

**Применение аттестованной методики измерений
массовой доли токсичных элементов в биологических
образцах атомно-абсорбционным методом с
электротермической атомизацией и прямым вводом
проб в токсикологических исследованиях.**

Содержание токсичных элементов и тяжелых металлов

В работах, посвященных проблемам загрязнения окружающей природной среды и экологического мониторинга, на сегодняшний день к тяжёлым металлам и токсичным элементам относятся более 40 элементов периодической системы с атомной массой более 50 ат.ед.

По классификации Реймерса тяжелыми следует считать металлы с плотностью более 8 г/см³. Таким образом, к тяжелым металлам относятся Pb, Cu, Zn, Ni, Cd, Co, Sn, Hg.

Также добавляются токсичные элементы As, Bi, Te, Tl и другие.

В чем опасность попадания тяжелых металлов и токсичных элементов в организм человека? Тяжелые металлы являются ядами, опасными для здоровья веществами. Некоторые из них накапливаются в организме, другие становятся участниками биологических процессов и вызывают онкологические и другие заболевания.

Выбор метода анализа токсикантов зависит от требований методики. Метод атомной абсорбции традиционно высокоселективный, высокочувствительный при достаточно низкой стоимости одного анализа, поскольку прибор не требователен к обслуживанию и очень экономичен в плане расходных материалов.

Существующие аналитические методы определения токсичных элементов и тяжелых металлов

- **Атомная абсорбция, пламенная атомизация**
- **Атомная абсорбция, электротермическая атомизация**
- **Атомная абсорбция с гидридной приставкой**
- **Индуктивно связанная плазма с оптическим детектором**
- **Индуктивно связанная плазма с масс-детектором**

Таблица сравнения методов

Параметры	Пламенная ААС	ЭТ ААС	ICP OES	ICP MS
Пределы обнаружения	ppm	ppb	ppb	ppt
Динамич. диапазон	10^3	10^4	10^5	10^9
Точность	0,1-1%	1-5%	1-5%	1-5%
Масса образца	Большая	Низкая	Небольшая	Небольшая
Наличие интерференций	Мало	Немного	Много	Много
Стоимость обслуживания	Невысокая	Невысокая	Высокая	Высокая

Пробоподготовка как важнейший фактор анализа

Виды пробоподготовки

Рассматривая классические виды анализа токсичных элементов мы видим необходимость пробоподготовки образцов.

При этом, ввиду сложности исследуемых образцов и особенностей метода, образец подготавливается для проведения анализа и переводится в жидкую форму.

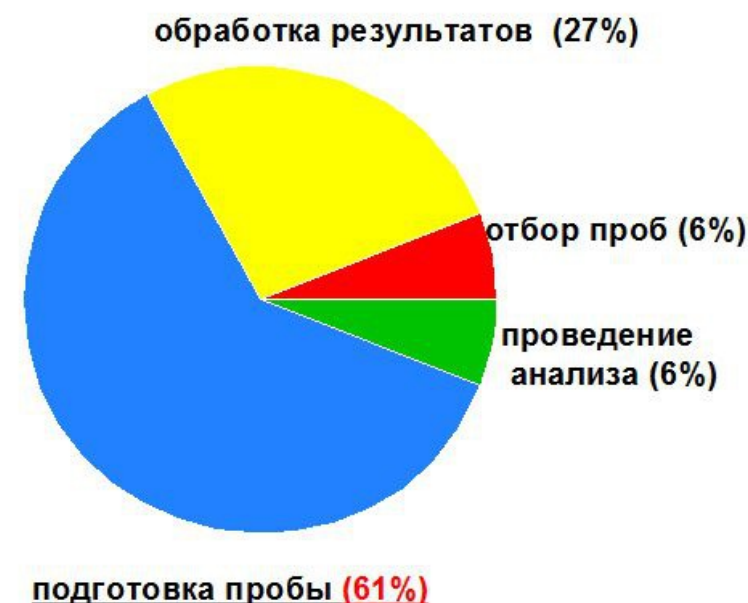
Пробоподготовка в целом занимает достаточно много времени и является основным источником возможных аналитических ошибок при проведении анализа.

