

## Определение тяжелых металлов в семенах подсолнечника атомно-абсорбционным методом на основе дробной минерализации

Юлия А. Демченко<sup>1</sup> jesi-001@mail.

Аминет Д. Цикуниб<sup>1</sup> cikunib58@mail.ru

<sup>1</sup> Научно-исследовательский институт комплексных проблем Адыгейского государственного университета, ул. Гагарина 13, г. Майкоп, 385000, Россия

**Реферат.** Одной из актуальных проблем пищевой химии является загрязнение продовольственного сырья и пищевых продуктов тяжелыми металлами. Современные физико-химические методы количественного определения тяжелых металлов обладают высокой точностью и позволяют определять даже следовые количества элементов, однако отличаются сложностью процедуры подготовки пробы к анализу, которая является одним из самых трудоемких этапов, требующих больших затрат реактивов и времени, в особенности для анализа жиродержащих проб. В связи с этим, актуальной является разработка новых способов определения содержания тяжелых металлов в масличном сырье. Объектом исследования выступили семена подсолнечника, в которых устанавливали содержание токсичных элементов с использованием разных способов пробоподготовки: сухого озоления и мокрой минерализации и разработанного нового способа дробной минерализации, отличительными особенностями которого являются: предварительное разложение пробы на жировую (масло) и обезжиренную (шрот) фракции с их независимой минерализацией. Шрот подвергается озолению при максимальной температуре 400 °С за два полных цикла, с переводением минерализата в фоновый раствор и определением металлов методом ААС-ЭТА, масло – растворяется в биполярном растворителе в соотношении 1:6:2 от массы масла, с последующим прямым вводом смеси в аналитическую ячейку графитовой трубчатой печи электротермического атомизатора, где происходит минерализация и одновременная атомизация пробы. Использование дробной минерализации позволяет улучшить метрологические характеристики атомно-абсорбционного метода семян подсолнечника: повысить среднюю открываемость исследуемых элементов до 90,8%, снизить погрешность сходимости (на 4,5%) и воспроизводимости (на 4,9%) результатов исследования кадмия и свинца, а также сократить общее время пробоподготовки на 4–6 часов в сравнении с исследуемыми способами.

**Ключевые слова:** пробоподготовка, атомно-абсорбционный анализ, семена подсолнечника, кислотная минерализация, сухая минерализация, дробная минерализация

## Determination of heavy metals in sunflower seeds by atomic absorption spectroscopy based on fractional mineralization

Yuliya A. Demchenko<sup>1</sup> jesi-001@mail.

Aminet D. Tsikunib<sup>1</sup> cikunib58@mail.ru

<sup>1</sup> Research institute of complex problems of the Adyge State University, Gagarin St. 13, Maikop, 385000, Russia

**Summary.** The actual problem of food chemistry is the contamination of food raw materials and food products with heavy metals. Modern physico-chemical methods for the quantification of heavy metals are highly accurate and allow even trace amounts of elements to be determined, but the complexity of the sample preparation procedure is one of the most time-consuming steps, requiring high costs of reagents and time, especially for analysis of fat-containing samples. In this regard, development of new ways of determination of content of heavy metals in olive raw materials is relevant. Sunflower seeds in which they established the maintenance of toxic elements with use of different ways of sample preparation have acted as an object of a research: dry combustion and a wet mineralization and the developed new way of a fractional mineralization which distinctive features are: preliminary decomposition of test on fatty (oil) and fat-free (oilcake) of fraction with their independent mineralization. Oilcake is exposed to combustion at the maximum temperature 400 °C for two full cycles, with conversion of the mineralizate in background solution and definition of metals by AAS-ETA method, oil – is dissolved in bipolar solvent in the ratio 1:6:2 from the mass of oil, with the subsequent direct input of mix in an analytical cell of the graphite tubular furnace of an electrothermal atomizer where there is a mineralization and simultaneous atomization of test. The use of fractional mineralization makes it possible to improve the metrological characteristics of the atomic absorption method of sunflower seeds: to increase the average openability of the investigated elements to 90.8%, to reduce the error of convergence (by 4.5%) and the reproducibility (by 4.9%) of the results of the study of cadmium and lead, and also to reduce the total time of sample preparation for 4–6 hours as compared with the test methods.

