

**Uniwersytet Śląski – Instytut Chemii – Zakład Krystalografii**  
**Laboratorium specjalizacyjne**

*Opracowanie: dr hab. Izabela Jendrzejska*

*Specjalność: chemia sądowa*

**Zastosowanie dyfrakcji rentgenowskiej do badania  
suplementów diety**

5 godz.

**Cel ćwiczenia:** Zapoznanie się z problematyką związaną z identyfikacją substancji jednofazowej lub będącej mieszaniną faz w celu potwierdzenia jej autentyczności. Przeprowadzenie analizy jakościowej dla wybranych suplementów diety.

**Aparatura:** komputer PC, program Origin, dostęp do bazy danych dyfrakcyjnych ICDD-PDF2, dyfraktogramy wybranych suplementów diety zawierających magnez.

**Wprowadzenie.**

Organizmowi ludzkiemu do prawidłowego rozwoju i funkcjonowania niezbędne są składniki mineralne, czyli substancje chemiczne, które spełniają wiele istotnych funkcji w ciele człowieka. Jednym z nich jest magnez, określany często jako „pierwiastek życia”, ponieważ bierze on udział w licznych reakcjach i procesach koniecznych do przetrwania, takich jak wytwarzanie energii, synteza kwasów nukleinowych, czy aktywacja wielu enzymów. Wszystko to podkreśla fakt, że aby móc cieszyć się pełnią zdrowia kluczowe jest uzupełnianie niedoborów mikro- oraz makroelementów, a także utrzymywanie ich zawartości na odpowiednim poziomie. Pomóc w tym mogą suplementy diety, czyli środki spożywcze, mające na celu uzupełnienie codziennej diety [1, 2]. Sięgając po taki preparat nie możemy mieć jednak pewności, co tak naprawdę kupujemy, ponieważ ich wprowadzanie na rynek oraz handel nimi są poza skuteczną kontrolą. Przeprowadzane badania wskazują, że obok rzetelnych produktów dostępne są także środki zafałszowane, mogące mieć szkodliwy wpływ na zdrowie, a niekiedy również i na życie konsumentów. Wskazuje to na konieczność kontroli jakości dostępnych w sprzedaży suplementów diety [3].

Dyfrakcja rentgenowska jest jedną z technik, która z powodzeniem może być stosowana w celu identyfikacji różnorodnych związków chemicznych w mieszaninach polikrystalicznych, takich jak suplementy diety, ale również leki, narkotyki, czy dopalacze. Dzięki wykorzystaniu promieniowania rentgenowskiego, które padając na analizowany materiał ulega dyfrakcji, na jego regularnie rozmieszczonych atomach możliwe jest ustalenie składu badanej próbki.

Poprzez rejestrację ugiętej pod określonymi kątami wiązki tego promieniowania uzyskuje się widmo rentgenowskie, czyli obraz charakterystyczny wyłącznie dla jednej substancji [4, 5].

Jakościowa analiza fazowa pozwala natomiast na dokładną identyfikację związków chemicznych zawartych w badanym preparacie na podstawie otrzymanych dyfraktogramów. Opiera się ona na wykorzystywaniu istniejących od wielu lat i ciągle aktualizowanych baz, w których gromadzone są liczne dane dyfrakcyjne różnych związków chemicznych. Dzięki nim możliwa jest identyfikacja poszczególnych substancji nawet w mieszaninach, co stanowi ogromną zaletę między innymi podczas badania suplementów diety [6, 7].

### **Różnica między lekiem a suplementem diety**

Podstawowe różnice pomiędzy lekami a suplementami diety wynikają głównie z ich definicji zawartych w odpowiednich ustawach. Zgodnie z nimi **suplement diety** jest to *„środek spożywczy, którego celem jest uzupełnienie normalnej diety, będący skoncentrowanym źródłem witamin lub składników mineralnych lub innych substancji wykazujących efekt odżywczy lub inny fizjologiczny, pojedynczych lub złożonych, wprowadzany do obrotu w formie umożliwiającej dawkowanie, w postaci: kapsulek, tabletek, drażetek i w innych podobnych postaciach, saszetek z proszkiem, ampulek z płynem, butelek z kroplomierzem i w innych podobnych postaciach płynów i proszków przeznaczonych do spożywania w małych, odmierzonych ilościach jednostkowych, z wyłączeniem produktów posiadających właściwości produktu leczniczego w rozumieniu przepisów prawa farmaceutycznego [54].” Lek (produkt leczniczy)* natomiast jest to *„substancja lub mieszanina substancji, przedstawiana jako posiadająca właściwości zapobiegania lub leczenia chorób występujących u ludzi lub zwierząt lub podawana w celu postawienia diagnozy lub w celu przywrócenia, poprawienia lub modyfikacji fizjologicznych funkcji organizmu poprzez działanie farmakologiczne, immunologiczne lub metaboliczne [55].”* Wskazania do stosowania danego wyrobu nie dotyczą suplementów diety w przeciwieństwie do produktów leczniczych, dla których wskazania do stosowania określone są w charakterystyce danego środka i zatwierdzane są przez Urząd Rejestracji Produktów Leczniczych, Wyrobów Medycznych i Produktów Biobójczych (UPRL) [56]. Z definicji obu produktów wynika także różne działanie na człowieka. Suplementy diety, które przeznaczone są dla osób zdrowych nie leczą i bezpośrednio nie zapobiegają chorobom. Pełnią one funkcje odżywcze oraz są zdolne do wspomagania prawidłowego funkcjonowania organizmu. Inaczej jest w przypadku leków, których zadaniem jest leczenie i zapobieganie rozwojowi stanów patologicznych. Dlatego też przeznaczone są one dla osób chorych, ze względu na to, że hamują one przyczyny bądź niwelują i łagodzą objawy różnych

dolegliwości [57]. Jeśli chodzi o sposób przyjmowania suplementy diety spożywane są wyłącznie doustnie, natomiast leki mogą być również aplikowane podjęzykowo, domięśniowo, iniekcyjnie, wziewnie, doodbytniczo, czy też przez skórę.