Новые методы исследования

Источники возможных ошибок и распределение времени



Источники возможных ошибок



Распределение временных трудозатрат

Новые методы исследования

Методика измерений массовой доли токсичных элементов в биологических образцах атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией и прямым вводом пробы была разработана чтобы обеспечить снижение факторов возникновения ошибок при пробоподготовке образцов, сократить время выполнения анализа и увеличить эффективность работы аналитической лаборатории. При проведении анализа используется автодозатор с прямым вводом образца в печь спектрометра, не требуется минерализация пробы, которая занимает несколько часов и расхода реактивов, кроме того, этот метод позволяет сократить расход пробы до минимума, масса вводимой пробы всего 1мг.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 01.00225/205-30-15

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ
ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ АТОМНО-
АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ
И ПРЯМЫМ ВВОДОМ ПРОБ**

Методика измерений массовой доли токсичных элементов в биологических образцах атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией и прямым вводом проб (количество страниц – 17, 2015 г.), разработанная ООО «Интерлаб» (125212, Москва, ул. Адмирала Макарова, д. 21 кв. 33), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–2009, ГОСТ Р ИСО 5725–2002.

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных исследований методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения промежуточной прецизионности и показателя правильности.

Дата выдачи 27 апреля 2015 года

Заместитель директора



В.Н. Яншин

Уникальный атомно-абсорбционный спектрометр от Analytik Jena серии ContrAA с приставкой для прямого ввода твердых образцов



Особенности спектрометра

- Один источник света — дуговая ксеноновая лампа
- Непрерывный спектр в диапазоне 190-900 нм
- Цифровая матрица в качестве детектора
- 3 D обзор полученного спектра
- Графитовая печь с поперечным нагревом
- Разрешение монохроматора 2 пм
- Одновременная коррекция неселективного поглощения

Особенности прямого ввода твердых проб

- Аналитический метод, не требующий пробоподготовки с использованием реактивов
- Анализ оригинального образца выполняется без добавок дополнительных компонентов
- Требуется малое количество образца для анализа, порядка одного миллиграмма
- Исключаются аналитические ошибки, связанные с разбавлением и загрязнением другими компонентами

- Высокая чувствительность и низкий предел обнаружения, определение следовых количеств веществ
- Высокая экономичность и экологичность метода, так как не требуются дополнительные химические реактивы для анализа, отсутствует необходимость их утилизации
- Отлично подходит для гомогенных образцов

