

РЭСПУБЛІКА БЕЛАРУСЬ



# ПАТЭНТ

НА ВЫНАХОДСТВА

№ 19573

Способ определения мышьяка в биосубстратах 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; Плешкова Анна Александровна (ВУ)

Заяўка № а 20121591

Дата падачы: 19.11.2012

Зарэгістравана ў Дзяржаўным рэестры  
вынаходстваў:

09.07.2015

Дата пачатку дзеяння:

19.11.2012



Государственный центр интеллектуальной собственности  
"НПЦГ"  
Вход № 03» 11 2015 г.

П.М. Броўкін

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**  
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **19573**

(13) **С1**

(46) **2015.10.30**

(51) МПК

**G 01N 21/71** (2006.01)

(54) **СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА В БИОСУБСТРАТАХ ИЛИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ**

(21) Номер заявки: а 20121591

(22) 2012.11.19

(43) 2014.06.30

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

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

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

(56) ВУ 6711 С1, 2004.

ВУ 4355 С1, 2002.

MARINE S. et al. J. Plant. Develop. - 2011. - V. 18. - P. 87-93.

MATUSIEWICZ H. et al. Analytical Sciences. - 2006. - Vol. 22. - No. 2. - P. 249-253.

YANG L.-L. et al. Analytical Sciences, 2003. - Vol. 19. - No. 6. - P. 897-902.

BOUTAKHRIT K. et al. Talanta. - 2006. - V. 55. - Is. 4. - P. 1042-1047.

RAHMAN L. et al. Talanta. - 2000. - V. 52. - Is. 5. - P. 833-843.

ЛЮБИМОВ М.В. Токсикологический вестник. - 1996. - № 5. - С. 31-34.

ГОСТ 31266-2004. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка.

(57)

Способ определения содержания мышьяка в биосубстратах или пищевых продуктах, при котором проводят кислотную минерализацию пробы образца с помощью микроволнового анализатора, в минерализованный остаток вносят 1 мл 10 %-ного раствора йодида калия, упаривают до мокрых солей, полученный остаток разводят 1-6 н раствором соляной кислоты до объема 25 мл, полученный раствор анализируют с помощью атомно-эмиссионной спектроскопии с использованием гидридной приставки и определяют содержание мышьяка в биосубстратах или пищевых продуктах.

Изобретение относится к медицинской химии, биохимии, в частности к способам контроля содержания мышьяка в биологических объектах, пищевых продуктах, и предназначено для лабораторных служб госэпиднадзора и других медицинских учреждений, осуществляющих контроль безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов.

Известен способ определения содержания мышьяка в пищевых продуктах по ГОСТ 31266-2004 "Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка", включающий минерализацию продукта смесью кислот и реагентов-окислителей одним из трех способов (сухое озоление, автоклавная минерализация или кислотная экстракция для продуктов с жирностью выше 60 %), упаривание минерализованных рас-

творов до объема 1-2 мл, внесение в них карбамида и лимонной кислоты, проведение реакции гидрирования мышьяка в полученном растворе-минерализате с помощью борогидрида натрия, измерение доли мышьяка атомно-абсорбционным методом по величине атомного поглощения на резонансной длине волны 193,7 нм [1].

Указанный способ является прототипом по отношению к заявляемому.

Общими признаками указанного и заявляемого способа являются:

кислотная минерализация образца;

использование метода генерации гидридов для определения мышьяка.

Однако указанный способ-прототип обладает следующими недостатками. Сухое озоление может привести к потерям такого легколетучего элемента как мышьяк, а процесс минерализации занимает несколько суток. Процесс автоклавной минерализации занимает 5-6 ч. В процессе экстракции в раствор может перейти только часть токсичного элемента, находящегося в образце. Процесс экстракции занимает 3 ч. Кроме того, данный способ имеет недостаточную чувствительность для анализа продуктов детского питания, у которых допустимые уровни содержания мышьяка очень низкие.

Задачей заявляемого способа является сокращение времени проведения анализа, повышение точности. Поставленная задача достигается следующим образом.

Предлагается способ определения содержания мышьяка в биосубстратах или пищевых продуктах, при котором проводят кислотную минерализацию пробы образца с помощью микроволнового минерализатора, в минерализованный остаток вносят 1 мл 10 %-го раствора йодида калия, упаривают до мокрых солей, полученный остаток разводят 1-6 н раствором соляной кислоты до объема 25 мл, полученный раствор анализируют с помощью атомно-эмиссионной спектроскопии с использованием гидридной приставки и определяют содержание мышьяка в биосубстратах или пищевых продуктах.

Предложенное разложение образца с использованием микроволновой минерализации позволяет снизить время проведения анализа за счет сокращения самой длительной стадии - пробоподготовки. Кроме того, микроволновая минерализация позволяет проводить пробоподготовку продуктов с жирностью 60 % и выше, при этом весь содержащийся в продукте мышьяк переходит в раствор, снижаются потери из-за неполной минерализации образца методом кислотной экстракции.

После озоления минерализованный образец упаривают с добавлением 1 мл 10 %-ного раствора йодида калия до объема 1-2 мл. Данная процедура позволяет перевести мышьяк из более окисленных форм в трехвалентное состояние, что увеличивает чувствительность анализа, и удалить азотную кислоту, ухудшающую образование гидридов на последующих стадиях анализа.

Полученный остаток разводят до объема 25 мл раствором соляной кислоты в диапазоне концентраций 1-6 моль/л. Использование соляной кислоты для генерации гидридов более предпочтительно по сравнению с другими кислотами.

Заявителем изучена величина эмиссии мышьяка с концентрацией 5 мкг/л в растворах соляной кислоты разной молярности, которая приведена в табл. 1.

