCl}_2$  ( $c(\text{Pb}) = 100 \text{ mg.l}^{-1}$ ), aby výsledná koncentrácia pridaného Pb bola  $0,1 \text{ mg.l}^{-1}$  meraného roztoku).

### Výsledky a diskusia

Pri stanovovaní Pb v kyslých výluhoch popola cukru metódou diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie sme získali rozpúšťacie krivky (obr. 1), ktoré



Obr. 1. Rozpúšťacie krivky. 1 — slepý pokus (základný elektrolyt), 2 — vzorka, 3 — vzorka + štandardný prídavok Pb.  
Fig. 1. Stripping curves. 1 — blank test (basic electrolyte), 2 — sample, 3 — sample + the standard addition of Pb.

sú grafickým vyjadrením závislosti zmeny intenzity prúdu od lineárne sa meniaceho polarizačného napätia. Poloha píkov na rozpúšťacej krivke charakterizuje daný depolarizátor a výška píku je úmerná koncentrácii tejto látky v roztoku. Pík charakterizujúci Pb mal na rozpúšťacej krivke za uvedených podmienok maximum pri  $-0,43$  V (versus SCE).

Výsledky stanovenia olova v 28 priemerných denných vzorkách II. rafinády (kryštálového cukru), vyrobenej v priebehu kampane 1983 v cukrovare Dunajská Streda, zhŕňa tabuľka 1. Každý údaj je aritmetickým priemerom z dvoch paralelných analýz vzorky.

Zistené hladiny olova sa v skúmaných vzorkách II. rafinády pohybovali od  $0,066$  do  $0,407$  mg.kg<sup>-1</sup>. Priemerná koncentrácia olova, počítaná ako arit-

Tabuľka 1. Obsah Pb v priemerných denných vzorkách II. rafinády (kryštálový cukor)  
Table 1. Pb content in average daily samples of the II<sup>nd</sup> raffinate (crystal sugar)

Číslo vzorky <sup>1</sup>	Dátum výroby (cukrovar Dunajská Streda) <sup>2</sup>	Zistený obsah olova <sup>3</sup> [mg.kg <sup>-1</sup> ]
1	25. 9. 1983	0,286
2	26. 9. 1983	0,153
3	27. 9. 1983	0,175
4	29. 9. 1983	0,195
5	30. 9. 1983	0,275
6	1. 10. 1983	0,188
7	2. 10. 1983	0,114
8	3. 10. 1983	0,360
9	6. 10. 1983	0,154
10	7. 10. 1983	0,114
11	8. 10. 1983	0,127
12	13. 10. 1983	0,166
13	15. 10. 1983	0,140
14	16. 10. 1983	0,304
15	18. 10. 1983	0,133
16	19. 10. 1983	0,150
17	20. 10. 1983	0,137
18	21. 10. 1983	0,154
19	26. 10. 1983	0,165
20	1. 11. 1983	0,066
21	6. 11. 1983	0,120
22	11. 11. 1983	0,105
23	16. 11. 1983	0,095
24	21. 11. 1983	0,220
25	26. 11. 1983	0,127
26	1. 12. 1983	0,157
27	6. 12. 1983	0,407
28	11. 12. 1983	0,344

Priemerná hodnota obsahu Pb v cukre, vyrábanom v období od 25. 9. do 11. 12. 1983 je  $0,183$  mg.kg<sup>-1</sup>.

The average Pb content in sugar produced within the period from Sep. 25 to Dec. 11, 1983 represents  $0.183$  mg kg<sup>-1</sup>.

<sup>1</sup>Sample number; <sup>2</sup>Production date (Dunajská Streda Sugar Factory); <sup>3</sup>Detected content of lead.

metický priemer z uvedených 28 výsledkov, je  $0,183 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Táto hodnota je asi päťkrát nižšia, ako t. č. povolená koncentrácia Pb v cukre.

Z publikovaných výsledkov stanovenia Pb v afinovanom kryštálovom cukre vyrábanom v období november—december 1983 v cukrovare Trenčianska Teplá [5, 6] vyplýva, že zistená priemerná hodnota obsahu Pb v tomto cukre bola o niečo nižšia ako v II. rafináde, a to  $0,116 \text{ mg.kg}^{-1}$ . Ani pri jednej vzorke cukru, či už II. rafinády alebo afinovaného kryštálového cukru, sme nezistili prekročenie platnej medznej prípustnej hodnoty obsahu Pb v cukre.