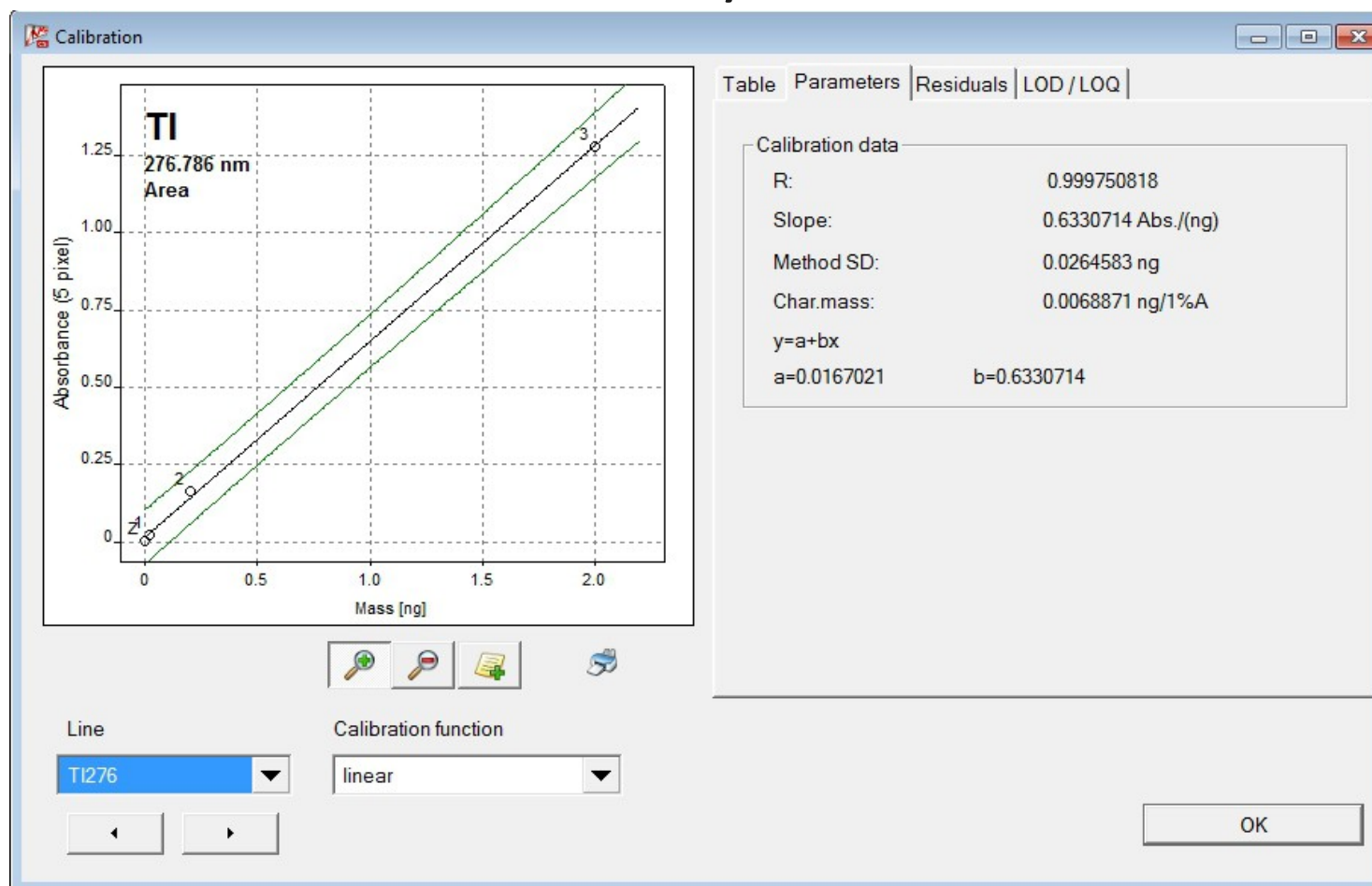
Калибровка по жидким стандартам

Спектрометр может быть откалиброван как по жидким стандартным растворам ГСО, используя специальную приставку жидкого дозирования, так и по твердым сертифицированным стандартам.