**Keywords:** sample preparation, atomic absorption spectroscopy, sunflower seeds, acid mineralization, dry mineralization, fractional mineralization

### Введение

В настоящее время одной из актуальных проблем является загрязнение окружающей среды и пищевых продуктов тяжелыми металлами [1–5], определение которых, согласно нормативным документам, проводится различными инструментальными методами, такими как вольтамперометрия, инверсионная потенциометрия,

спектрофотометрия, атомно-абсорбционная и атомно-эмиссионная спектроскопия, а также масс-спектрометрия [6–8]. Все эти методы предполагают пробоподготовку с переводением исследуемых элементов в растворимую форму [9] с использованием способов сухой или мокрой (кислотной) минерализации [12]. Анализ нормативно-технической и патентной информации в области элементного определения содержания

Для цитирования

Демченко Ю.А., Цикуниб А.Д. Определение тяжелых металлов в семенах подсолнечника атомно-абсорбционным методом на основе дробной минерализации // Вестник ВГУИТ. 2018. Т. 80. № 3. С. 164–169. doi:10.20914/2310-1202-2018-3-164-169

For citation

Demchenko Yu.A., Cikunib A.D. Determination of heavy metals in sunflower seeds by atomic absorption spectroscopy based on fractional mineralization. *Vestnik VGUIT* [Proceedings of VSUET]. 2018. vol. 80. no. 3. pp. 164–169. (in Russian). doi:10.20914/2310-1202-2018-3-164-169

токсичных элементов в пищевых продуктах и продовольственном сырье выявил, что особые аналитические трудности возникают в процессе подготовки проб с высоким содержанием масла (бобах, орехах и семенах масличных культур), обусловленные рядом причин: во-первых, на начальном этапе деструкции жиродержащих продуктов не удается избежать пенообразования и выбрасывания частей минерализата, что может приводить к потерям определяемых элементов; во-вторых, большим расходом минеральных концентрированных кислот, используемых при деструкции и кислотной экстракции, что существенно удорожает анализ и увеличивает риск контаминации пробы металлами; в-третьих, повышенным риском возникновения избыточного внутреннего давления при использовании закрытых систем для минерализации [10, 11, 15].

Вышеуказанные причины делают актуальным разработку новых подходов к технологии подготовки пробы с высоким содержанием жира, в частности семян подсолнечника – важнейшей масличной культуры во многих странах мира, в том числе России и ее регионов, которые могли бы повысить эффективность и существенно нивелировать основные аналитические сложности анализа.

В связи с этим целью нашего исследования явилось разработка способа определения тяжелых металлов в семенах подсолнечника атомно-абсорбционным методом на основе дробной минерализации.

### Материалы и методы

Объектом исследования выступили сортовые семена подсолнечника кондитерских сортов с исходным фоновым содержанием токсичных элементов (свинца, мышьяка, ртути, кадмия) менее 0,25 ПДК каждого.

Подготовку контрольных проб к анализу проводили согласно ГОСТ 26929-94 [12] с применением сухой минерализации (СМ) и мокрой минерализации (ММ).

Для подготовки опытных проб использовали разработанный способ дробной минерализации, предполагающий разложение пробы на жировую (масло) и обезжиренную фракции, с последующей сухой минерализацией шрота и прямым определением металлов в масле методом электротермической атомно-абсорбции (ААС-ЭТА). Способ реализовывали следующим образом: навеску измельченных семян массой  $5 \pm 0,01$  г. помещали в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , заливали  $40 \text{ см}^3$  нейтрального этилового эфира, настаивали в течение 2 ч, периодически встряхивая, фильтровали через обеззоленный фильтр, отбирали  $25 \text{ см}^3$  фильтрата в колбу, предварительно доведенную до постоянной массы и отгоняли

эфир на водяной бане. Фракцию масла высушивали до постоянной массы и определяли тяжелые металлы методом ААС способом прямого ввода [16], модифицированным нами использованием биполярного растворителя н-гексан–изопропанол в соотношении 1:6:2 от массы пробы, что позволило повысить способность раствора к образованию нераздельнок кипящей азеотропной смеси, а также минимизировать разбавление пробы масла без потери возможности обнаружения низких концентраций элементов. В качестве модификатора матрицы использовали хлорид палладия с концентрацией палладия 10 мг/мл. Определение элементов выполняли по методу градуировочного графика с использованием балласта для снижения фоновых явлений.

Фракцию шрота освобождали от эфира, отбирали навеску массой  $2,0 \pm 0,01$  г. и подвергали сухой минерализации при температуре  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 7 ч. 30 мин.

