



Министерство здравоохранения
Республики Беларусь



НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии,
вирусологии и микробиологии

Методика измерений АМИ.МН 0193-2024
«Система обеспечения единства измерений
Республики Беларусь. Массовая доля токсичных и эссенциальных
элементов в биологически активных добавках к пище и
специализированной пищевой продукции. Методика измерений методом
атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой»

АВТОРЫ: Дребенкова И.В., Кузовкова А.А.





Цель исследований - разработка метрологически аттестованной методики измерений массовой доли токсичных и эссенциальных элементов в БАД к пище и специализированной пищевой продукции методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой.

Объекты исследований - модельные пробы БАД на основе чистых субстанций (миоинозит), БАД на основе растительных и животных жиров (витамин D3 масляный), БАД на основе растительного сырья (сырье расторопши) и реальные пробы специализированной пищевой продукции (детская сухая молочная смесь для детей грудного возраста с бифидобактериями «Беллакт бифодо 1»), в которые внесены растворы точной массовой концентрации определяемых элементов.



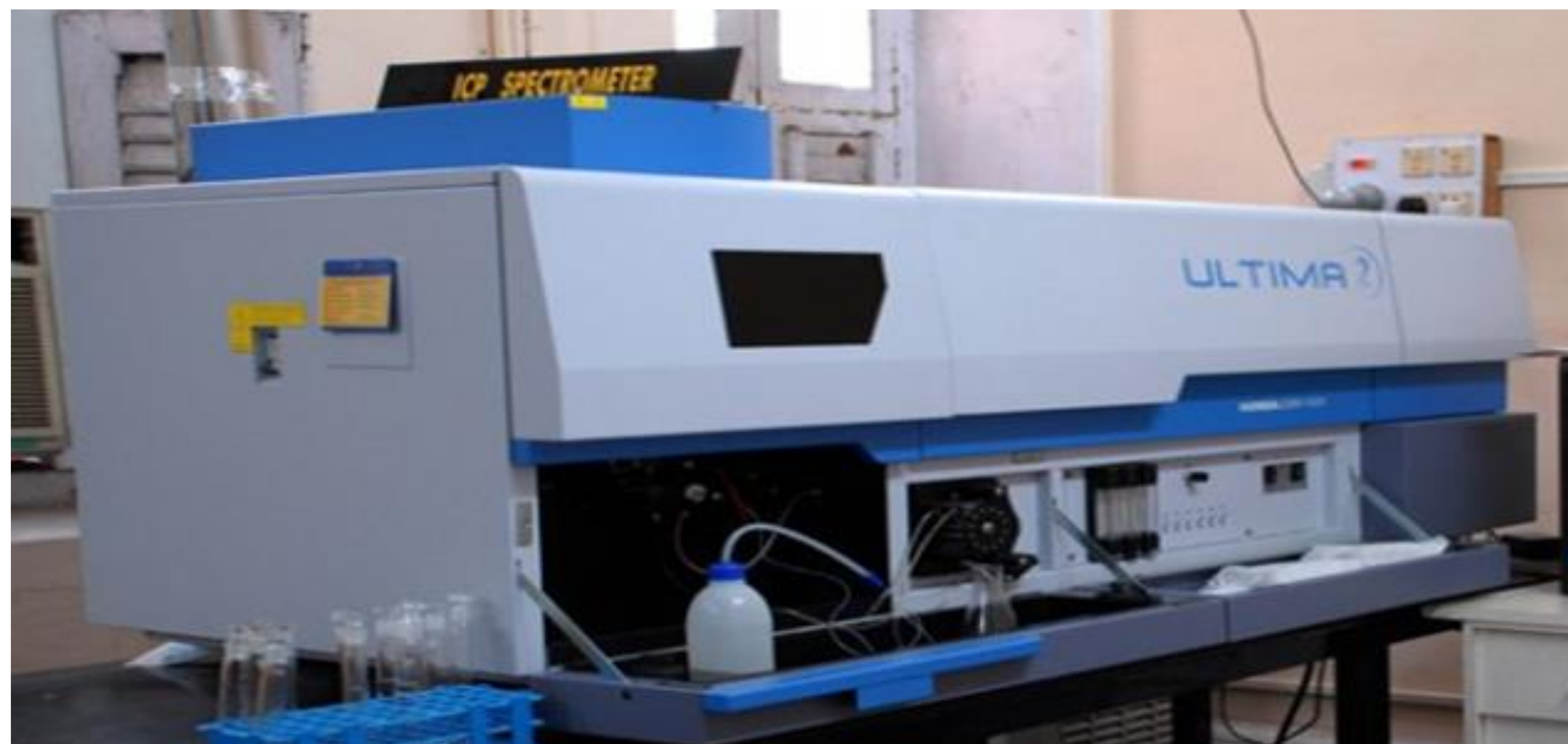
Таблица – Диапазоны измерений массовой доли определяемых элементов в БАД и специализированной пищевой продукции

