



Методика измерений для оценки уровней миграции токсичных элементов из упаковки в пищевую продукцию

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

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

Лаборатория спектрометрических исследований
Научно-исследовательский институт гигиены, токсикологии,
эпидемиологии, вирусологии и микробиологии
Государственного учреждения «Республиканский центр
гигиены, эпидемиологии и общественного здоровья»,
г. Минск, Республика Беларусь



Упаковка, контактирующая с пищевой продукцией





Потенциально канцерогены, используемые при производстве полимерной упаковки (стабилизаторы, пластификаторы, антипирены)





Нормативный документ, регламентирующий уровни миграции токсичных элементов из упаковки в пищевые продукты - ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»

Актуализированный Перечень стандартов к ТР ТС 005/2011 - отсутствие прямых методов оценки безопасности упаковки, использование для этой цели ГОСТ 31870-2012 «Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии»

Цель исследований - разработка метрологически аттестованной методики измерений для оценки уровней миграции токсичных элементов из упаковки и упаковочного материала, в том числе биоразлагаемых, в пищевую продукцию на основе атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой



Объекты исследований

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

Диапазоны измерений массовой концентрации токсичных элементов

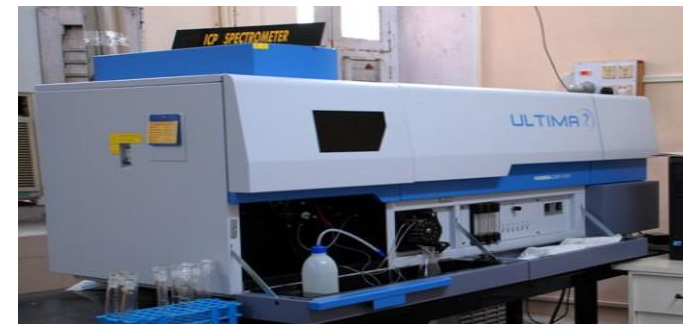
(Ti – 0,05–0,5 мг/дм³, Ba – 0,05–0,5 мг/дм³,
Se – 0,5–1,0 мг/дм³, As – 0,05–0,25 мг/дм³,
Cd – 0,001–0,01 мг/дм³, Pb – 0,025–0,200 мг/дм³,
Mn – 0,05–0,5 мг/дм³, Ni – 0,05–0,5 мг/дм³,
Fe – 0,1–1,0 мг/дм³, Mo – 0,1–1,0 мг/дм³,
Al – 0,25–1,0 мг/дм³, Zn – 0,5–5,0 мг/дм³,
Sn – 1,0–5,0 мг/дм³, Cr – 0,05–0,4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



Принцип метода определения массовых концентраций токсичных элементов, выделившихся из упаковки, в том числе биоразлагаемой, в 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

Используемое оборудование

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





Параметры режима измерений атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой ЖУ 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 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.

Министерство здравоохранения Республики Беларусь

РЕСПУБЛИКАНСКОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ГИГИЕНЫ»
(ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «НПЦГ»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по лабораторному делу и развитию
системы менеджмента качества
государственного предприятия «НПЦГ»
В.А. Шарамков
«26» июня 2023 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор
государственного предприятия «НПЦГ»
С.И. Сычик
«26» июня 2023 г.

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

АМИ.МН 0108-2023

Разработчики:

Заведующий лабораторией
спектрометрических исследований
Старший научный сотрудник
лаборатории спектрометрических исследований
Ведущий химик лаборатории
спектрометрических исследований
Научный сотрудник
лаборатории спектрометрических исследований
Младший научный сотрудник
лаборатории спектрометрических исследований

А.А. Кузюкова
И.В. Дребенкова
Д.В. Черник
А.А. Плешкова
Ю.П. Велентей

Минск, 2023