Расчет суммарной массовой концентрации элемента в пробе семян подсолнечника по способу ДМ вели исходя из значений масличности в мг/кг следующим образом:

$$m = (m_1 w_1) + (m_2 w_2), \quad (1)$$

где  $m$  – массовая концентрация элемента в пробе;  $m_1$  – масса элемента в шроте, мг/кг;  $w_1$  – выход шрота, в единицах;  $m_2$  – масса элемента в масле, мг/кг;  $w_2$  – массовая доля масла, в единицах.

Правильность предлагаемого способа проверяли методом добавок «введено-найдено», для этого измельченные ядра семян подсолнечника контаминировали аликвотами водных растворов стандартных образцов металлов на уровне 1,0 ПДК согласно ТР ТС 015/2011: свинца – 1,0 мг/кг, мышьяка – 0,3 мг/кг, ртути – 0,05 мг/кг, кадмия – 0,1 мг/кг. Содержание токсичных элементов в контаминированных пробах определяли с использованием различных способов пробоподготовки.

Определение токсичных элементов проводили на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием НИИ комплексных проблем АГУ с использованием следующего основного оборудования и реактивов: атомно-абсорбционного спектрометра «КВАНТ-Z.ЭТА», муфельной печи SNOL, сушильного шкафа ПЭ-4610, кислот азотной, серной, соляной и хлорной.ч., ГСО металлов 7998-93, 7012-93, 6690-93, 7264-96.

### Результаты и обсуждение

Результаты исследования содержания токсичных элементов в фракциях семян подсолнечника, полученные ААС методом с использованием пробоподготовки ДМ представлены в таблице 1.

Таблица 1.  
Содержание токсичных элементов в фракциях семян, определенных ААС методом с применением ДМ

Table 1.  
The maintenance of toxic elements in fractions of the seeds determined by AAS by method with application of FM

Элемент Element	Содержание элементов во фракциях, мг/кг The maintenance of elements in fractions, mg/kg	
	шрот  oilcake	масло   oil
Pb	0,33 ±0,07	0,55 ±0,02
Cd	0,14 ±0,01	0,05 ±0,01
Cu	18,2 ±0,25	9,8 ±0,08
As	<0,001	
Hg	<0,001	

На основании данных о содержании металлов во фракциях семян и с учетом маслячности семян рассчитывали содержание токсичных элементов в семенах подсолнечника и сравнивали значения с показателями, полученными при использовании контрольных способов подготовки проб (таблица 2).

Таблица 2.

Содержание токсичных элементов в семенах подсолнечника, в зависимости от способа минерализации

Table 2.

The maintenance of toxic elements in sunflower seeds, depending on a way of a mineralization

Элемент Element	Содержание элементов при разных способах минерализации, мг/кг The maintenance of elements at different ways of a mineralization, mg/kg		
	СМ (DM)	ММ (WM)	ДМ (FM)
Pb	0,31 ±0,043*	0,38 ±0,031*	0,45 ±0,065
Cd	0,091 ±0,015	0,093 ±0,02	0,095 ±0,01
Cu	11,76 ±0,06*	13,1 ±0,062	13,62 ±0,015

Примечание: \* –  $p \leq 0,05$  с ДМ способом пробоподготовки

Как видно из полученных данных, в исследованных образцах, минерализованных способом СМ и ММ мышьяк и ртуть, не были обнаружены. На концентрацию Cd в семенах, которая составила в среднем  $0,093 \pm 0,002$  мг/кг, способ подготовки проб не оказал достоверных различий. Концентрации меди, полученные ММ и ДМ минерализацией близки и достоверно не различимы, а при использовании СМ наблюдаются достоверные ( $**p \leq 0,01$ ) отличия

как от ДМ, так и от ММ подготовки. Концентрации Pb, полученные способами СМ и ММ показывают достоверные отличия от ДМ ( $**p \leq 0,05$ ), что может свидетельствовать о потерях элемента в процессе минерализации контрольными способами.

Контроль открываемости токсичных элементов с использованием пробоподготовки ДМ проверяли методом добавок «введено-найденно» (таблица 3).

Таблица 3.

Результаты определения токсичных элементов в семенах подсолнечника методом добавок «введено-найденно» с использованием разных способов пробоподготовки (n = 5, P = 0,95)

Table 3.

