

Научная статья

УДК 54.062

doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.028

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ ICP-AES

Вероника Денисовна Старовойтова¹, Инна Викторовна Абарина², Наталья Михайловна Коренкова³

^{1–3}Центр обеспечения качества «Нестле Россия», Жуковский, Россия

¹ver.starovojtova2015@yandex.ru

²basya03@yandex.ru

Аннотация

Научная статья представляет собой описание нового метода определения серы в пищевых продуктах, продовольственном сырье, кормах и продуктах их переработки, используя атомно-эмиссионную спектроскопию с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС).

Ключевые слова:

сера, атомно-эмиссионная спектроскопия, метод, образец

Для цитирования:

Старовойтова В. Д., Абарина И. В., Коренкова Н. М. Определение содержания серы в пищевых продуктах методом ICP-AES // Труды Кольского научного центра РАН. Серия: Технические науки. 2025. Т. 16, № 4. С. 150–153. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.028.

Original article

DETERMINATION OF SULFUR CONTENT IN FOOD PRODUCTS BY ICP-AES METHOD

Veronica Denisovna Starovojtova¹, Inna Viktorovna Abarina², Natalia Mikhailovna Korenkova³

^{1–3}Nestle Russia Quality Assurance Center, Zhukovsky, Russia

¹ver.starovojtova2015@yandex.ru

²basya03@yandex.ru

Abstract

The scientific article describes a new method for determining sulfur in food products, food raw materials, feed and processed products using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-NPP).

Keywords:

sulfur, atomic emission spectrometry, method, sample

For citation:

Starovojtova V. D., Abarina I. V., Korenkova N. M. Determination of sulfur retention in food products by ICP-AES method // Proceedings of the Kola Scientific Center of the Russian Academy of Sciences. Series: Technical Sciences. 2025. Vol. 16, No. 4. pp. 150–153. doi:10.37614/2949-1215.2025.16.4.028.

Введение

Метод основан на измерении содержания серы в растворе, полученном путем минерализации пробы азотной кислотой в микроволновой печи под давлением, с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой.

В растениях и продуктах животного сера является важным компонентом структурных молекул (аминокислоты) и функциональных соединений (такие, как глутатион и тиамин). Глюкозинолаты также содержат серу [1].

Агликон производные глюкозинолатов, включая изотиоцианаты и тиоцианаты, токсичны для некоторых животных и птиц.

Поскольку спектроскопическими методами невозможно измерить концентрацию напрямую, а только с помощью преобразования сигнала эмиссии в концентрацию, концентрацию элемента в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, представляющему собой зависимость интенсивности сигнала от концентрации элемента, построенному по результатам измерений серии градуировочных растворов.

Для коррекции матричных эффектов и дрейфа чувствительности масс-спектрометра используют внутренний стандарт.

Результаты исследований

Было проанализировано 16 стандартных образцов, включая бланк, каждый в трех повторностях. Концентрационный диапазон выбран исходя из предполагаемых значений серы в анализируемых пробах.

Для проверки линейности на больших концентрациях диапазон был расширен до 2 тыс. мкг/мл.

Расчетные значения представлены на графике, где по оси X отложена концентрация (мкг/л) в стандартах, по оси Y — аналитический сигнал — среднее из трех повторностей. Проведена визуальная оценка полученного графика на линейность, коэффициент корреляции $R^2 = 0,9999$ и $R^2 = 0,9995$ (рис. 1 и 2).