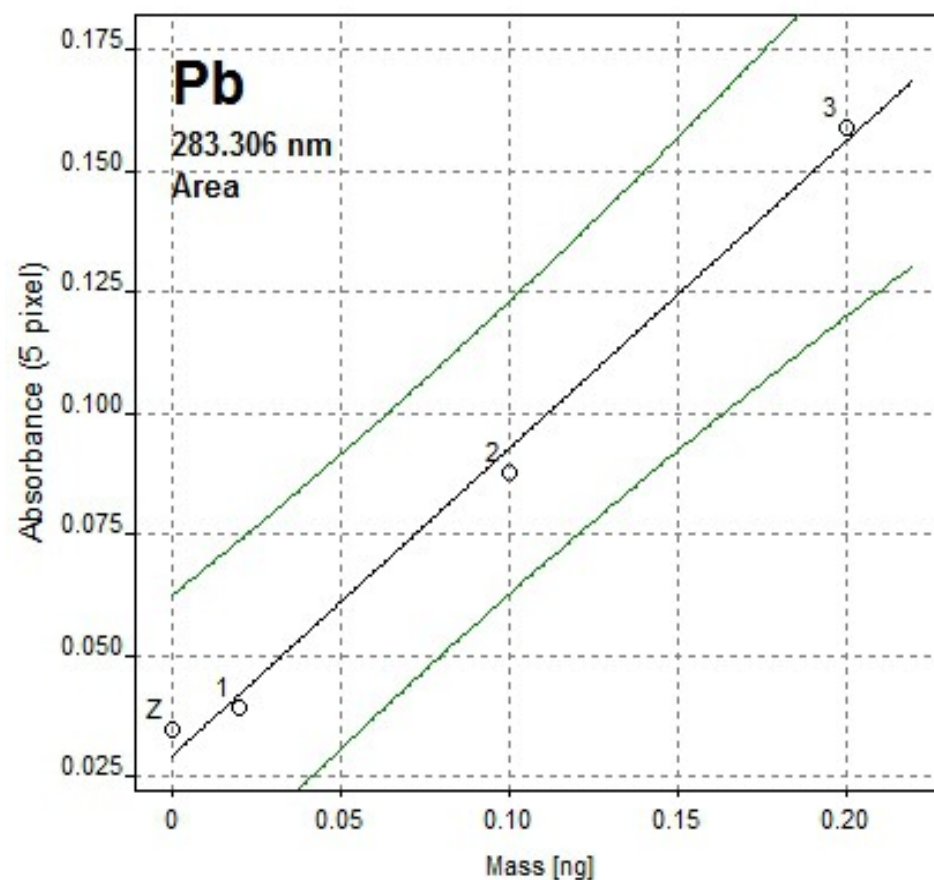
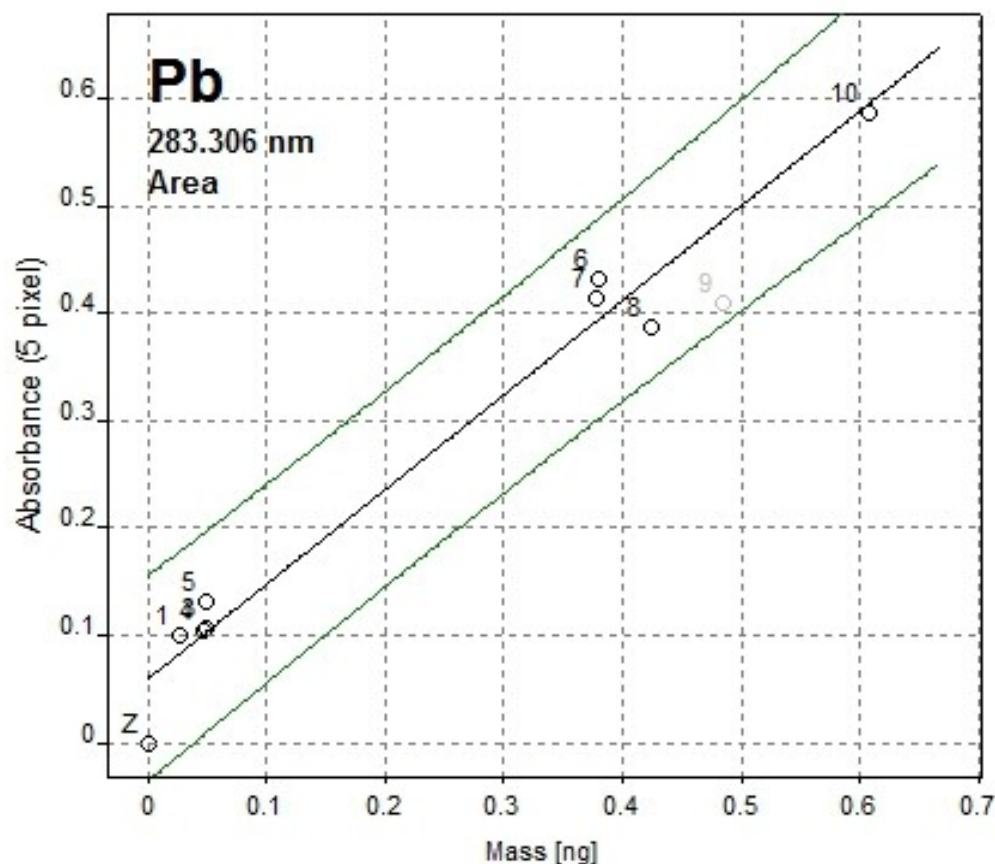
Для аттестации методики спектрометр калибровался по государственным стандартным образцам ионов металлов (ГСО).