The results of the determination of toxic elements in sunflower seeds by the "introduced-found" additives method using different methods of sample preparation

Элемент Element	Фоновое содержание, мг/кг Background content, mg/kg	Введено, мг/кг Added, mg/kg	Найдено, мг/кг Found, mg/kg			R (открываемость), (openability)%		
			СМ (DM)	ММ (WM)	ДМ (FM)	СМ (DV)	ММ (WM)	ДМ (FM)
Pb	0,12 ±0,03	1,0	0,97 ±0,08	1,06 ±0,02	1,1 ±0,06	86,6	94,6	98,2
Cd	0,07 ±0,006	0,1	0,135 ±0,07	0,15 ±0,001	0,15 ±0,07	79,4	90,0	88,2
As	0,035 ±0,004	0,3	0,279 ±0,04	0,29 ±0,03	0,31 ±0,07	83,3	87,2	92,5
Hg	0,006 ±0,001	0,05	0,04 ±0,017	0,04 ±0,002	0,045 ±0,003	71,4	78,6	80,4

Как видно из таблицы 3, наибольшие различия в результатах ДМ пробоподготовки в сравнении с СМ наблюдаются для ионов Pb (11,6%), менее выраженные – для As, Hg и Cd, – 9,3%,

8,9% и 8,8% соответственно. При сравнении ДМ и ММ больший процент открываемости показали мышьяк и свинец на 5,3% и 3,6% соответственно, а для Hg и Cd достоверных различий не выявлено.

Таким образом удалось повысить общий процент открываемости элементов в среднем до 90,8%. Данные метрологических характеристик определения токсичных элементов методом атомно-абсорбционной спектроскопии на основе предлагаемого способа пробоподготовки в сравнении с контрольными, свидетельствуют о более высоких показателях сходимости (dotn) и воспроизводимости (Dotn) для кадмия и свинца. Допустимые нормативными документами погрешности в измерении кадмия dotn – 22% и Dotn – 36% удалось снизить при использовании ДМ на 4,6% и 5,1%, а для свинца dotn – 28% и Dotn – 42% на 4,4% и 4,7% соответственно.

Одним из важных показателей эффективности метода является показатель общей продолжительности определения, в особенности, учитывается время непосредственного контакта аналитика с пробой. Результаты хронометража проведения пробоподготовки разными способами представлены на рисунке 1.

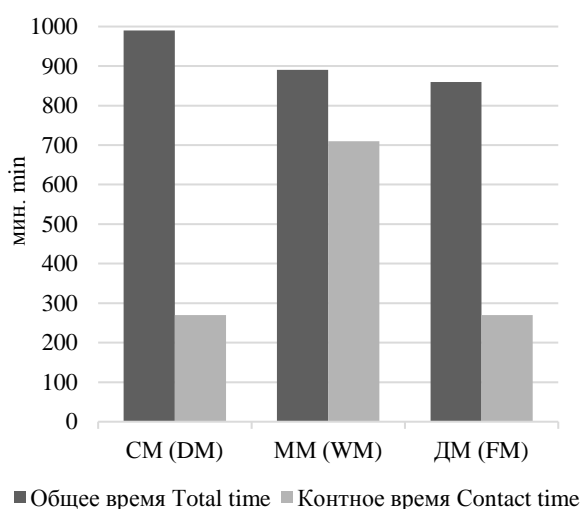


Рисунок 1. Временные затраты на проведение пробоподготовки

Figure 1. Time spent on sample preparation

Общее время, затрачиваемое на СМ, составило 16 ч 30 мин ( $\pm 20$  мин): это время на обугливание на электроплитке – 3 ч 10 мин, озоление в муфельной печи – 12 ч, на остывание тигля и выпаривание кислоты – 1 ч 20 мин, время контактной работы аналитика составило 4 ч 30 мин. При ММ затрачивается 14 ч 50 мин ( $\pm 30$  мин) общего времени, из них 11 ч 50 мин

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1 Куприянов А.В. Система обеспечения качества и безопасности пищевой продукции // Вестник Оренбургского государственного университета. 2014. № 3 (164). С. 164–167
- 2 Толстова Е.Г. Контроль сырья как необходимое условие обеспечения безопасности готовой продукции // Вестник НГИЭИ. 2013. № 8(27) С. 99–104.