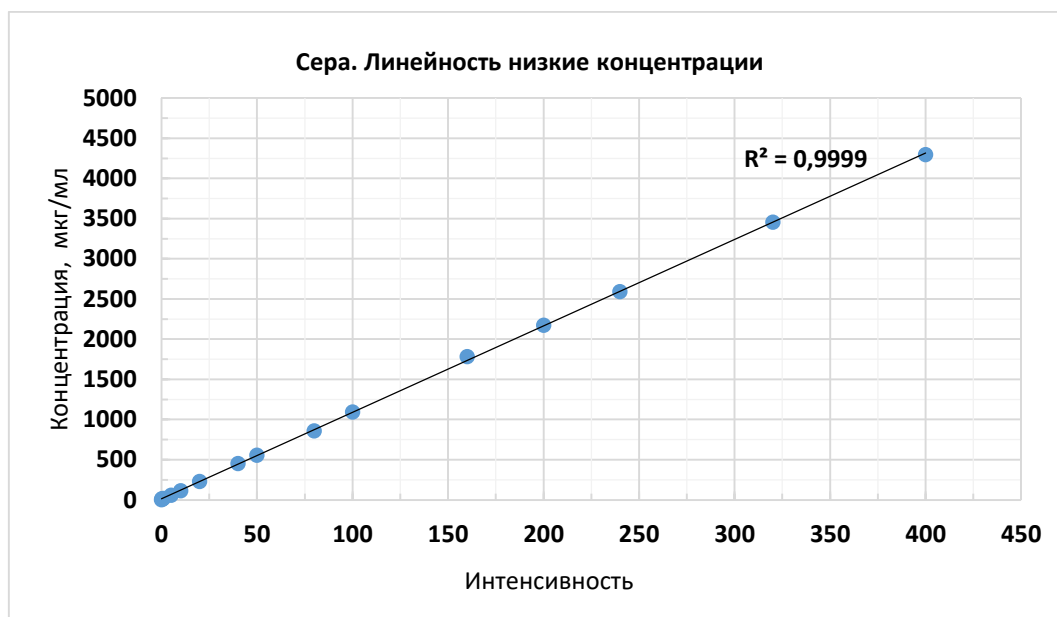


Рис. 1. Интенсивность серы при низких ее концентрациях

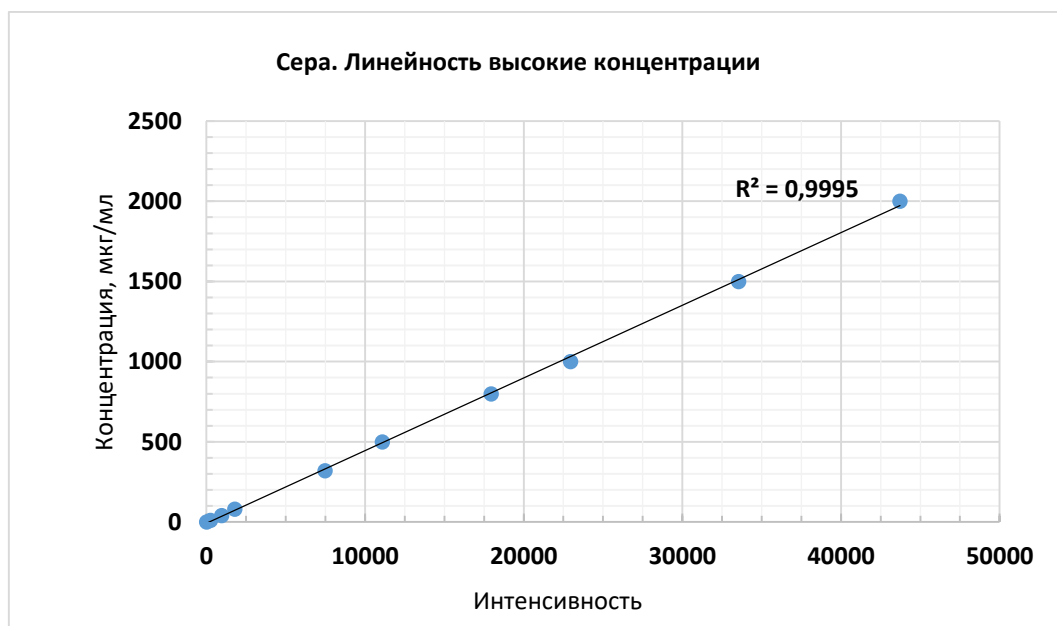


Рис. 2. Интенсивность серы при высоких ее концентрациях

Так как для аналитических целей не требуется концентрация выше 400 мг/л, регрессионный анализ, по концентрациям стандартных растворов (независимая переменная) и полученным интенсивностям (зависимая переменная), проводился до этого диапазона концентраций.