Пример калибровки

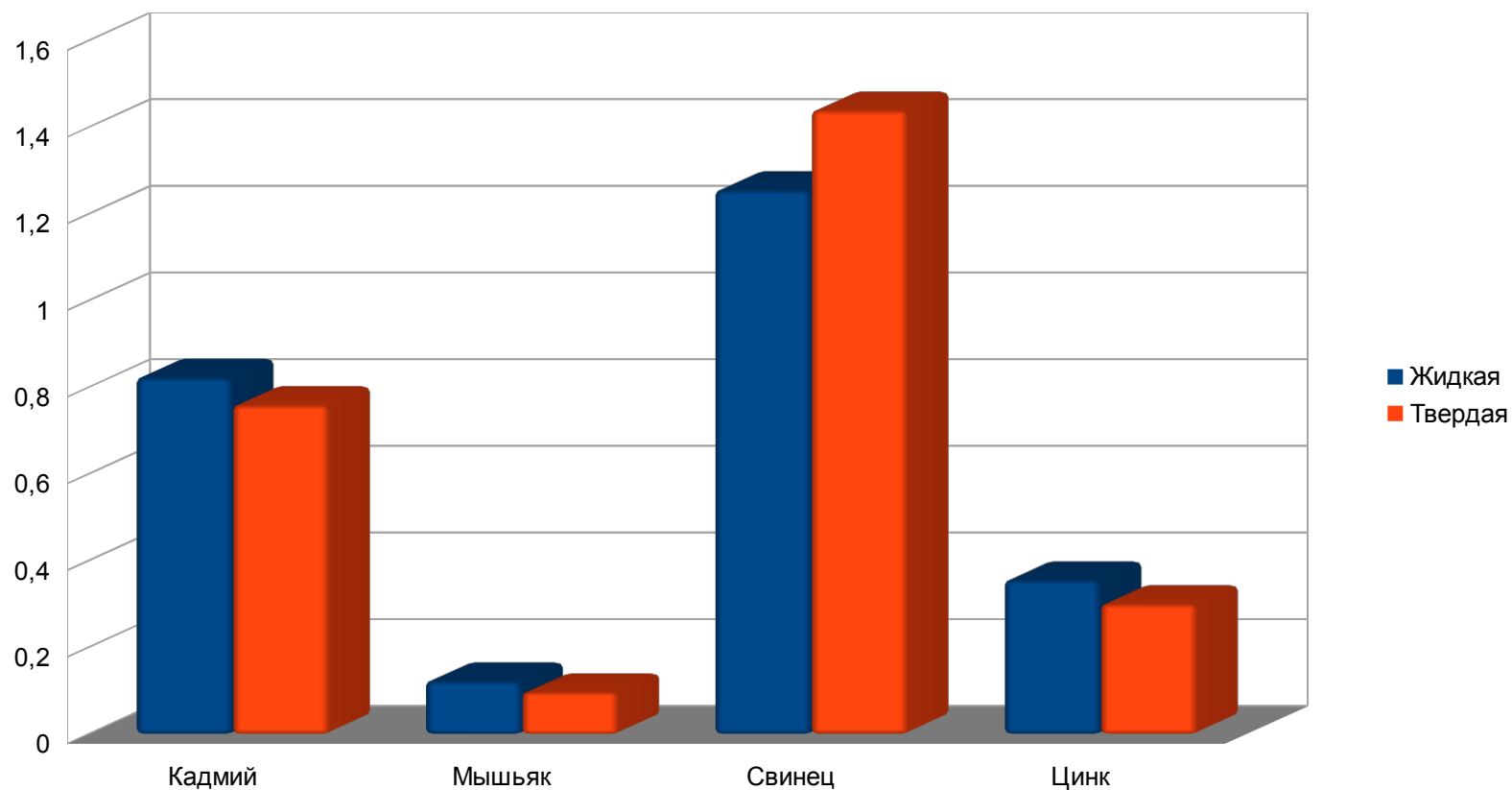
На данном примере представлена калибровочная зависимость по элементу таллию