приходится на контактную работу аналитика. Общее время ДМ 14 ч 20 мин ( $\pm 20$  мин) с учетом проведения процедуры разделения семян на фракции. Процедуру ДМ можно проводить совместно с определением масличности семян, учитывая, что определение масличности является обязательным при теххимическом контроле на предприятиях, заготавливающих и поставляющих семена масличных культур, в том числе подсолнечника. Общее время минерализации, без учета разделения фракций по способу ДМ составляет 9 ч 40 мин, что в сравнении с СМ способом меньше на 6 ч 50 мин ( $\pm 35$  мин) и 4 ч 40 мин ( $\pm 42$  мин) в сравнении с ММ. Данный способ позволил снизить время пробоподготовки в среднем на 4–6 ч, при совмещении с процессом определения масличности семян. Сократить общее время пробоподготовки стало возможным за счет уменьшения времени обугливания обезжиренного шрота (с 1,5 ч до 40 мин) и продолжительности минерализации шрота в муфельной печи (2 полных цикла, вместо 4).

#### Заключение

Впервые для определения содержания тяжелых металлов в семенах подсолнечника был применен способ дробной минерализации, который позволил сократить время минерализации и улучшить метрологические характеристики: повысить среднюю открываемость исследуемых элементов до 90,8%, снизить погрешность сходимости результатов исследования кадмия и свинца (на 4,5%) и воспроизводимости (на 4,9%). Научная новизна технического решения подтверждена патентом РФ (№ 2645995, от 28.02.2018). Способ может быть рекомендован для использования в системе теххимического и экологического мониторинга содержания токсичных элементов в пробах растительного сырья с высоким содержанием масла.

#### Благодарности

Исследование проводится при поддержке Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере по программе «УМНИК» по теме «Разработка ферментативного скринингового тест-набора для оценки уровня содержания токсичных элементов в растительных маслах» в рамках договора № 0039927 от 8 февраля 2018 г.

- 3 Bian B., Suo W., Hai L., Lin F. et al. Health risk assessment of metals in food crops and related soils amended with biogas slurry in Taihu Basin: perspective from field experiment // Environmental science and pollution research international. 2015. №22. P. 7794. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-4292-2>