Таблица 1

Величина эмиссии, %	Концентрация соляной кислоты, моль/л			
	1	2	4	6
	100	102	98	99

Примечание: величина эмиссии приведена относительно эмиссии раствора мышьяка в соляной кислоте концентрацией 1 моль/л.

Как видно из табл. 1, влияние концентрации соляной кислоты в диапазоне концентраций 1-6 моль/л не влияет на результаты определения мышьяка в минерализованных образцах.

Измерение содержания мышьяка проводят не атомно-абсорбционным, а атомно-эмиссионным методом, что позволяет снизить пределы обнаружения определяемого эле-

# ВУ 19573 С1 2015.10.30

мента. Способ отличается высокой чувствительностью. Масса образца для минерализации составляет 0,5 г. Учитывая, что объем минерализата равен 25 мл, а чувствительности метода составляет 0,2 мкг/л, чувствительность определения равна 10 мкг/кг. В частности, для пищевой продукции это позволяет проводить определение мышьяка на уровне концентраций, ниже предельно допустимых, регламентируемых санитарными нормами, правилами и гигиеническими нормативами "Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов".

Результаты определения мышьяка заявляемым способом и согласно прототипу приведены в табл. 2-4.

## Пример 1.

Определение мышьяка в образце волос головы.

Образец волос массой 0,5 г помещают во фторопластовый сосуд приливают 7 мл конц. азотной кислоты и 3 мл 35 %-ной перекиси водорода. Образец с окислительным составом выдерживают при комнатной температуре 30 мин, затем помещают в микроволновой минерализатор MARS 5 и проводят озоление при следующих параметрах:  $T = 210\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P = 150\text{ psi}$ , время подъема температуры и давления 20 мин, время выдержки при заданных параметрах 10 мин. По окончании процесса минерализации сосуд охлаждают и содержимое количественно переносят в фарфоровый тигель. Упаривают на плитке с добавлением 1 мл 10 %-го раствора йодида калия до объема 1-2 мл. Остаток растворяют в соляной кислоте концентрацией 1-6 моль, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят до метки раствором соляной кислоты той же концентрации и проводят измерение на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon с применением гидридной приставки при длине волны 189,05 нм.

Полученные данные по определению содержания мышьяка в образце волос головы (референсный образец NCS ZC 81002b) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Способ исследования	Содержание мышьяка, мкг/г	Относительное стандартное отклонение, %	Степень извлечения, %	Время проведения анализа, ч
Заявляемый способ	0,193	4,3	97	1-2
Прототип	0,185	6,9	93	4-5
Аттестованное значение, мг/кг	0,198±0,023			

## Пример 2.

Определение мышьяка в морской рыбе.

Образец морской рыбы массой 2,0 г помещают во фторопластовый сосуд, приливают 12 мл конц. азотной кислоты и 3 мл 35 %-ной перекиси водорода. Образец с окислителями выдерживают при комнатной температуре 30 мин, затем помещают в микроволновой минерализатор MARS 5 и проводят озоление при следующих параметрах:  $T = 210\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $P = 195\text{ psi}$ , время подъема температуры и давления 25 мин, время выдержки при заданных параметрах 5 мин. По окончании процесса минерализации сосуд охлаждают и содержимое количественно переносят в фарфоровый тигель. Упаривают на плитке с добавлением 1 мл 10 %-го раствора йодида калия до объема 1-2 мл. Остаток растворяют в соляной кислоте концентрации 1-6 моль, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят до метки раствором соляной кислоты той же концентрации и проводят измерение на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon с применением гидридной приставки при длине волны 189,05 нм.

Полученные результаты приведены в табл. 3.

Таблица 3

Метод исследования	Содержание мышьяка, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, %	Время проведения анализа, часы
Заявляемый способ	2,81	4,6	1-2
Прототип	2,63	7,02	6

### Пример 3.

Определение мышьяка в морской капусте.

Образец морской капусты массой 0,5 г помещают во фторопластовый сосуд, приливают 9 мл конц. азотной кислоты и 1 мл 35 %-ной перекиси водорода. Образец с окислителями помещают в микроволновой минерализатор MARS 5 и проводят озонирование при следующих параметрах: T = 210 °C, P = 150 psi, время подъема температуры и давления 20 мин, время выдержки при заданных параметрах 5 мин. По окончании процесса минерализации сосуд охлаждают и содержимое количественно переносят в фарфоровый тигель. Упаривают на плитке с добавлением 1 мл 10 %-го раствора йодида калия до объема 1-2 мл. Остаток растворяют в соляной кислоте концентрации 1-6 моль, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят до метки раствором соляной кислоты той же концентрации и проводят измерение на атомно-эмиссионном спектрометре Horiba Jobin Yvon с применением гидридной приставки при длине волны 189,05 нм.

Полученные результаты приведены в табл. 4.

Таблица 4

Метод исследования	Содержание мышьяка, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, %	Время проведения анализа, ч
Заявляемый способ	0,98	4,2	1-2
Прототип	0,95	6,3	6

Таким образом, достигаемый технический результат заявляемого способа позволяет упростить анализ определения содержания мышьяка в образцах пищевых продуктов и биосубстратах и повысить его точность, уменьшить время проведения анализа до 1-2 ч, а также снизить его себестоимость примерно на 20 %.

Использование данного способа увеличивает выбор вариаций в аппаратурном оформлении, расширяет возможности применения способа для определения содержания мышьяка в пищевых продуктах и биосубстратах человека.

Источники информации:

- ГОСТ 31266-2004. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка. - С. 2-4.