Эле- мент	Диапазоны измерений массовой доли, мг/кг			
	БАД на основе чистых субстанций	БАД на основе растительных и животных жиров	БАД на основе растительного сырья	специализирован- ная пищевая продукция
As	от 1,5 до 6,25 вкл.	от 0,75 до 3,125 вкл.	от 0,5 до 2,5 вкл.	от 0,025 до 0,125 вкл.
Cd	от 0,5 до 2,5 вкл.	от 0,188 до 0,625 вкл.	от 0,5 до 2,5 вкл.	от 0,01 до 0,05 вкл.
Pb	от 2,5 до 10,0 вкл.	от 1,0 до 3,75 вкл.	от 3,75 до 12,5 вкл.	от 0,01 до 0,05 вкл.
Cu	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 2,5 до 25,0 вкл.	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 0,1 до 1,0 вкл.
Fe	от 10,0 до 100,0 вкл.	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 20,0 до 100,0 вкл.	от 0,1 до 1,0 вкл.
Se	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 2,5 до 25,0 вкл.	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 0,01 до 0,05 вкл.
Mn	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 2,5 до 25,0 вкл.	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 0,01 до 0,1 вкл.
Zn	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 2,5 до 25,0 вкл.	от 5,0 до 50,0 вкл.	от 0,1 до 1,0 вкл.
Ca	от 250,0 до 1250,0 вкл.	от 125,0 до 625,0 вкл.	от 250,0 до 1250,0 вкл.	от 10,0 до 60,0 вкл.
Mg	от 50,0 до 500,0 вкл.	от 25,0 до 250,0 вкл.	от 50,0 до 500,0 вкл.	от 1,0 до 10,0 вкл.
K	от 500,0 до 2500,0 вкл.	от 250,0 до 1250,0 вкл.	от 500,0 до 2500,0 вкл.	от 20,0 до 80,0 вкл.
Na	от 500,0 до 2500,0 вкл.	от 250,0 до 1250,0 вкл.	от 500,0 до 2500,0 вкл.	от 5,0 до 40,0 вкл.
P	от 1000,0 до 3000,0 вкл.	от 500,0 до 1500,0 вкл.	от 1250,0 до 3000,0 вкл.	от 6,0 до 30,0 вкл.

Используемое оборудование

Атомно-эмиссионный
спектрометр с индуктивно-
связанной плазмой
JY 2000
(Horiba Yobin Ivon, Франция)

Метод исследования – атомно-
эмиссионная спектрометрия с
индуктивно-связанной плазмой



Принцип метода атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой – измерение интенсивности эмиссии атомов определяемых химических элементов, возникающей при распылении анализируемой пробы в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем

Параметры режима измерений атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой JY 2000

мощность генератора – 1000 Вт;

1500 Вт (при измерении Cd, Pb);

скорость потока газа плазмы (аргона) – 13 дм³/мин;

скорость потока газа в оболочке (аргона) – 0,20 дм³/мин;

скорость распыления – 0,66-0,78 дм³/мин

(для пневматического распылителя);

1,35-1,47 дм³/мин

(для ультразвукового распылителя);

скорость подачи пробы – 1,3 см³/мин;

специфичные длины волн излучения (линии эмиссии), нм:

Fe – 259,940, Ca – 393,366,

Mg – 285,213, Na – 589,592,

K – 766,490, Zn – 213, 856,

P – 214,914, Cu – 324,754,

Mn – 257,610, Cd – 214,438,

Pb – 220,353, As – 189,042,

Se – 196,026.