K podobnému záveru dospeli Dandár a kol. [7], ktorí sledovali obsah vybraných kovov v spotrebiteľskom cukre zo 7 cukrovarov VHJ Cukor-cukrovinky v kampani 1983/1984 za použitia metódy AAS. Stanovené hodnoty obsahu Pb jednoznačne ukazujú, že obsah olova v analyzovanom cukre je hlboko pod limitom  $1 \text{ mg.kg}^{-1}$ .

Na základe doteraz získaných skúseností so stanovením Pb v potravinách metódou diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie na visiacej ortuťovej kvapkovej elektróde, s použitím čs. analyzátoru PA 3 možno konštatovať, že vzhľadom na detekčný limit, zistenú mieru presnosti metódy [5] a nadobúdaciú cenu analyzátoru sa táto metóda javí ako perspektívna na využitie v štandardne vybavených prevádzkových laboratóriách.

## Literatúra

1. Výživa a zdraví — Aktuality z propagace správné výživy, 1985, č. 2. (Vydáva Společnost pro racionální výživu).
2. NOSEK, V.: Spotřeba potravin a nápojů v číslech. Výživa lidu, 10, 1985, suppl. č. 2, s. 5.
3. HEJDA, S. — OŠANCOVÁ, K.: Výživová doporučení pro obyvatelstvo. Praha, SSRV 1981, 75 s.
4. ROSIVAL, L. — SZOKOLAY, A.: Cudzorodé látky v požívatinách. 2. vyd. Martin, Osveta 1983.
5. PRUGAROVÁ, A. — KOVÁČ, M.: Použitie diferenčnej pulznej rozpúšťacej voltametrie pri monitorizácii obsahu olova v cukre. I. Bull. PV, 24 (4), 1985, č. 1, s. 11.
6. KOVÁČ, M. a kol.: Stanovenie toxických prvkov. Výskumná správa. Bratislava, Výskumný ústav potravinársky 1984.
7. DANDÁR, A. — KAREA, V. — RIPPEL, A. — ČIŽNÁROVÁ, M.: Obsah vybraných kovov v konzumnom cukre. Listy cukrovar., 101, 1985, č. 6, s. 154.

## Применение дифференциальной пульсационной растворяющей вольтамметрии при мониторингизации содержания свинца в сахаре. II.

### Резюме

Работа посвящена мониторингизации содержания свинца в сахаре при помощи дифференциальной растворяющей вольтамметрии. Приведены результаты установленного содержания свинца в 28-и средних суточных образцах 2-го рафинада, вырабатываемого в кампании 1983 г. на сахарном заводе Дунайска Стреда.

Максимальное значение содержания свинца, полученное при измерении, во втором рафинаде было в 2,5 раза ниже лимита. Средняя концентрация свинца во втором рафинаде ( $\bar{x} = 0,183 \text{ мг.кг.}^{-1}$ ) хотя немного выше, чем средняя концентрация свинца в рафинированном сахаре ( $\bar{x} = 0,116 \text{ мг.кг.}^{-1}$ ), но и так она в пять раз ниже, чем действующая в настоящее время международная предельная допустимая величина содержания свинца в сахаре.

## The use of differential pulse stripping voltammetry at monitoring the lead content in sugar. II

### Summary

The study is oriented to monitoring the lead content in sugar using the method of differential pulse stripping voltammetry. We present the results of the detected Pb content in 28 average daily samples of the IIInd raffinate produced in the 1983 campaign in the Dunajská Streda Sugar Factory.

The highest measured value of Pb content in the IIInd raffinate was 2.5 times lower than the limit. The average concentration of Pb in the IIInd raffinate ( $\bar{x} = 0.183 \text{ mg kg}^{-1}$ ) was, however, somewhat higher than the average Pb concentration in raffinated sugar ( $\bar{x} = 0.116 \text{ mg kg}^{-1}$ ), though it was still approximately 5 times lower than the recently effective admissible limit value of Pb content in sugar.