

biological materials, foods and beverages / J. Anal. At. Spectrom. 2020. Vol. 35. (3). P. 426 – 454. DOI: 10.1039/D0JA90005B

3. Zmozinski A.V., Llorente-Mirandes T., Damin I.C.F., López-Sánchez J.F., Vale M.G.R., Welz B., Silva M.M. Direct solid sample analysis with graphite furnace atomic absorption spectrometry—A fast and reliable screening procedure for the determination of inorganic arsenic in fish and seafood / Talanta. 2014. Vol. 134. P. 234-241. DOI: 10.1016/j.talanta.2014.11.009

4. Narukawa T., Kuroiwa T., Inagaki K., Takatsu A., Chiba K. Decomposition of organoarsenic compounds for total arsenic determination in marine organisms by the hydride generation technique / App. Organomet. Chem. 2005. Vol. 19(2). P. 239–245. DOI:10.1002/aoc.693

5. Curros-Gontad B., Barciela-Alonso M. C., Buján-Villar M. D., Peña-Vázquez E., Herbello-Hermelo P., & Bermejo-Barrera P., Study of a microwave digestion method for total arsenic determination in marine mussels by electrothermal atomic absorption spectrometry: application to samples from the Ria de Arousa / European Food Research and Technology. 2008. Vol. 227(4). P. 1165–1172. DOI:10.1007/s00217-008-0832-z

6. ГОСТ 34141-2017 Продукты пищевые, корма, продовольственное сырье. Определение мышьяка, кадмия, ртути и свинца методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. М. : Стандартинформ, 2018. 12 с.

7. ГОСТ Р 53101-2008 Средства лекарственные для животных, корма, кормовые добавки. Определение массовой доли мышьяка методом атомно-абсорбционной спектрометрии. М. : Стандартинформ, 2010. 8 с.

УДК 543.421

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО ФОСФОРА В ПИЩЕВОЙ И КОРМОВОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ

Грачев Сергей Алексеевич, главный специалист отдела безопасности пищевой и кормовой продукции ФГБУ «ВГНКИ», sa.grachev@vgnki.ru

Филиппова Юлия Николаевна, лаборант-исследователь отдела безопасности пищевой и кормовой продукции ФГБУ «ВГНКИ», uf2000@bk.ru

Сарханова Александра Александровна, ведущий научный сотрудник отдела безопасности пищевой и кормовой продукции ФГБУ «ВГНКИ», a.sarhanova@vgnki.ru

Аннотация: Разработана методика определения содержания общего фосфора в пищевой и кормовой продукции методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией для широкого применения в лабораториях

Ключевые слова: общий фосфор, пищевая и кормовая продукция, атомно-абсорбционная спектрометрия с электротермической атомизацией

На сегодняшний день на территории РФ содержание общего фосфора нормируется в ТР/ТС 034/2013 – «О безопасности мяса и мясной продукции» и ТР ЕАЭС 051/2021 "О безопасности мяса птицы и продукции его переработки". В пищевой продукции и кормах применяется более 10 ГОСТов по определению общего фосфора, подавляющее количество из которых – колориметрические, отличающиеся между собой только основным реактивом и областью применения. Однако определение данными методами становится проблематичным для лабораторий при большом потоке проб, т.к. колориметрические методы обладают низкой производительностью и высокой трудозатратностью по сравнению с более автоматизированными методами исследований. Среди указанных ГОСТов присутствует также ГОСТ 32041-2012 [1], в котором используется метод спектроскопии в ближней инфракрасной области и ГОСТ Р ИСО 27085-2012 [2], основанный на применении атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Но и упомянутые методы имеют отрицательные стороны: первый обладает довольно низкой чувствительностью, а второй – сложной и крайне дорогостоящей приборной базой, что в разы усложняет реализацию указанного стандарта в большинстве лабораторий.

Цель работы – создание универсальной методики для применения в лабораториях, позволяющей в автоматическом режиме определять содержание общего фосфора в пищевой продукции и кормах методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией.

В работе использовали атомно-абсорбционный спектрометр с электротермической атомизацией и Зеемановской коррекцией фона AA280Z (Varian, Австралия), лампу с полым катодом для определения фосфора (213,6 нм) (Agilent, США), графитовые кюветы с пиролитическим покрытием (Varian, Австралия).