Таблица - Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в БАД на основе растительного сырья

Эле- мент	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Относительный предел повторяемости r , %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
As	от 0,5 до 2,5 вкл.	30	30	35
Cd	от 0,5 до 2,5 вкл.	15	18	24
Pb	от 3,75 до 12,5 вкл.	13	19	35
Cu	от 5,0 до 50,0 вкл.	10	17	18
Fe	от 20,0 до 100,0 вкл.	12	20	23
Se	от 5,0 до 50,0 вкл.	21	24	31
Mn	от 5,0 до 50,0 вкл.	4,3	10	31
Zn	от 5,0 до 50,0 вкл.	13	22	29
Ca	от 250,0 до 1250,0 вкл.	9,4	21	31
Mg	от 50,0 до 500,0 вкл.	5,8	6,6	30
K	от 500,0 до 2500,0 вкл.	7,5	9,3	24
Na	от 500,0 до 2500,0 вкл.	5,9	15	12
P	от 1250,0 до 3000,0 вкл.	10	12	28

Таблица - Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в БАД на основе чистых субстанций

Эле- мент	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Относительный предел повторяемости r, %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
As	от 1,5 до 6,25 вкл.	27	28	34
Cd	от 0,5 до 2,5 вкл.	10	14	31
Pb	от 2,5 до 10,0 вкл.	27	30	30
Cu	от 5,0 до 50,0 вкл.	11	16	22
Fe	от 10,0 до 100,0 вкл.	9,5	26	23
Se	от 5,0 до 50,0 вкл.	20	22	35
Mn	от 5,0 до 50,0 вкл.	29	29	20
Zn	от 5,0 до 50,0 вкл.	13	30	30
Ca	от 250,0 до 1250,0 вкл.	5,9	17	26
Mg	от 50,0 до 500,0 вкл.	5,4	17	18
K	от 500,0 до 2500,0 вкл.	4,2	12	13
Na	от 500,0 до 2500,0 вкл.	5,1	7,8	33
P	от 1000,0 до 3000,0 вкл.	8,7	18	32

**Таблица - Показатели точности и неопределенность измерений
методики измерений в БАД на основе растительных
и животных жиров**

Эле- мент	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Относительный предел повторяемости r, %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
As	от 0,75 до 3,125 вкл.	28	28	35
Cd	от 0,188 до 0,625 вкл.	6,9	17	35
Pb	от 1,0 до 3,75 вкл.	25	25	33
Cu	от 2,5 до 25,0 вкл.	12	16	17
Fe	от 5,0 до 50,0 вкл.	12	19	33
Se	от 2,5 до 25,0 вкл.	27	27	28
Mn	от 2,5 до 25,0 вкл.	10	17	26
Zn	от 2,5 до 25,0 вкл.	11	18	22
Ca	от 125,0 до 625,0 вкл.	5,7	12	25
Mg	от 25,0 до 250,0 вкл.	4,7	15	12
K	от 250,0 до 1250,0 вкл.	4,1	7,3	13
Na	от 250,0 до 1250,0 вкл.	5,2	8,5	12
P	от 500,0 до 1500,0 вкл.	10	15	33

Таблица - Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в специализированной пищевой продукции

Эле- мент	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг	Относительный предел повторяемости r , %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
As	от 0,025 до 0,125 вкл.	14	17	35
Cd	от 0,01 до 0,05 вкл.	7,3	28	17
Pb	от 0,01 до 0,05 вкл.	17	20	35
Cu	от 0,1 до 1,0 вкл.	12	13	21
Fe	от 0,1 до 1,0 вкл.	13	18	20
Se	от 0,01 до 0,05 вкл.	19	29	35
Mn	от 0,01 до 0,1 вкл.	23	28	35
Zn	от 0,1 до 1,0 вкл.	17	27	35
Ca	от 10,0 до 60,0 вкл.	6,4	8,9	15
Mg	от 1,0 до 10,0 вкл.	26	26	35
K	от 20,0 до 80,0 вкл.	8,0	11	21
Na	от 5,0 до 40,0 вкл.	14	25	22
P	от 6,0 до 30,0 вкл.	14	14	35

ВЫВОДЫ

Разработанная методика измерений массовой доли токсичных и эссенциальных элементов в БАД к пище и специализированной пищевой продукции АМИ.МН 0193-2024 обеспечивает получение достоверных результатов измерений с заданной точностью (относительные пределы повторяемости и промежуточной прецизионности – не более 30 %, относительная расширенная неопределенность – не более 35 %).

Применение разработанной метрологически аттестованной современной высокочувствительной методики измерений позволит повысить эффективность контроля качества присутствующих на рынке Республики Беларусь БАД и специализированной пищевой продукции, что будет способствовать профилактике и минимизации риска их воздействия на здоровье человека.