ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ В СУБСТАНЦИЯХ АЛЬГИНАТА НАТРИЯ

методом ААС с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра Atom 3000 марки SILab

Введение

Альгинат натрия — натуральный природный полисахарид, получаемый из морских бурых и красных водорослей. Полисахарид активно применяют в медицине и фармацевтике для лечения заболеваний желудочно-кишечного тракта, кишечных инфекций, для изготовления мазей, таблеток.

Альгинат натрия нашел широкое применение в пищевой промышленности в качестве загустителя при производстве альгинатной икры, изделий в желе, соусах, заливках, в сфере детского питания (пюре, муссы, соусы), в молочных, мясных и рыбных продуктах.

Контроль содержания распространенных и тяжелых элементов (кальций, ртуть, кадмий, свинец, мышьяк) в альгинате натрия является важным этапом контроля и оценки качества готового продукта. Кальций, в качестве водорастворимой соли, используется для получения быстрорастворимого альгината натрия. Ртуть, кадмий, свинец и мышьяк обладают сильно выраженными токсикологическими свойствами даже при самых низких концентрациях. Гигиенические требования к допустимому уровню содержания этих токсичных элементов предъявляются ко всем видам продовольственного сырья и пищевых продуктов.

В данной статье описаны методы пробоподготовки и анализа альгината натрия методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Содержание элементов определяли с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра Atom 3000 марки SILab, оснащенного пламенным и электротермическим атомизаторами, а также приставкой для генерации гидридов Atom 3000.

Атомно-абсорбционный спектрофотометр Atom 3000 марки SILab - модель с автоматической сменой и оптимизацией положения пламенного и электротермического атомизаторов, автодозаторами для пламени и печи.

Пробоподготовка

Пробоподготовка для анализа кальция осуществляется согласно статье Европейской фармакопеи Ph. Eur. 11.0, 0642 (01/2017).

Раствор аммиака R2: 14 г концентрированного раствора аммиака вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Навеску препарата 0.10 г растворяют в 50 мл раствора аммиака R2 и нагревают на водяной бане до растворения. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до 100 мл бидистиллированной водой (раствор А).

Для приготовления рабочего раствора пробы 3 мл раствора А вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Параллельно с этим для каждой пробы готовятся по три раствора сравнения; для них к аликвоте раствора А добавляются 0.75, 1.0 и 1.5 мл стандартного раствора кальция концентрацией 100 мг/л. В качестве холостого раствора используется раствор раствора аммиака R2 в соотношении 1.5 объёма раствора аммиака R2 к 98.5 объёмам дистиллированной воды.

Пробоподготовка для анализа кадмия, свинца, мышьяка и ртути осуществляется согласно статье Фармакопеи Евразийского экономического союза 201040021-2019 2.1.4.21 Тяжёлые металлы и мышьяк в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах.

Навеску препарата около 0.1 г вносят во фторопластовый сосуд системы микроволнового разложения.

Добавляют 3 мл воды, 3 мл HNO_3 и 2 мл H_2O_2, выдерживают 20 минут сосуды открытыми, затем сосуды закрывают надлежащим образом и загружают в микроволновую систему разложения. Разложение осуществляется по программе, представленной в таблице.

№п/п	1	2	3	4
Время нагрева, мин	15	10	10	10
Температура, °C	80	120	150	180
Время удерживания, мин	10	5	5	10

Таблица 1 – Температурная программа разложения проб альгината натрия в микроволновой системе разложения Anton Paar Multiwave Go

После завершения программы разложения сосуды охлаждают и открывают, не допуская разбрызгивания раствора внутри. Этот раствор затем количественно переносят в мерную пробирку на 20 мл и доводят до метки бидистиллированной водой.

Условия анализа

Условия анализа приведены в **таблице 2**. Остальные параметры прибора настраиваются таким образом, чтобы достигалась максимальная чувствительность анализа.