Сравнение калибровки по жидким и твердым стандартам

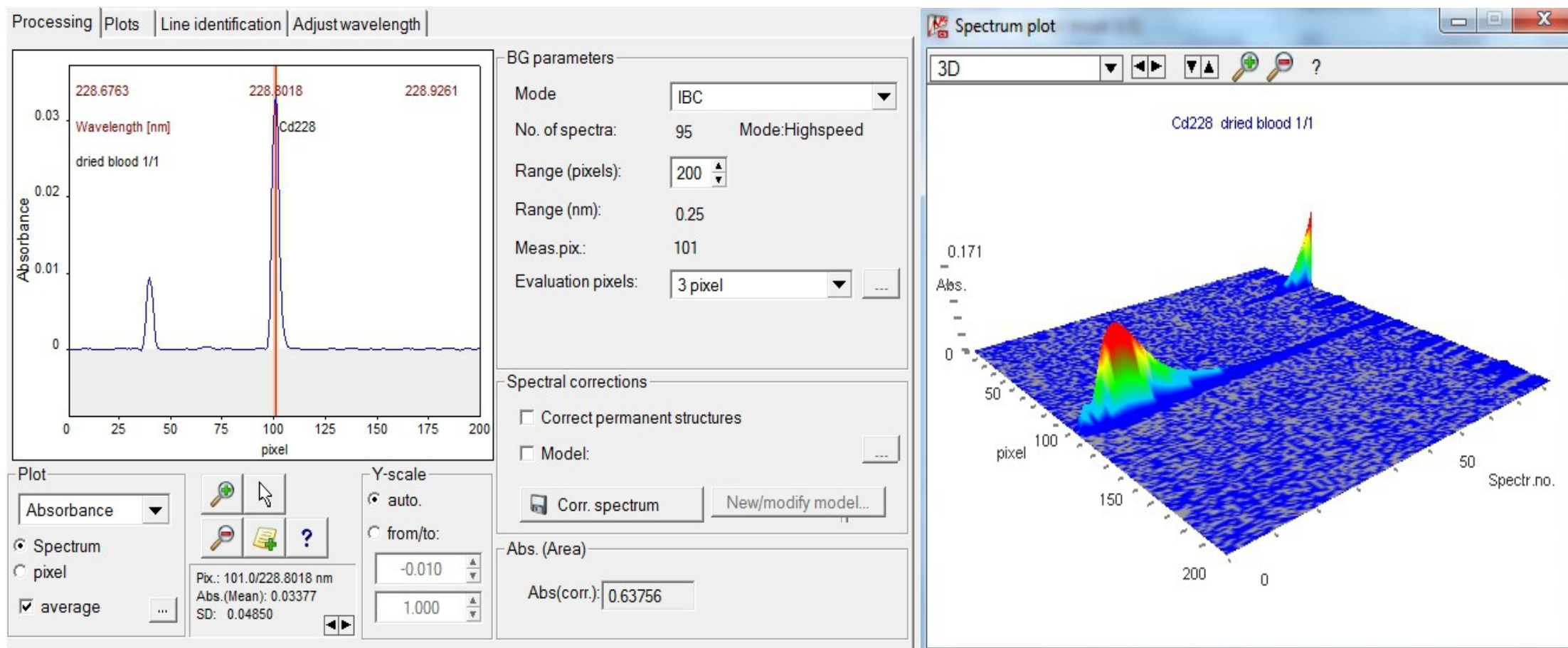


Сравнение калибровки по жидким и твердым стандартам

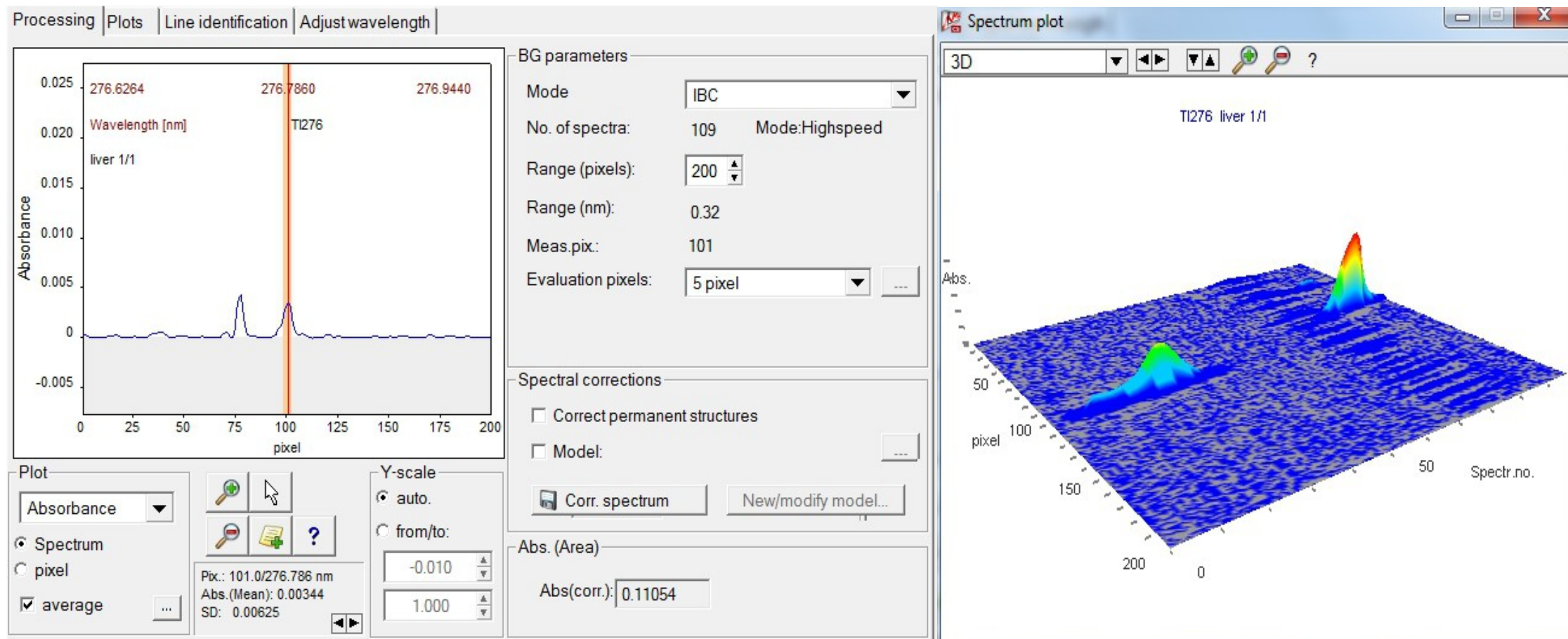


Практическое применение методики

Определение кадмия в крови



Определение таллия в печени



Сравнение с традиционным методом анализа

Спектрометр ContrAA 700 , приставка ввода твердых проб SSA600

Условия :

- **Навеска образца 1 мг для прямого определения (DORM4)**
- **Жидкие стандарты для калибровки (ГСО металлов)**

Система микроволнового разложения Torwave

Условия :

- **Сосуды для микроволнового разложения CX100 (100мл)**
- **10 мл азотной кислоты**
- **100 мг образца для минерализации (DORM4)**

Сравнение с традиционным методом анализа

Элемент	Референсное значение мг/кг	Измеренное с приставкой прямого ввода твердых проб	Измеренное после кислотной минерализации
Мышьяк	$6,87 \pm 0,44$	$6,46 \pm 0,38$	$7,13 \pm 0,43$
