

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



# ПАТЭНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 19526

Способ определения содержания селена в биологических объектах  
или пищевых продуктах

выдадзены

Нацыянальным цэнтрам інтэлектуальнай уласнасці  
ў адпаведнасці з Законам Рэспублікі Беларусь  
«Аб патэнтах на вынаходствы, карысныя мадэлі, прамысловыя ўзоры»

Патэнтаўладальнік (патэнтаўладальнікі):

Государственное учреждение "Республиканский научно-  
практический центр гигиены" (ВУ)

Аўтар (аўтары):

Ивашкевич Людмила Станиславовна; Бутько Зинаида  
Трофимовна; Плешкова Анна Александровна (ВУ)

Заяўка № а 20120996

Дата падачы: 05.07.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэстры  
вынаходстваў:

24.06.2015

Дата пачатку дзеяння:

05.07.2012



Генеральны дырэктар  
"НПЦГ"  
Вход № 03  
11 2015 г.

П.М. Броўкін

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 19526

(13) С1

(46) 2015.10.30

(51) МПК

G 01N 21/72 (2006.01)

(54)

## СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕЛЕНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ ИЛИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

(21) Номер заявки: а 20120996

(22) 2012.07.05

(43) 2014.02.28

(71) Заявитель: Государственное учреждение "Республиканский научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(72) Авторы: Ивашкевич Людмила Станиславовна; Бутько Зинаида Трофимовна; Плешкова Анна Александровна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Государственное учреждение "Республиканский научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(56) CARRION N. et al. Spectrochimica Acta Part B, 2003. - V. 58. - Is. 8. - P. 1375-1389.

KARDOS J. et al. Ann. Ist. Super. Sanità. - 1989. - V. 25. - No. 3. - P. 505-510.

BENZO Z. et al. J. Braz. Chem. Soc. - 2011. - V. 22. - No. 9. - P. 1782-1787.

MATUSIEWICZ H. et al. Microchemical Journal. - 2010. - V. 95. - Is. 2. - P. 213-221.

MATUSIEWICZ H. et al. Microchemical Journal. - 2007. - V. 86. - Is. 1. - P. 102-111.

ЛЯКОТА В.Н. и др. ЖАХ. - 1999. - Т. 54. - № 3. - С. 285-287.

(57)

Способ определения содержания селена в биологических объектах или пищевых продуктах, при котором осуществляют мокрое сжигание органической части образца смесью азотной кислоты и перекиси водорода в объемном соотношении 8:2 под давлением 1,1-1,5 МПа в микроволновом минерализаторе в течение 15-25 мин, затем полученный минерализат упаривают до мокрых солей с добавлением 1 мл концентрированной перекиси водорода и 1 мл концентрированной соляной кислоты, остаток мокрых солей растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты, далее анализируют с помощью атомно-эмиссионной спектроскопии с ультразвуковым распылителем и находят содержание селена в исследуемом образце.

Изобретение относится к медицинской химии, биохимии, в частности к способам контроля содержания селена в биологических объектах, пищевых продуктах, и предназначено для лабораторных служб госэпиднадзора и других медицинских учреждений, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов, а также исследующих обеспеченность организма человека важнейшим незаменимым микроэлементом-селеном.

Известен способ определения селена в биологических объектах и пищевых продуктах, включающий мокрое сжигание органической части исследуемого образца смесью азотной кислоты и перекиси водорода, восстановление шестивалентного селена до четырехвалентного, получение комплекса селенистой кислоты и 2,3-диаминонафталина - 4,5-пиазоселенола и измерение интенсивности флуоресценции полученного комплекса с последующим определением селена в исследуемом образце, при этом берут образец массой 0,5-1,0 г,

мокрое сжигание органической части исследуемого образца осуществляют в микроволновом минерализаторе при объемном соотношении азотной кислоты и перекиси водорода, равном 8:2, под давлением 1,1-1,5 МПа в течение 15-25 мин, восстановление шестивалентного селена до четырехвалентного ведут одновременно с удалением азотной кислоты путем добавления к минерализованному раствору 0,5 мл 35 %-ной перекиси водорода и упаривания досуха [1].

Указанный способ является прототипом по отношению к заявляемому. Общими признаками для заявляемого способа и прототипа являются мокрое сжигание органической части образца, упаривание образца с целью удаления азотной кислоты.