Элемент	Ca	Hg	Cd	Pb	As
Длина волны, нм	422.67	253.70	228.80	283.31	193.70
Метод атомизации	Пламенный	Метод «холодного пара»	Электротермический		
Обработка сигнала	Среднее время		Высота пика		
Метод количественного анализа	Метод добавок	Метод градуировочного графика			
Рабочий ток ЛПК, мА	2.0	3.0	3.0	3.0	6.0
Коррекция фона	D2	Нет	D2	D2	D2
Ток лампы D2, мА	99.5	-	85.0	23.0	29.5
Ширина щели, нм	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2
Усиление на ФЭУ, В	248	184	296	250	420

Таблица 2 – Условия анализа

ПРОЦЕСС ИЗМЕРЕНИЯ

Анализ кальция

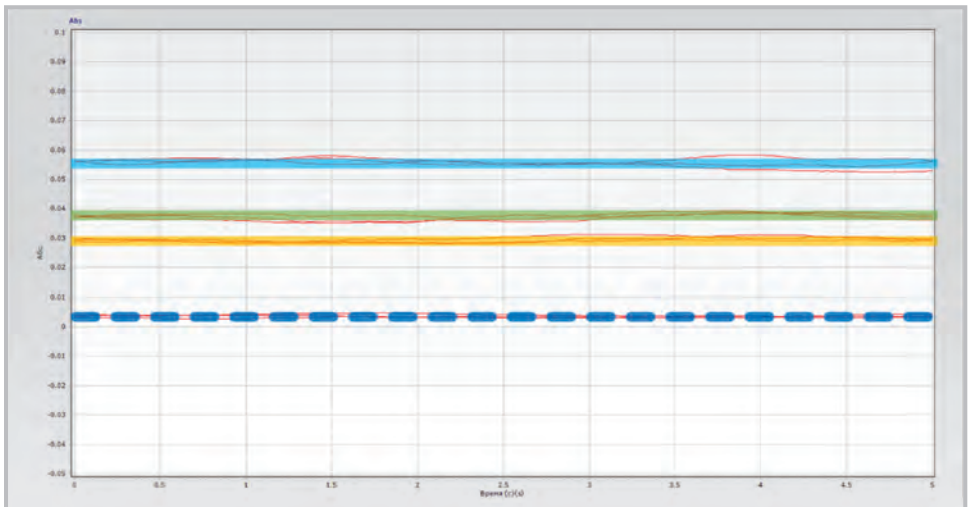


Рисунок 1 — Сигналы абсорбции при анализе кальция:

Рабочие растворы и соответствующие им растворы сравнения последовательно распыляются в пламя. Сигнал абсорбции регистрируется после его стабилизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и представляются в виде графиков **(Рисунки 1-2)**.

Ca – 1.50 мг/л

Ca – 1.00 мг/л

Ca – 0.75 мг/л

Ca – 0.00 мг/л

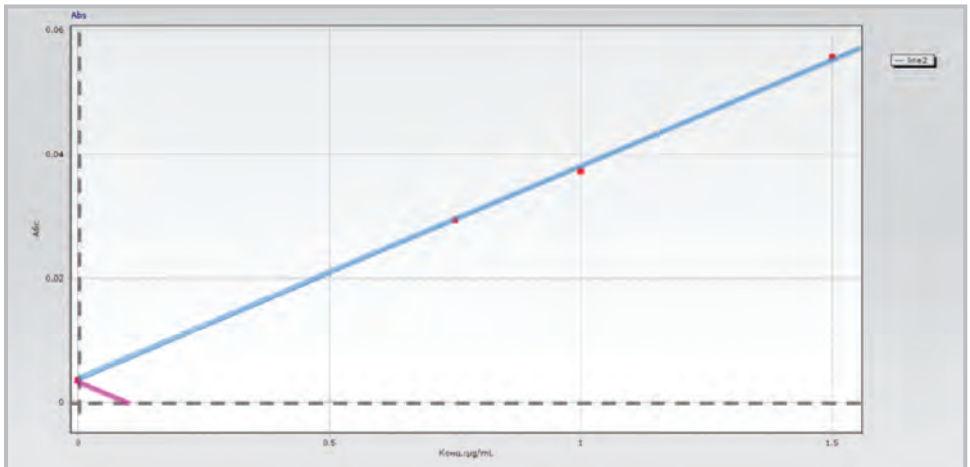


Рисунок 2 — Градуировочный график, построенный по методу добавок

Градуировочный график

Экстраполяция графика (по модулю). Точка пересечения с осью абсцисс показывает концентрацию кальция в пробе