Пробоподготовку осуществляли при помощи системы микроволнового разложения Milestone Ultraclave с рабочей мощностью 1200 Вт (Milestone, Италия).

Применяли аналитические весы Discovery 214С первого класса точности с пределом взвешивания 0.1 мг (Ohaus Corporation, США), систему перегонки кислот SVT-1000 (Savillex, США) дозаторы Proline Biohit одноканальные механические переменного объема 10–100 мкл, 100–1000 мкл, 1000–5000 мкл (Biohit, Финляндия), пробирки полипропиленовые емк. 50 и 15 мл (Corning, США).

Использовали стандартный раствор кальция (1 мг/мл), (Inorganic Ventures, США), референтные стандартные образцы из бычьей печени SRM 1577с (NIST, США), рисовой муки SRM 1568b (NIST, США), гомогената мяса SRM 1546а (NIST, США), мультивитаминный комплекс SRM 3280 (NIST, США), образец для межлабораторных сличительных испытаний

FAPAS 10168 (FAPAS, Великобритания) и отраслевой стандартный образец ОСО 220-2016 (ФГБНУ «ВНИИ агрохимия», Россия). Использовали палладиевый модификатор с концентрацией нитрата палладия 10 мг/мл (Merck, Германия), азотную кислоту 65% Suprapur (Merck, Германия), пероксид водорода 30% (х.ч.) (АО «ЛенРеактив», Россия), аммония дигидроортофосфат (>98%) (Sigma, США). Рабочие стандартные растворы готовили последовательным разбавлением исходных деионизированной водой (не менее 18 МОм·см, ОСТ 11 029.003-80).

Навески образцов 0,200-0,500 г помещали в сосуды для разложения, добавляли 2,5 мл концентрированной азотной кислоты, 1,5 мл пероксида водорода и 1 мл деионизированной воды. Сосуды закрывали и устанавливали в микроволновую печь. Кислотную минерализацию проводили по следующей программе:

- 1-я стадия: 10 мин нагрев до 110⁰С;
- 2-я стадия: 10 мин нагрев до 180⁰С;
- 3-я стадия: 10 мин нагрев до 220⁰С, удержание 10 мин;
- 4-я стадия: охлаждение до 50⁰С.

Давление в системе при этом достигало 75 бар.

Минерализованную пробу переносили в полипропиленовую пробирку емк. 50 мл, стенки сосуда для разложения дважды смывали деионизированной водой и сливали в пробирку, центрифугировали. Анализ проводили методом ЭТ-ААС на длине волны 213,6 нм, температура пиролиза – 800⁰С, температура атомизации – 2700⁰С.

Для оценки правильности методики нами были использованы шесть видов сертифицированных образцов с аттестованным содержанием общего фосфора, на основе матриц, относящихся к пищевой и кормовой продукции.

В качестве реакционной среды разложения была выбрана смесь азотной кислоты и пероксида водорода, т.к. данное сочетание обладает довольно окислительным потенциалом и позволяет минерализовать большинство органических матриц. Также указанная среда разложения является универсальной для методов ЭТ-ААС, что позволяет проводить в этих же образцах определение содержания целого ряда элементов, например, меди, цинка, марганца, свинца, кадмия и др. Viso E. и Zachariadis G. в статье [3] использовали смесь азотной и серной кислот, но наши эксперименты показали, что указанное сочетание приводит к повышенному износу графитовых кювет, а также нестабильному результату анализа.

В нескольких литературных источниках в качестве модификатора рекомендуют использовать раствор солей лантана, например, нитрата, однако, в статье [4] указано, что применение лантана приводит к эрозии графита и снижению срока службы кюветы. Поэтому нами была выбрана смесь нитратов палладия и кальция с концентрацией палладия – 2 г/л и кальция – 0,5 г/л, использование которого также рассматривается в источниках [4, 5], и оптимизирована температурная программа под использование указанной смеси.

В качестве градуировочного раствора нами использовался раствор дигидроортофосфата аммония с концентрацией фосфора 20 мг/л.

В таблице 1 представлены результаты, полученные с использованием метода ЭТ-ААС.