REFERENCES

- 4 Kulek de Andrade C., Klack de Brito P.M., Egéa dos Anjos V., Pércio Quináia S. Determination of Cu, Cd, Pb and Cr in yogurt by slurry sampling electrothermal atomic absorption spectrometry: A case study for Brazilian yogurt //Food Chemistry. 2018. V. 240. P. 268–274 DOI.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.111.
- 5 Kulek de Andrade C., Egéa dos Anjos V., Lurdes Felsner M., Reyes Torres Y. et al. Direct determination of Cd, Pb and Cr in honey by slurry sampling electrothermal atomic absorption spectrometry //Food Chemistry, 2014. V. 146. P.166–173, DOI.org/10.1016/j.foodchem.2013.09.065.
- 6 Ребезов М.Б., Зыкова И.В., Белокаменская А.М., Ребезов Я.М. Контроль качества результатов анализа при реализации методики фотоэлектрической колориметрии и инверсионной вольтамперометрии в исследовании проб пищевых продуктов на содержание мышьяка // Вестник Новгородского государственного университета им. Ярослава Мудрого. 2013. Т. 2. №. 71. С 43–48
- 7 Macedo de Oliveira R., Clara Nascimento Antunes A., Antunes Vieira M., Lisbôa Medina A. et al. Evaluation of sample preparation methods for the determination of As, Cd, Pb, and Se in rice samples by GF AAS // Microchemical Journal. 2016. V. 124. P. 402–409, DOI.org/10.1016/j.microc.2015.09.018.
- 8 Milão de Oliveira T., Augusto Peres J., Lurdes Felsner M., Cristiane Justi K. Direct determination of Pb in raw milk by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF AAS) with electrothermal atomization sampling from slurries // Food Chemistry. 2017. V. 229. P. 721–725 DOI.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.143
- 9 Амелин В.Г., Лаврухина О.И. Обеспечение безопасности пищевых продуктов средствами химического анализа // Журнал аналитической химии. 2017. № 1. С. 3–49.
- 10 Дьяченко Ю.А., Цикуниб А.Д., Чусов Т.С. Аналитические проблемы определения тяжелых металлов в пробах с высоким содержанием жира // Современные тенденции развития науки и технологий: сборник научных трудов по материалам VIII Международной научно – практической конференции 30 ноября 2015 г.: в 10 ч. Ч. 8. Белгород: ИП Ткачева Е.П., 2015. С 8–12
- 11 Радион Е.В. Классические методы анализа: практическое применение. Минск, 2013. 76 с.
- 12 ГОСТ 26929–94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения токсичных элементов М.: Стандартинформ, 2010. 9 с.
- 13 ГОСТ 31671–2012 (EN 13805:2002) Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении. М.: Изд-во стандартов, 2010. 13 с.
- 14 Якубенко Е.В., Войткова З.А., Черникова И.И., Ермолаева Т.Н. Микроволновая пробоподготовка для определения Si, P, V, Cr, Mn, Ni, Cu, W методом АЭС-ИСП в конструкционных сталях //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №. 1. С. 12–15.
- 15 Тринеева О.В., Сливкин А.И., Дортгульев Б. Определение тяжелых металлов в лекарственном растительном сырье и масляных препаратах на его основе (на примере листьев крапивы двудомной и плодов облепихи крушиновидной) //Вестник Воронежского государственного университета. Серия: Химия. Биология. Фармация. 2015. №. 1. С. 152–155.
- 16 Голубятников Н.И., Карпенко Л.П., Бабчук Л.Н., Журавлев А.С. Прямое определение токсичных металлов в растительных маслах модифицированным атомно абсорбционным методом //Актуальные проблемы транспортной медицины». 2013. № 2(32). С. 64–66
- 1 Kupriyanov A.V. Quality Assurance System and Food Safety. *Vestnik Orenburgskogo gosudarstvennogo universiteta* [Bulletin of the Orenburg State University]. 2014. no. 3 (164). pp.164–167. (in Russian)
- 2 Tolstova E.G. Control of raw materials as a prerequisite for ensuring the safety of finished products. *Vestnik NGIEI* [Proceedings of NSIEI] 2013. no. 8(27). pp. 99–104.(in Russian)
- 3 . Bian B., Suo W., Hai L., Lin F. et al. Health risk assessment of metals in food crops and related soils.amended with biogas slurry in Taihu Basin: perspective from field experiment, Environmental science and pollution research international. 2015. no.22. pp. 7794. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-4292-2>
- 4 Kulek de Andrade C., Klack de Brito P.M., Egéa dos Anjos V., Pércio Quináia S. Determination of Cu, Cd, Pb and Cr in yogurt by slurry sampling electrothermal atomic absorption spectrometry: A case study for Brazilian yogurt //Food Chemistry. 2018. vol. 240. pp. 268–274 DOI.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.111.
- 5 Kulek de Andrade C., Egéa dos Anjos V., Lurdes Felsner M., Reyes Torres Y. et al. Direct determination of Cd, Pb and Cr in honey by slurry sampling electrothermal atomic absorption spectrometry //Food Chemistry, 2014. vol. 146. pp.166–173, DOI.org/10.1016/j.foodchem.2013.09.065.
- 6 Rebezov M.B., Zykova I.V., Belokamenskaya A.M., Rebezov YA. M. Quality control of analysis results in the implementation of photoelectric colorimetry and inversion voltammetry techniques in the study of food samples for arsenic content. *Vestnik Novgorodskogo gosudarstvennogo universiteta im. Yaroslava Mudrogo* [Bulletin of Novgorod State University. Yaroslav the Wise] 2013. vol. 2. no.. 71. pp. 43–48 (in Russian)
- 7 Macedo de Oliveira R., Clara Nascimento Antunes A., Antunes Vieira M., Lisbôa Medina A. et al. Evaluation of sample preparation methods for the determination of As, Cd, Pb, and Se in rice samples by GF AAS. *Microchemical Journal*. 2016. vol. 124. pp. 402–409, DOI.org/10.1016/j.microc.2015.09.018.
- 8 Milão de Oliveira T., Augusto Peres J., Lurdes Felsner M., Cristiane Justi K. Direct determination of Pb in raw milk by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF AAS) with electrothermal atomization sampling from slurries. *Food Chemistry*. 2017. vol. 229. pp. 721–725 DOI.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.143
- 9 Amelin V.G., Lavruhina O.I. Ensuring food safety by means of chemical analysis. *ZHurnal analiticheskoy himii* [Journal of Analytical Chemistry]. 2017. no.1. pp. 3–49.(in Russian)
- 10 D'yachenko YU.A., Cikunib A.D., CHusov T.S. Analytical problems in the determination of heavy metals in high-fat samples. *Sovremennye tendencii razvitiya nauki i tekhnologii: sbornik nauchnyh trudov po materialam VIII Mezhdunarodnoj nauchno – prakticheskoy konferencii 30 noyabrya 2015 g.: v 10 ch* [Modern trends in the development of science and technology] Belgorod, IP Tkacheva E.P., 2015. pp. 8–12 (in Russian)
- 11 Radion E.V. Klassicheskie metody analiza: prakticheskoe primeneniye [Classical methods of analysis: practical application] Минск, 1013. 76 pp. (in Russian)
- 12 GOST 26929–94. Syr'e i produkty pishchevye. Podgotovka prob. Mineralizatsiya dlya opredeleniya toksichnyh ehlementov [Raw material and food-stuffs. Preparation of samples. Decomposition of organic matters for analysis of toxic elements] Moscow, Standartinform Publ., 2010. 9 p.(in Russian)