Определение кадмия, свинца и мышьяка

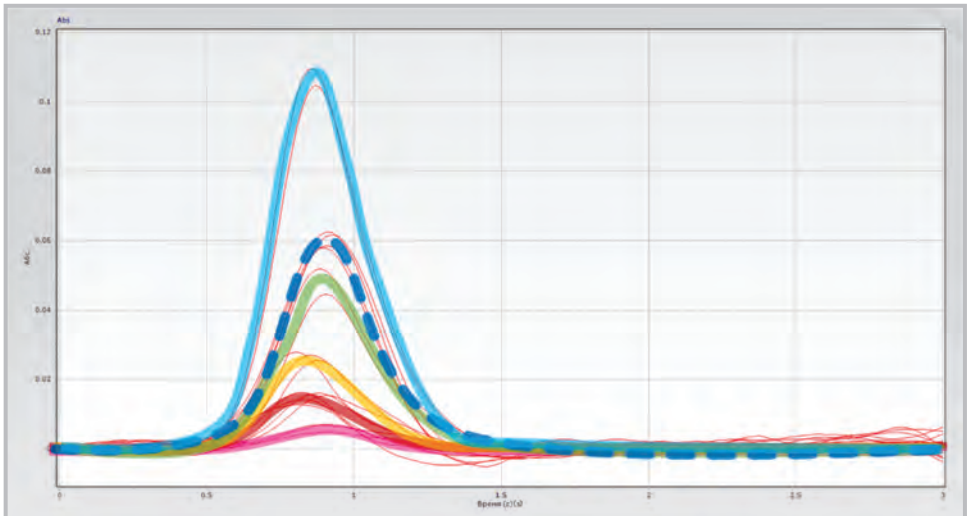


Рисунок 3 — Сигналы абсорбции при анализе свинца

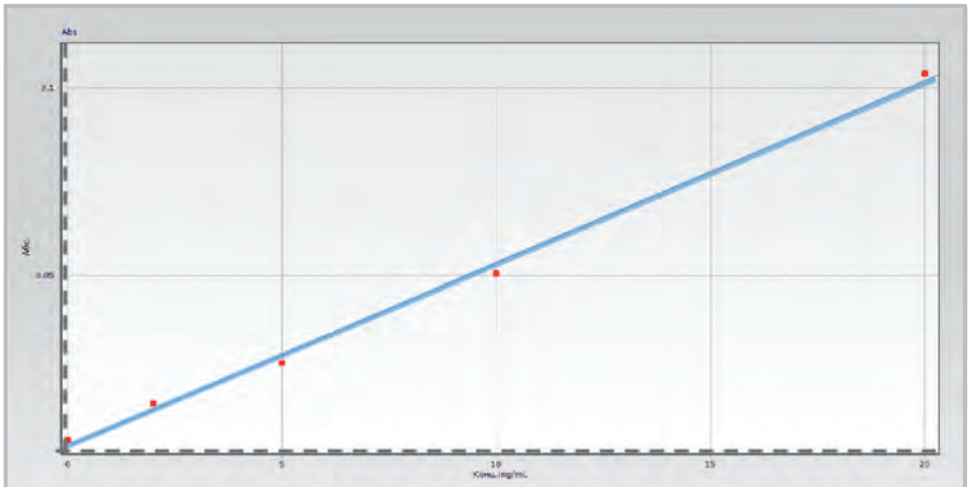


Рисунок 4 — Градуировочный график (Pb)

Рабочие и градуировочные растворы последовательно дозируются в графитовую кювету при помощи автодозатора. Отдозированная капля затем высушивается, озоляется и атомизируется по температурной программе, индивидуальной для каждого элемента.
Сигнал абсорбции регистрируется в форме пика в момент атомизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и представлены в виде графика **(Рисунках 3-4).**
Примеры сигналов, получаемых при введении 20 мкл пробы и стандартных растворов (**Рисунки 3 и 4).**

