

VII. Вопросы практической метрологии

УДК 53.082

**ИЗМЕРЕНИЯ СЕРЫ, ФОСФОРА И НИКЕЛЯ
В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ
АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
НА ПРИМЕРЕ ГОВЯЖЬЕЙ ПЕЧЕНИ**

А.А. Стахеев, Т.П. Столбоушкина

ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл.

*stakheev@vniiftri.ru,
stolboushkina@vniiftri.ru*

В работе рассмотрен метод атомно-эмиссионной спектроскопии, приведены режимы подготовки лабораторной посуды, описана подготовка проб, параметры спектрометра при проведении и обработке результатов измерений. В качестве подтверждения корректности проведённых измерений приведены результаты международного сличения ССQM-K145.

Ключевые слова: сера, фосфор, никель, биологические образцы, спектроскопия.

**MEASUREMENTS OF SULPHUR, PHOSPHORUS
AND NICKEL IN BIOLOGICAL SAMPLES BY ATOMIC
EMISSION SPECTROSCOPY METHOD
ON THE EXAMPLE OF BEEF LIVER**

A.A. Stakheev, T.P. Stolboushkina

FSUE "VNIIFTRI", Mendeleevo, Moscow region

*stakheev@vniiftri.ru,
stolboushkina@vniiftri.ru*

The work considers the method of atomic emission spectroscopy, describes the modes of preparation of labware, describes the preparation of samples, the parameters of the spectrometer when conducting and processing measurement results. As a confirmation of the correctness of the made measurements, the results of the international comparison CCQM-K145 are presented.

Key words: sulfur, phosphorus, nickel, biological samples, spectroscopy.

Как известно, печень играет главную роль в метаболизме и выступает в качестве источника энергии для организма, накапливая гликоген. Также, работая с другими системами и органами, отвечает за некоторые важные функции, такие как накопление железа, детоксикация вредных веществ, поддержание гормонального баланса и иммунитета для борьбы с инфекциями. Крупный рогатый скот, как и люди, оказался наиболее чувствительным видом животных по отношению к некоторым токсинам, попадающим в организм из пищи. Таким образом, ввиду растущего интереса в биологических

эффектах и появления требований к качеству проводимых измерений, разработка точного и сопоставимого аналитического метода для измерений основных и токсичных элементов в образцах биологического происхождения является необходимой и важной задачей.

При проведении измерений использовался метод оптико-эмиссионной спектроскопии с градуировкой по стандартным добавкам — растворам соответствующих элементов, приготовленных из стандартных образцов, прослеживаемых к NIST, с концентрациями 20, 40, 60, 80 и 100% от предварительно измеренной концентрации в образце методом внешней градуировки. Оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой является одним из точнейших методов физико-химического анализа. Во всех проводимых измерениях для снижения концентрации целевых элементов в «пустой» пробе и минимизации рисков загрязнения были применены: процедура обработки пластиковой посуды из полиэтилена высокой плотности, наконечников для пипеток и центрифужных пробирок в ультразвуковой ванне в четыре этапа с использованием разбавленной перегнанной азотной кислоты и деионизованной воды; обработка в шесть этапов для посуды из перфторалкоксидного полимера с дополнительным использованием концентрированной перегнанной азотной кислоты. Для повышения точности анализа было осуществлено следующее: все приготовления растворов производились гравиметрически; во всех измерениях применялся внутренний стандарт; для подбора оптимальных концентраций добавок проводилось предварительное измерение концентраций целевых элементов методом внешней градуировки. Параметры спектрометра при проведении измерений приведены в таблице 1. Обработка проводилась по пяти пикселям с динамическим учётом фоновой линии и x - y ошибок градуировочной функции.

Таблица 1

Параметры спектрометра

Параметр	Значение
Распылитель	Концентрический 1 мл/мин.
Распылительная камера	Циклонная
Поток охлаждающего газа	12,0 л/мин.
Поток плазмообразующего газа	0,5 л/мин.
Поток распылителя	0,6 л/мин.
Мощность ВЧ-генератора	1,2 кВт
Время интегрирования	10 с
Количество измерений одного образца	5

Описанный метод был апробирован при проведении измерений серы, фосфора и никеля в международных ключевых сличениях CCQM-K145 [1]. Результаты сличений, приведённые на рис. 1–3, в пределах заявленных неопределённостей [2] согласуются с опорными значениями международных сличений, что доказывает применимость использования градуировки методом стандартных добавок при измерении серы, фосфора и никеля в образцах биологического происхождения.