13 GOST-31671–2012 (en-13805–2002) Food products. Definition of trace elements. Sample preparation by mineralization at elevated pressure [Foodstuffs. Determination of trace elements. Preparation of samples by pressure digestion] Moscow, Standartinform Publ, 2010, 13 p. (in Russian)

14 YAkubenko E V Vojtkova Z A Chernikova I I Ermolaeva T N Sample preparation for the determination of Si, P, V, Cr, Mn, Ni, Cu, W by the method of AES-ICP in structural steels. *Zavodskaya laboratoriya Diagnostika materialov* [Factory Laboratory. Diagnostics of materials] 2014. vol. 80. no. 1. pp. 12–15 (In Russian)

#### СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

**Юлия А. Демченко** ст. преподаватель кафедры химии АГУ, эксперт-биохимик лаборатории нутрициологии и экологии НИИ Комплексных проблем, Адыгейский государственный университет, ул. Гагарина 13, г. Майкоп, 385000, Россия, jesi-001@mail.  
**Аминет Д. Цикуниб** д.б.н., профессор, зав. кафедрой химии, директор НИИ Комплексных проблем, Адыгейский государственный университет, ул. Первомайская 208, г. Майкоп, 385000, Россия, cikunib58@mail.ru

#### КРИТЕРИЙ АВТОРСТВА

**Юлия А. Демченко** обзор литературных источников по исследуемой проблеме, провела эксперимент, выполнила расчёты, написала рукопись, несет ответственность за плагиат

**Аминет Д. Цикуниб** предложила методику проведения эксперимента, корректировала ее до подачи в редакцию, проводила консультации в ходе исследования

#### КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**ПОСТУПИЛА 19.05.2018**

**ПРИНЯТА В ПЕЧАТЬ 07.08.2018**

15 Trineeva O.V., Slivkin A.I., Dortgulyev B. Determination of heavy metals in medicinal plant materials and oil preparations based on it (using the example of nettle leaves and sea buckthorn berries. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Himiya. Biologiya. Farmaciya.* [Bulletin of Voronezh State University. Series: Chemistry. Biology. Pharmacy] 2015. no. 1. pp. 152–155.(in Russian)

16 Golubyatnikov N I Karpenko L P Babchuk L N ZHuravlev A S Direct determination of toxic metals in vegetable oils by the modified atomic absorption method. *Aktualn problemi transportno medicine* [Actual problems of transport medicine] 2013. no. 2.32. pp. 64–66. (In Russian)

#### INFORMATION ABOUT AUTHORS

**Yuliya A. Demchenko** senior teacher of chemistry department, expert-biochemist of laboratory of a nutricytology and ecology of scientific research institute of Complex problems, Adyghe State University, Gagarin st. 13, Maykop, 385000, Russia, jesi-001@mail.

**Aminet D. Tsikunib** Dr.Sci. (Biol.), professor, managing department of chemistry the director of scientific research institute of Complex problems of ASU, Adyghe State University, Pervomayskaya St. 208, Maykop, 385000, Russia, cikunib58@mail.ru

#### CONTRIBUTION

**Yuliya A. Demchenko** review of the literature on an investigated problem, conducted an experiment, performed computations, proposed a scheme of the experiment and organized production trials, wrote the manuscript, is responsible for plagiarism

**Aminet D. Tsikunib** proposed a scheme of the experiment, correct it before filing in editing, consultation during the study

#### CONFLICT OF INTEREST

The authors declare no conflict of interest.

**RECEIVED 5.19.2018**

**ACCEPTED 8.7.2018**