Pb – 20.0 мкг/л

Pb – 10.0 мкг/л

Pb – 5.0 мкг/л

Pb – 2.0 мкг/л

Pb – 0.0 мкг/л

Натрия альгинат субстанция с. 22121902

Определение содержания ртути

Рабочие и градуировочные растворы при помощи приставки для генерации гидридов смешиваются с раствором боргидрида натрия 0.4% и раствором соляной кислоты в соотношении 3:2. При этом происходит реакция восстановления, и ртуть виде свободных атомов выделяется из раствора.

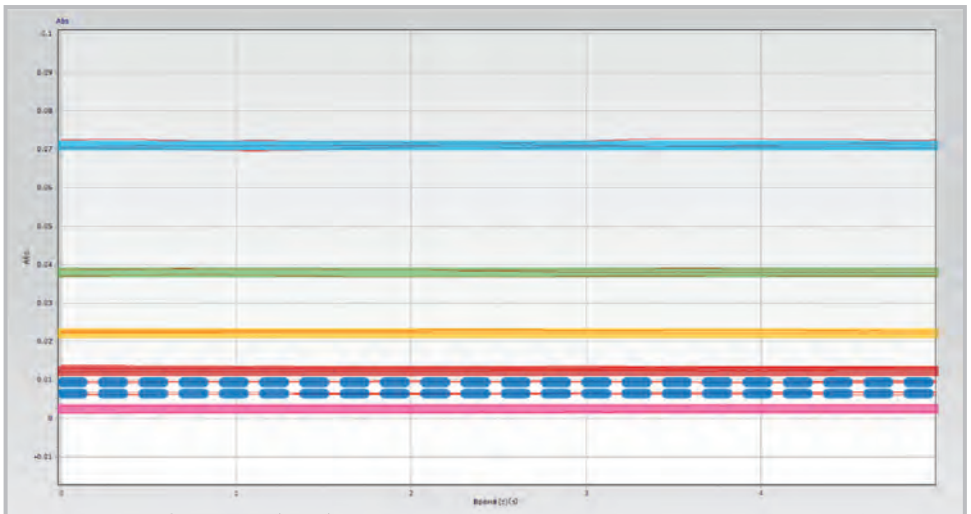


Рисунок 5 — Сигналы абсорбции при анализе ртути

На выходе из приставки жидкая часть пробы уходит в слив, а пары ртути доставляются по резиновому шлангу на оптический путь прибора. Сигнал абсорбции регистрируется после его стабилизации. Полученные значения абсорбции обрабатываются в ПО и предстают в виде графика **(Рисунки 5 и 6).**

Hg – 10.0 мкг/л

Hg – 5.0 мкг/л

Hg – 2.0 мкг/л

Hg – 1.0 мкг/л

Hg – 0.0 мкг/л

Натрия альгинат субстанция с. 22121902 (в параллелях)

