

Определение общего мышьяка в рыбе и морепродуктах методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией. Модификация и оптимизация условий пробоподготовки и анализа



Грачев Сергей Алексеевич, Сарханова Александра Александровна, Пеньков Тимур Дмитриевич,
Третьяков Алексей Викторович

Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов, Россия, 123022,
Москва, Звенигородское шоссе, д. 5

Актуальность проблемы

Определение содержания общего мышьяка в рыбе и морепродуктах довольно продолжительное время является предметом спора для аналитиков и контролирующих органов. Несмотря на имеющиеся нормы содержания в различных пищевых продуктах, именно рыба и морепродукты, ввиду наличия большого количества органических форм мышьяка, вызывает проблемы при определении и интерпретации полученных результатов.

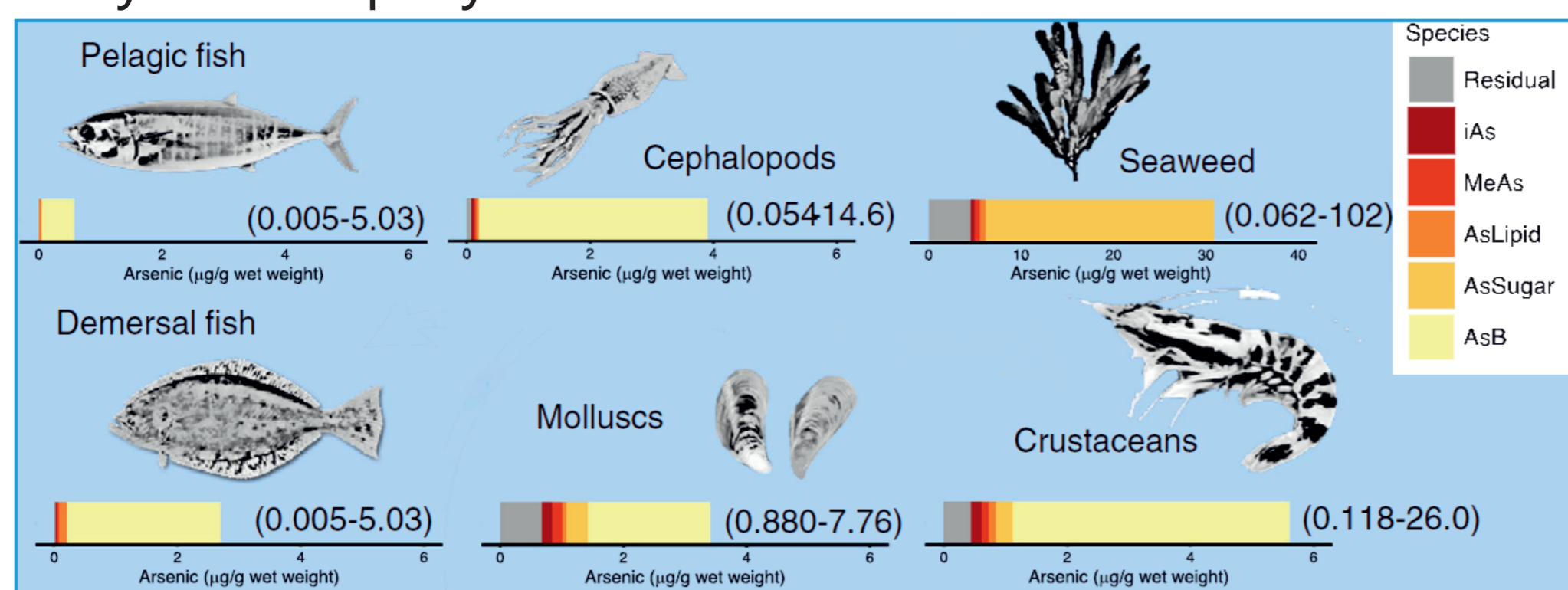


Рис. 1 Ориентировочное содержание мышьяксодержащих компонентов в различных видах [1]

Имеющиеся на данный момент методы определения мышьяка в пищевых продуктах либо имеют довольно дорогое инструментальное исполнение, либо используют трудоемкую пробоподготовку с применением токсичных реактивов, либо вовсе не способны корректно определить содержание арсенобетаина.