Таблица 1

Результаты определения общего фосфора в сертифицированных образцах

Образец	Аттестованное значение, мг/кг	Найдено, мг/кг (n =6, P=0,95)
Bovine Liver NIST® SRM® 1577c	11750 ± 270	11500 ± 1000
Rice Flour NIST® SRM® 1568b	1530 ± 40	1650 ± 200
Meat Homogenate NIST® SRM® 1546a	1651 ± 32	1590 ± 140
FAPAS® 10168	120000 ± 14400	126000 ± 9700
OCO 10-220-2016	5200 ± 100	5390 ± 580
Multivitamin NIST® SRM® 3280	75700 ± 3200	77600 ± 100

Экспериментальные данные показывают высокую степень корреляции результатов с аттестованными значениями сертифицированных образцов, полученных с использованием нашей методики.

В таблице 2 представлены метрологические характеристики предлагаемой методики. Предел обнаружения и предел определения определены по [6] (коэффициент чувствительности методики определен по стандартному отклонению холостой пробы). Пределы повторяемости, воспроизводимости и границы абсолютной погрешности определены в соответствии с [7].

Таблица 2

Метрологические характеристики представленной методики

Предел обнаружения, мг/л (мг/кг)		Предел количественного определения, мг/л (мг/кг)	
0,5 (50)*		1,6 (160)*	
Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости, %	Предел воспроизводимости, %	Границы абсолютной погрешности, %
от 200	30	30	20

*в скобках указаны предельные значения в мг/кг при навеске образца равной 0,5г

Использование ЭТ-ААС для определения содержания общего фосфора в пищевой и кормовой продукции является достойной альтернативой применению более дорогого метода ИСП-АЭС и низкопроизводительных

колориметрических методов. Оборудование для реализации метода ЭТ-ААС является широкораспространённым и простым в обслуживании, наличие предлагаемой методики позволит более широкому кругу лабораторий участвовать в мониторинговых и научных исследованиях в сфере определения содержания общего фосфора в пищевой и кормовой продукции.

Библиографический список

1. ГОСТ 32041-2012 Комбикорма, комбикормовое сырье. Метод определения сырой золы, кальция и фосфора с применением спектроскопии в ближней инфракрасной области. М. : Стандартинформ, 2014. 10 с.
2. ГОСТ Р ИСО 27085-2012 Корма для животных. Определение содержания кальция, натрия, фосфора, магния, калия, железа, цинка, меди, марганца, кобальта, молибдена, мышьяка, свинца и кадмия методом ИСП-АЭС. М. : Стандартинформ, 2014. 28 с.
3. Viso E., Zachariadis G. Method Development of Phosphorus and Boron Determination in Fertilizers by ICP-AES/ Separations. 2018. Vol. 5. P. 36-46. DOI: 10.3390/separations5030036
4. Пупышев А.А., Зайцева П.В., Зайцева М.В. Спектральное определение фосфора с использованием его электротермического испарения и атомизации в присутствии различных химических модификаторов/ Аналитика и контроль. 2016. Т. 20, № 4. С. 266-285. DOI: 10.15826/analitika.2016.20.4.010
5. Lyra F.H., Dias Carneiro M.T.W., Brandao G.P., Pessoa H.M., Ribeiro de Castro E.V. Direct determination of phosphorus in biodiesel samples by graphite furnace atomic absorption spectrometry using a solid sampling accessory / J. Anal. At. Spectrom. 2009. Vol. 24. P. 1262-1266. DOI: 10.1039/b907071k
6. ОФС.1.1.0012.15 Валидация аналитических методик Государственная фармакопея Российской Федерации. XIII, том I., Москва, 2015. С. 222-234.
7. ГОСТ Р 50.2.060-2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. М. : Стандартинформ, 2009. 12 с.

УДК 637.04.05/.5

ИЗУЧЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ ЦЕННОСТИ МЯСА, ПОЛУЧЕННОГО ОТ БЫЧКОВ ЧЕРНО-ПЕСТРОЙ ПОРОДЫ

*Донецких Александр Геннадьевич, канд. биол. наук, научный сотрудник
ВНИХИ-филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН
alex.doneczkikh@yandex.ru*

Аннотация: Изучен белковый состав по содержанию незаменимых и заменимых аминокислот в мясе бычков черно-пестрой породы, определен