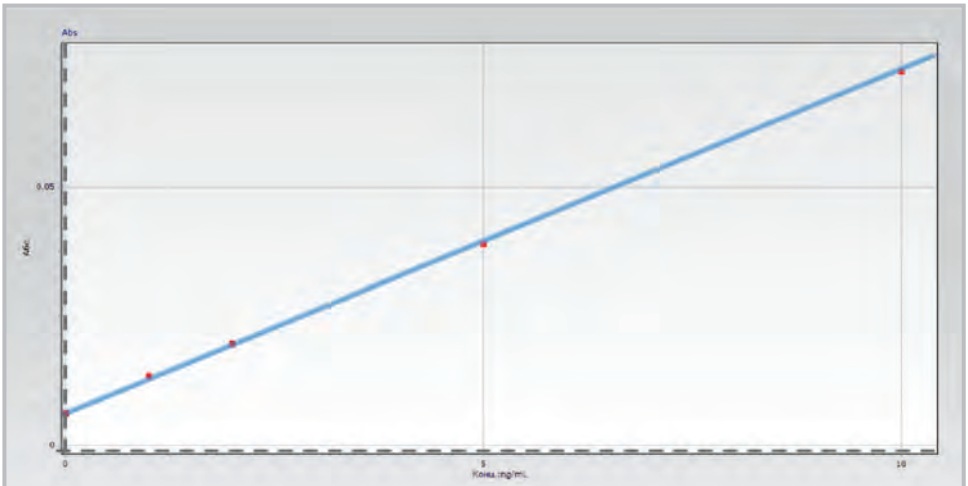


Рисунок 6 — Градуировочный график (Hg)

Результаты измерений

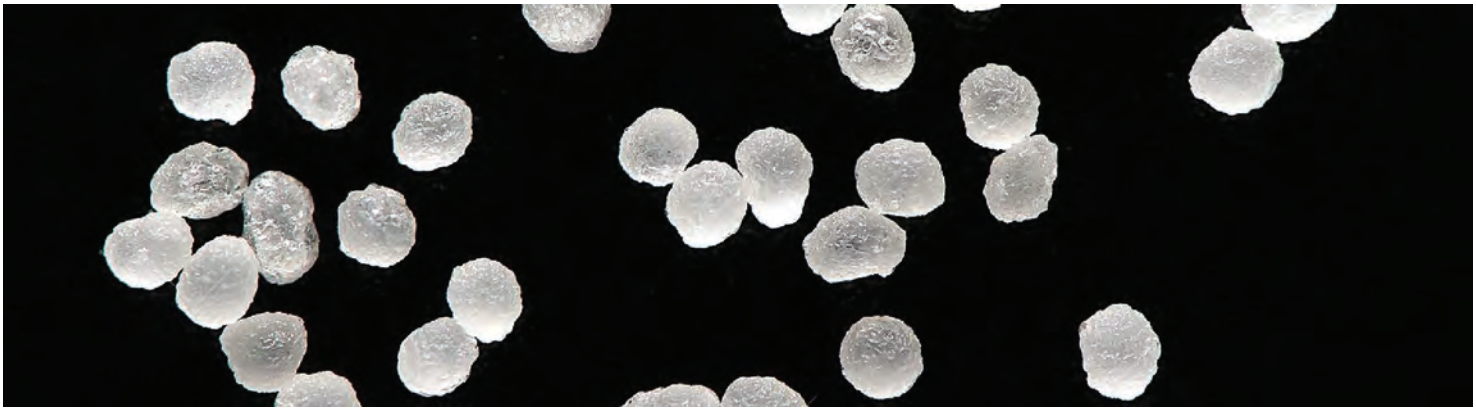
В качестве пороговых значений были установлены:

- Содержание кальция в субстанции – не более 1.5%;
- Содержание свинца, кадмия, мышьяка и ртути – не более 10.0, 1.0, 1.5 и 1.0 ppm (мг/кг) соответственно.

Подробные результаты измерений представлены в **Таблице 3.**

Показатель	Натрия альгинат субстанция с. 80112021	Натрия альгинат субстанция с. 22112628	Натрия альгинат субстанция с. 22121902	Натрия альгинат субстанция с. 22122222
Содержание Ca, %	0.350	0.420	0.390	0.330
Содержание Pb, ppm	0.360	0.710	1.770	2.190
Содержание Cd, ppm	0.022	0.022	0.020	0.024
Содержание As, ppm	0.064	0.471	0.115	0.339
Содержание Hg, ppm	0.831	0.329	0.099	0.225

Таблица 3 – Результаты измерений элементов

Заключение

Метод атомно-абсорбционной спектрофотометрии незаменим при проведении количественного элементного анализа. Атомно-абсорбционные спектрофотометры серии Atom 3000 марки SILab используются в лабораториях контроля качества как исходного сырья, так и готовой продукции, позволяют определять содержание элементов в широком диапазоне концентраций от десятков процентов до долей ppb. Возможность использования автодозатора позволяет не только автоматизировать процесс измерения и увеличить производительность анализа, но и повысить точность получаемых результатов.