



**Разработка методики измерений массовых
концентраций токсичных элементов в
модельных средах, имитирующих пищевую
продукцию и контактирующих с упаковкой и
упаковочным материалом, в том числе
биоразлагаемыми**

Докладчик: Дребенкова И.В., в.н.с., к.т.н.

Содокладчик: Кузовкова А.А., зав. лаб., к.б.н.

Лаборатория спектрометрических исследований
Республиканское унитарное предприятие «Научно-
практический центр гигиены», г. Минск, Республика Беларусь



ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»

регламентирует уровни миграции токсичных элементов из упаковки в модельные среды, имитирующие пищевые продукты. В актуализированном Перечне стандартов к ТР ТС 005/2011 отсутствуют прямые методы оценки безопасности упаковки. Используется ГОСТ 31870-2012 «Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии»

Цель исследований - разработка метрологически аттестованной методики измерений массовых концентраций токсичных элементов в модельных средах, имитирующих пищевую продукцию и контактирующих с упаковкой и упаковочным материалом, в том числе биоразлагаемыми, на основе атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП)



Объекты исследований

Модельные пробы (на основе модельных сред с температурой (20 ± 5) °C: 2%-раствора лимонной кислоты, 3%-раствора молочной кислоты, 1%-раствора уксусной кислоты), полученные после контакта в течение 2 ч при температуре (20 ± 5) °C с биоразлагаемой упаковкой на основе полиэтилена, в которые внесены растворы точной массовой концентрации элементов

(Ti – 0,05–0,5 мг/дм³, Ba – 0,05–0,5 мг/дм³,
Se – 0,5–1,0 мг/дм³, As – 0,05–0,25 мг/дм³,
Cd – 0,001–0,01 мг/дм³, Pb – 0,025–0,200 мг/дм³,
Mn – 0,05–0,5 мг/дм³, Ni – 0,05–0,5 мг/дм³,
Fe – 0,1–1,0 мг/дм³, Mo – 0,1–1,0 мг/дм³,
Al – 0,25–1,0 мг/дм³, Zn – 0,5–5,0 мг/дм³,
Sn – 1,0–5,0 мг/дм³, Cr – 0,05–0,4 мг/дм³,
Cu – 0,5–5,0 мг/дм³).



Используемое оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр
с индуктивно-связанной плазмой
JY 2000-2 (Horiba Yobin Iyon,
Франция)



Принцип метода определения массовых концентраций токсичных элементов, выделившихся из упаковки, в том числе биоразлагаемой, в модельную среду, имитирующую пищевую продукцию, основан на измерении величины эмиссии атомов токсичного элемента (интенсивности излучения атомов элемента, возникающего при распылении анализируемой пробы в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем) в зависимости от концентрации элемента в модельной среде, контактирующей с упаковкой.



Условия атомно-эмиссионного анализа при использовании АЭС-ИСП ЛУ 2000-2

- мощность генератора – 1000 Вт;
- скорость потока газа плазмы (аргона) – 13 дм³/мин;
- скорость потока газа в оболочке (аргона) – 0,25 дм³/мин;
- скорость распыления – 0,72–0,74 дм³/мин (для пневматического распылителя);
1,94 дм³/мин – для ультразвукового распылителя);
- скорость подачи пробы – 1,3 см³/мин;
- специфические длины волн излучения (линии эмиссии), нм:
 - Fe – 259,940, Ti – 334,941, Sn – 189,930, Al – 396,152,
 - Ba – 233,527, Zn – 213, 856, Cr – 267,716, Cu – 324,754,
 - Mo – 202,030, Ni – 221,647, Mn – 257,610, Cd – 214,438,
 - Pb – 220,353, As – 189,042, Se – 196,026.