Однако указанный способ-прототип обладает следующими недостатками. Присутствие остатков азотной кислоты влияет на флуоресценцию комплекса 4,5-пиазоселенолов и приводит к искажению результатов анализа. Флуориметрический метод анализа является длительным, используемые для анализа реактивы - дорогостоящими и требующими тщательной очистки. Результаты метода часто зависят от квалификации химика-аналитика, метод имеет высокую погрешность анализа.

Задачей заявляемого способа является повышение точности результатов, сокращение времени проведения анализа и удешевление его себестоимости. Поставленная задача достигается следующим образом.

Предложен способ определения содержания селена в биологических объектах или пищевых продуктах, при котором осуществляют мокрое сжигание органической части образца смесью азотной кислоты и перекиси водорода в объемном соотношении 8:2 под давлением 1,1-1,5 МПа в микроволновом минерализаторе в течение 15-25 мин, затем полученный минерализат упаривают до мокрых солей с добавлением 1 мл концентрированной перекиси водорода и 1 мл концентрированной соляной кислоты, остаток мокрых солей растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты, далее анализируют с помощью атомно-эмиссионной спектроскопии с ультразвуковым распылителем и находят содержание селена в исследуемом образце.

Использование ультразвукового распылителя позволяет повысить пределы обнаружения элементов, в частности селена, в связи с тем, что за счет моментального нагрева и охлаждения образца удаляется значительная часть растворителя и в плазму поступает более концентрированный образец.

Однако при анализе низких концентраций селена на результатах анализа сказываются матричные влияния, в частности влияние высоких концентраций азотной кислоты. Минерализацию биосубстратов или пищевых продуктов проводят с использованием концентрированной азотной кислоты, в связи с чем ее содержание в минерализованном растворе составляет 20-30 %. Известно, что из всех минеральных кислот наименьшее матричное влияние оказывает соляная кислота. В связи с этим азотную кислоту необходимо удалить, что достигается упариванием минерализованных растворов до мокрых солей с использованием перекиси водорода и соляной кислоты. Полученный остаток растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты и доводят до объема 25 мл.

Результаты определения селена заявляемым способом и согласно прототипу приведены в табл. 1-4.

## **Пример 1.**

Определение селена в волосах головы.

Взвешивают и переносят во фторопластовые реакционные камеры для сжигания по 0,5 г исследуемого образца, добавляют по 8 см<sup>2</sup> концентрированной азотной кислоты и 2,0 см<sup>3</sup> перекиси водорода (35-50 %), оставляют при температуре 18-23 °С на 15 мин. Затем реакционные камеры помещают в микроволновой минерализатор и проводят минерализацию в течение 20 мин, для чего используют контрольные цифры давления 1,1 МПа и температуры 210 °С. Анализируемые образцы после минерализации охлаждают и количественно переносят в фарфоровые тигли. Для удаления следов азотной кислоты в пробы

# ВУ 19526 С1 2015.10.30

добавляют по 1 мл концентрированной (35-50 %) перекиси водорода и 1 мл концентрированной соляной кислоты. Тигель помещают на плитку, упаривают минерализат до мокрых солей, остаток растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты, количественно переносят содержимое в мерную колбу объемом 25 мл и доводят до метки раствором этой же кислоты.

Проводят измерения содержания селена в образце на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon или другом с аналогичными параметрами, с применением ультразвукового распылителя с использованием параметров метода проведения анализа, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

## Основные параметры прибора и характеристики атомно-эмиссионного метода определения свинца

|   |                                      |
|---|--------------------------------------|
| Мощность генератора - 1000-1100 Вт          | Количество точек измерения - 5       |
| Скорость потока газа плазмы - 12 л/мин      | Количество точек расчета - 1         |
| Скорость потока газа в оболочке - 0,2 л/мин | Шаг - 0,002 нм                       |
| Скорость вспомогательного газа - 0 л/мин    | Размер входной/выходной щели -20/15  |
| Распылитель - 0,8 л/мин при 2,82 барах      | Время промывки - 40 с                |
| Скорость подачи пробы - 0,84 л/мин          | Время транспортировки образца - 40 с |
| Длина волны измерения - 196,026 нм;         | Время стабилизации плазмы - 10с      |

Полученные данные по определению селена в волосах головы (референсный образец NCS ZC 81002b) приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Способ исследования           | Содержание селена, мг/кг | Относительное стандартное отклонение, % | Время проведения анализа, ч |
|-------------------------------|--------------------------|---|-----------------------------|
| Заявляемый способ             | 0,61                     | 3,3                                     | 2 - 3                       |
| Прототип                      | 0,64                     | 8,3                                     | 5 - 6                       |
| Аттестованное значение, мг/кг | 0,59                     | -                                       | -                           |

### Пример 2.

Определение селена в куриных яйцах.