Предел инструментального обнаружения (LOD) был определен путем анализа 10 повторностей стандартного раствора с калибровочной концентрацией 5 мг/л. Данные СКО рассчитаны автоматически программой прибора.

В табл. 1 представлены теоретически рассчитанные значения $LOD = 3 \cdot СКО$, мг/л.

Таблица 1

Расчетные данные для LOD

Элемент	Средняя концентрация, мг/л	СКО, мг/л	$LOD = 3 \cdot СКО$, мг/л
S	4,99	0,22	0,66

Используя эти же данные, был посчитан теоретический предел $LOQ = 10 \cdot СКО$ (мг/л) и количественного определения LOQ (мг/кг) с учетом навесок $m = 0,35$ г и разбавления $V_p = 50$ мл (табл. 2) по формулам:

$$LOQ \text{ (мг/кг)} = LOQ \text{ (мг/л)} \cdot V_p / m;$$

$$LOQ = (2,2 \text{ мг/л} \cdot 50 \text{ мл}) / 0,35 \text{ г} = 314 \text{ мг/кг} = 0,03 \text{ \%}.$$

Таким образом, предел обнаружения $LOQ = 0,03 \text{ \%}$.

Таблица 2

Расчетные данные для LOQ

Элемент	Средняя концентрация (С, мг/л)	СКО, мг/л	$LOQ = 10 \cdot СКО$, мг/кг	$LOQ \text{ (мг/кг)} = LOQ \text{ (мг/л)} \cdot V_p / m$
S	4,99	0,22	2,2	314

Точность и прецизионность метода были проверены на коммерчески доступном образце и на образцах с внесением определенного количества стандартного раствора вещества в разном концентрационном диапазоне. Так были рассмотрены следующие образцы: рапсовый жмых, мука белой рыбы, яичный порошок и лабораторные референсные образцы.

Для проверки работоспособности метода использовались другие методы определения серы, которые указаны в методических указаниях по определению серы в растениях и кормах растительного происхождения. Данный метод основан на извлечении серы из растительного материала путем минерализации его смесью азотной и хлорной кислот, перевода в сульфаты и определении в виде взвеси сульфата бария турбидиметрическим методом. В качестве стабилизатора взвеси используется раствор желатина.

Выводы

В анализируемых образцах целевые значения серы варьируются от 80 до 120 %. После проведения анализа были получены следующие значения серы: в рапсовом жмыхе — 103 %, в муке белой рыбы — 102 %, в яичном порошке — 101 %, в референсных образцах — 98 и 105 %. Эти данные показывают, что степень открываемости вошла в желаемый диапазон.

Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами единичного анализа должно быть меньше 20 %. Исходя из этого были получены следующие значения: в рапсовом жмыхе — 10,2 %, в муке белой рыбы — 2,0 %, в яичном порошке — 15,2 %, в референсах — 6,0 и 4,86 %.

Список источников

- Новиков Н. Н. Биохимия растений. М.: КолосС, 2012. 679 с.

References

1. Novikov N. N. Biochemistry of plants, Moscow: KolosS, 2012, 679 с.

Информация об авторах

В. Д. Старовойтова — студент, стажер-химик;

И. В. Абарина — инженер-химик;

Н. М. Коренкова — инженер-химик.

Information about the authors

V. D. Starovoitova — student, a trainee chemist;

I. V. Abarina — chemical engineer;

N. M. Korenkova — chemical engineer.

Статья поступила в редакцию 25.06.2025; одобрена после рецензирования 25.08.2025; принята к публикации 27.08.2025.
The article was submitted 25.06.2025; approved after reviewing 25.08.2025; accepted for publication 27.08.2025.