Кадмий	$0,299 \pm 0,018$	$0,34 \pm 0,02$	$0,31 \pm 0,01$
Хром	$1,87 \pm 0,18$	$1,94 \pm 0,13$	$1,81 \pm 0,19$
Медь	$15,7 \pm 0,46$	$15,1 \pm 0,35$	$15,9 \pm 0,41$
Железо	343 ± 20	368 ± 21	328 ± 20
Свинец	$0,404 \pm 0,062$	$0,34 \pm 0,05$	$0,42 \pm 0,06$
Никель	$1,34 \pm 0,14$	$1,42 \pm 0,09$	$1,47 \pm 0,13$
Селен	$3,45 \pm 0,4$	$3,41 \pm 0,02$	$3,67 \pm 0,02$
Цинк	$51,6 \pm 2,8$	$47,8 \pm 3,1$	$56,7 \pm 2,9$

Преимущества метода

- Не требуются горючие газы
- Не требуется сложная подготовка проб
- Уменьшается количество ошибок
- Экономится время
- Не требуется утилизация реактивов
- Минимальное количество образца

Выводы

Данная методика измерений показала свою высокую эффективность и может рекомендоваться для проведения токсикологических, судебно-медицинских экспертиз, а также применяться в экологическом мониторинге и для решения широкого спектра других прикладных аналитических задач.

**СПАСИБО
ЗА
ВНИМАНИЕ**