Определение селена в куриных яйцах проводят аналогично определению селена в волосах головы. Берут навеску массой 0,5 г, добавляют по 8 см<sup>2</sup> концентрированной азотной кислоты и 2,0 см<sup>3</sup> перекиси водорода (36-50 %), оставляют при температуре 18-23 °С на 15 мин. После чего проводят минерализацию в течение 25 мин, при этом используют контрольные цифры давления 1,3 МПа и температуры 210 °С. Анализируемые образцы после минерализации охлаждают и количественно переносят в фарфоровые тигли. Для удаления следов азотной кислоты в пробы добавляют по 1 мл концентрированной перекиси водорода и 1 мл раствора концентрированной соляной кислоты. Тигель помещают на плитку, упаривают минерализат до мокрых солей, остаток растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты, количественно переносят содержимое в мерную колбу объемом 25 мл и доводят до метки раствором этой же кислоты.

Проводят измерения содержания селена в образце на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon с применением ультразвукового распылителя с использованием параметров метода проведения анализа, приведенных в табл. 1.

Полученные данные по определению селена в куриных яйцах приведены в табл. 3.

Таблица 3

| Метод исследований | Содержание селена, мкг/кг | Относительное стандартное отклонение, % | Время проведения анализа, часы |
|--------------------|---------------------------|---|--------------------------------|
| Заявляемый способ  | 246,3                     | 4,5                                     | 2-3                            |
| Прототип           | 235,8                     | 5,8                                     | 4-5                            |

### Пример 3.

Определение селена в детской молочной смеси "Беллакт".

Взвешивают навеску массой 0,5 г, вносят во фторопластовый реакционный сосуд, добавляют по 8 см<sup>2</sup> концентрированной азотной кислоты и 2,0 см<sup>3</sup> перекиси водорода (36-50 %), оставляют при температуре 18-23 °С на 15 мин. После чего проводят минерализацию в течение 25 минут, при этом используют контрольные цифры давления 1,5 МПа и температуры 210 °С. Анализируемые образцы после минерализации охлаждают и количественно переносят в фарфоровые тигли. Для удаления следов азотной кислоты в пробы добавляют по 1 мл концентрированной перекиси водорода и 1 мл раствора концентрированной соляной кислоты. Тигель помещают на плитку, упаривают минерализат до мокрых солей, остаток растворяют в 1 %-ном растворе соляной кислоты, количественно переносят содержимое в мерную колбу объемом 25 мл и доводят до метки раствором этой же кислоты.

Проводят измерения содержания селена в образце на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon с применением ультразвукового распылителя с использованием параметров метода проведения анализа, приведенных в табл. 1.

Полученные данные по определению селена в детской молочной смеси приведены в табл. 4.

Таблица 4

| Метод исследований               | Содержание селена, мг/кг | Относительное стандартное отклонение, % | Время проведения анализа, ч |
|----------------------------------|--------------------------|---|-----------------------------|
| Заявляемый способ                | 19,0                     | 4,9                                     | 2 - 3                       |
| Прототип                         | 21,0                     | 6,1                                     | 5 - 6                       |
| Регламентируемое значение, мг/кг | 19,5                     | -                                       | -                           |

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого способа заключается в упрощении анализа определения содержания селена в образцах пищевых продуктов и биосубстратах, повышении его точности, уменьшении времени проведения анализа на 2-3 ч, а также снижении его себестоимость примерно на 20 %.

Использование данного способа увеличивает выбор вариаций в аппаратном оформлении, расширяет возможности применения способа для определения содержания микроэлемента селена в пищевых продуктах, биологических биосубстратах.

Источники информации:

1. Патент РБ 12675, 2008.