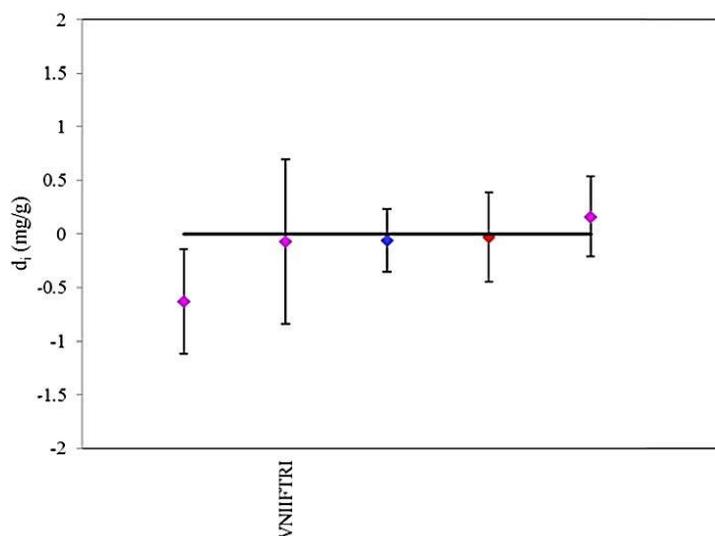


Рис. 1. Степень эквивалентности серы CCQM-K145

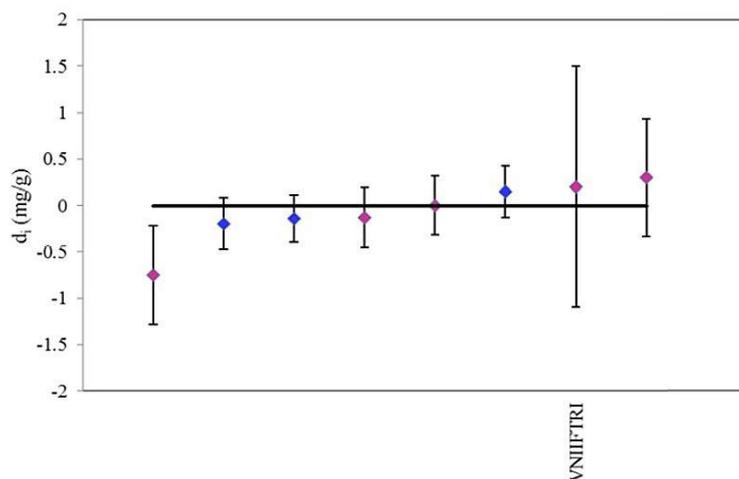


Рис. 2. Степень эквивалентности фосфора CCQM-K145

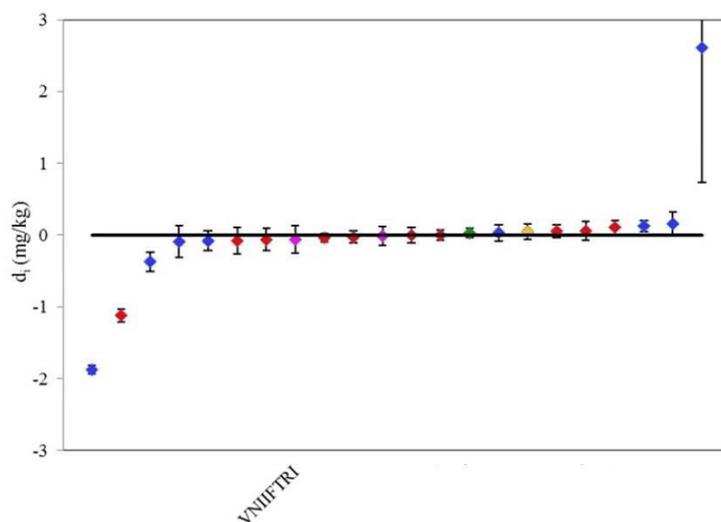


Рис. 3. Степень эквивалентности никеля CCQM-K145

По полученным результатам сличений планируется подача заявки на 3 строки калибровочных и измерительных возможностей от Российской Федерации.

Литература

1. Wang Jun et al. Toxic and essential elements in bovine liver // Draft A Report. 2019.
2. CCQM Guidance note: Estimation of a consensus KCRV and Associated Degrees of Equivalence. Version 10. 2013-04-12.