Таблица - Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в 2 % растворе лимонной кислоты

Токсичный элемент	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Относительный предел повторяемости r , %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
Al	от 0,25 до 1,00 вкл.	13	13	25
As	от 0,05 до 0,25 вкл.	24	24	24
Ba	от 0,05 до 0,50 вкл.	17	17	14
Cd	от 0,001 до 0,010 вкл.	19	20	28
Cr	от 0,05 до 0,40 вкл.	7,4	7,4	13
Cu	от 0,5 до 5,0 вкл.	6,7	6,7	19
Fe	от 0,1 до 1,0 вкл.	15	15	30
Mn	от 0,05 до 0,50 вкл.	21	21	22
Mo	от 0,1 до 1,0 вкл.	11	11	20
Ni	от 0,05 до 0,50 вкл.	17	17	19
Pb	от 0,025 до 0,200 вкл.	20	20	27
Se	от 0,5 до 1,0 вкл.	5,4	5,4	13
Sn	от 1,0 до 5,0 вкл.	6,8	6,8	17
Ti	от 0,05 до 0,50 вкл.	8,5	8,5	26
Zn	от 0,5 до 5,0 вкл.	4,3	5,5	18



Таблица – Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в 3 % растворе молочной кислоты

Токсичный элемент	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Относительный предел повторяемости r, %	Относительный предел промежуточной прецизионности r _{I(ТО)} , %	Относительная расширенная неопределенность U (P = 95 %, k = 2), %
Al	от 0,25 до 1,00 вкл.	5,5	5,5	12
As	от 0,05 до 0,25 вкл.	22	22	22
Ba	от 0,05 до 0,50 вкл.	7,7	7,7	12
Cd	от 0,001 до 0,010 вкл.	24	24	24
Cr	от 0,05 до 0,40 вкл.	8,9	8,9	20
Cu	от 0,5 до 5,0 вкл.	7,2	7,2	17
Fe	от 0,1 до 1,0 вкл.	11	11	22
Mn	от 0,05 до 0,50 вкл.	11	11	19
Mo	от 0,1 до 1,0 вкл.	6,8	6,8	22
Ni	от 0,05 до 0,50 вкл.	16	16	20
Pb	от 0,025 до 0,200 вкл.	23	23	28
Se	от 0,5 до 1,0 вкл.	8,7	9,3	9,8
Sn	от 1,0 до 5,0 вкл.	12	12	16
Ti	от 0,05 до 0,50 вкл.	16	16	18
Zn	от 0,5 до 5,0 вкл.	7,0	8,0	19



Таблица – Показатели точности и неопределенность измерений методики измерений в 1 % растворе уксусной кислоты

Токсичный элемент	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Относительный предел повторяемости r , %	Относительный предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U ($P = 95\%$, $k = 2$), %
Al	от 0,25 до 1,00 вкл.	12	12	19
As	от 0,05 до 0,25 вкл.	14	15	25
Ba	от 0,05 до 0,50 вкл.	7,5	7,5	17
Cd	от 0,001 до 0,010 вкл.	15	15	27
Cr	от 0,05 до 0,40 вкл.	6,9	6,9	17
Cu	от 0,5 до 5,0 вкл.	7,9	7,9	17
Fe	от 0,1 до 1,0 вкл.	11	11	19
Mn	от 0,05 до 0,50 вкл.	8,5	8,5	16
Mo	от 0,1 до 1,0 вкл.	16	16	16
Ni	от 0,05 до 0,50 вкл.	7,0	7,0	16
Pb	от 0,025 до 0,200 вкл.	20	20	27
Se	от 0,5 до 1,0 вкл.	9,2	9,2	8,4
Sn	от 1,0 до 5,0 вкл.	26	26	22
Ti	от 0,05 до 0,50 вкл.	5,7	5,7	16
Zn	от 0,5 до 5,0 вкл.	12	12	18



ВЫВОДЫ

- Разработанная методика измерений АМИ.МН 0108-2023 «Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Массовая концентрация токсичных элементов в модельных средах, имитирующих пищевую продукцию и контактирующих с упаковкой и упаковочным материалом, в том числе биоразлагаемыми. Методика измерений методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой» обеспечивает получение достоверных результатов измерений с заданной точностью.
- Применение методики позволит повысить качество и эффективность контроля за безопасностью товаров потребления при проведении государственного санитарного надзора