As компонент	ИСП-АЭС	ИСП-МС	ЭТ-ААС	ААС (гидр.)
Неорг. As(III)	100.0±0.5	100.0±0.2	100.0±0.3	100.0±0.2
Неорг. As(V)	100.1±0.5	100.9±0.2	99.3±0.3	109.3±1.5
ММАА	95.3±0.6	99.5±0.2	99.0±0.3	103.0±1.3
DMAA	102.0±0.5	102.5±0.3	97.8±0.4	39.5±1.7
ТМАО	104.3±0.6	100.2±0.3	96.8±0.6	ND
TeMA	100.0±0.5	100.2±0.3	96.0±1.0	ND
AB	96.8±0.8	104.2±0.5	95.9±1.5	ND
AsC	95.0±0.7	103.9±0.4	97.9±1.5	ND

Рис. 2 Относительная чувствительность методов к мышьяксодержащим компонентам [2]

Применяемые условия пробоподготовки: минерализация в смеси азотной, серной и хлорной кислот с последующим высушиванием пробы досуха

Достиженные результаты

Нами предложена методика определения мышьяка в рыбе и морепродуктах с использованием ЭТ-ААС, позволяющая получать результаты, коррелирующие с данными, получаемыми при использовании более дорогостоящего и менее распространенного метода ИСП-МС.

Модифицирована пробоподготовка путем применения **смеси азотной и серной кислот** при минерализации под давлением, что обеспечивает полное разложение арсеносодержащих компонентов образца. Оптимизировано соотношение используемых кислот.

Подобрана температурная программа анализа с использованием универсального и широко распространенного **Pd-Mg модификатора**, обеспечивающая наилучшие метрологические характеристики методики.

Длина волны	193,7 нм
Объем инъекции:	20 мкл
Объем Pd-Mg модиф.	10 мкл
Сушка 1, 110 С	Нагрев 2 сек, удержание 20 сек
Сушка 2, 200-250 С	Нагрев 20 сек
Пиролиз, 1200 С	Нагрев 5 сек, удержание 15 сек
Атомизация, 2600 С	Нагрев 0,8 сек, удержание 2 сек
Очистка, 2800 С	Нагрев 1 сек, удержание 1 сек

Табл. 1 Условия проведения анализа модифицированным методом ЭТ-ААС

Образец	ИСП-МС, мг/кг (n = 10, P = 0,95)	ЭТ-ААС (станд. усл.), мг/кг (n = 10, P = 0,95)	ЭТ-ААС (модиф. усл.) мг/кг (n = 8, P = 0,95)
Зубатка	4,5±0,1	3,5±0,2 (-21,8%)	4,7±0,2 (+5,3%)
		7,1±0,4 (-20,6%)	9,3±0,6 (+4,3%)
Палтус	3,6±0,04	1,2±0,1 (-65,2%)	3,6±0,2 (+1,4%)
Краб	11,6±0,1	10,1±0,3 (-12,7%)	12,0±0,6 (+3,7%)
Креветки	138±2,0	88,7±5,3 (-35,7%)	138,8±8,8 (+0,6%)
Oyster tissue SRM 1566b	7,8±0,1	5,0±1,4 (-35,9%)	7,9±0,3 (+1,2%)

Табл. 2 Результаты определения общего мышьяка в рыбе и морепродуктах

В скобках указана разница в полученном содержании между данным методом и ИСП-МС

1. Taylor V., Goodale B., Raab A., Schwerdtle T., Reimer K., Conkin S., Karagas M.K., Francesconi K.A. Human exposure to organic arsenic species from seafood // Sci. Total Environ . 2017. Vol. 580. P. 266-282

2. 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.