### Wykonanie ćwiczenia

#### **Cześć 1. Ustalenie formy i dawki związku zawierającego magnez.**

W oparciu o dane wyszukane w internecie lub podane na opakowaniu suplementu należy podać nazwę związku chemicznego zawierającego magnez oraz jego dawkę (ilość), przypadającą na tabletkę bądź saszetkę wg wskazań producenta. Dane zebrać w tabeli (wzór poniżej).

Tabela 1. Analizowane suplementy diety

<b>SUPLEMENTY WIELOSKŁADNIKOWE</b>				
<b>Lp.</b>	<b>Nazwa produktu</b>	<b>Zawartość magnezu w 1 tabletkę/saszetkę [mg]</b>	<b>Forma magnezu</b>	<b>Inne substancje istotne dla organizmu</b>
1.	Falvit			
2.	Vitalsss Plus Multiwitamina + Minerale			
3.	Vitalsss Plus Magnez + Potas + Witaminy z grupy B			
4.	Asparoc			
<b>SUPLEMENTY MAGNEZOWE</b>				
5.	Vitalsss Plus Magnez + Witamina B6			
6.	Magnez OTX			
7.	MgB6 skurcz			
8.	Dr. Max <sup>+</sup> Magnez + VitB6			
<b>SUPLEMENTY DLA SPORTOWCÓW</b>				
9.	Mex Muscle Excellence			
10.	Thermo Pump			
11.	7 Nutrition Bomb Pre-workout			
12.	KFD Nutrition			

## Część 2. Baza danych dyfrakcyjnych ICDD PDF 2.

W bazie danych dyfrakcyjnych ICDD PDF2 wyszukać karty PDF opisujące związki magnezu oraz inne substancje wchodzące w skład badanego suplementu diety.

## Część 3. Analiza jakościowa wybranych suplementów diety zawierających magnez.

1. Za pomocą programu Origin otworzyć dyfraktogram badanej próbki suplementu (patrz załączniki), w zakresie kątowym  $10 - 120^\circ$ , a następnie dla każdej linii dyfrakcyjnej odczytać wartości kąta  $2\theta$ , intensywność linii oraz obliczyć odległości międzypłaszczyznowe  $d_{hkl}$  za pomocą równania Bragga.
2. Porównując wartości kątów  $2\theta$  odczytanych z dyfraktogramu dla każdej linii dyfrakcyjnej oraz wartości  $2\theta$  zamieszczone w bazie ICDD PDF2 (Materiały Pomocnicze), przypisać każdą linię dyfrakcyjną do odpowiedniej substancji.
3. Dla badanych suplementów wykonać analizę jakościową. Dane zapisać w tabeli (wzór Tabela 2).

Tabela 2. Wyznaczone dane strukturalne dla strukturalne.....w porównaniu z danymi z bazy ICDD

Nr linii dyfrakcyjnej	$2\theta$ [°] z ICDD	$2\theta$ [°] wyznaczone	$\Delta\theta$ [°]	$d_{hkl}$ [Å] z ICDD	$d_{hkl}$ [Å] wyznaczone	substancja

## Opracowanie wyników i sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać:

- zestawienie otrzymanych wyników w postaci tabel
- tok obliczeń wykonanych do obliczenia wartości  $d_{hkl}$
- wnioski

## **Literatura**

1. *Magnez – pierwiastek życia*, red. M. Maj-Żurawska, K. Pyrżyńska, Wydawnictwo Malamut, Warszawa, 2016
2. *Praktyczny podręcznik dietetyki*, red. M. Jarosz, Wydawnictwo Instytutu Żywności i Żywienia, Warszawa, 2014
3. Dopuszczanie do obrotu suplementów diety, nr ewid.195/2016/P/16/078/LLO, Delegatura NIK w Łodzi, 2017
4. Z. Trzaska Durski, H. Trzaska Durska, *Podstawy krystalografii strukturalnej i rentgenowskiej*, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa, 1994
5. W. Łasocha, K. Lubberda-Durnaś, *Nowe metody w badaniach struktur polikryształów*, Wiadomości chemiczne, 2014, **68**(5-6), s. 507-543
6. *Fizykochemiczne badania śladów kryminalistycznych*, red. R. Bachliński, A. Policha, Wydawnictwo Centralnego Laboratorium Kryminalistycznego Policji, Warszawa, 2013
7. Z. Bojarski, E. Łągiewka, *Rentgenowska analiza strukturalna*, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, 1995
8. Ustawa z dnia 25 sierpnia 2006 r. o bezpieczeństwie żywności i żywienia (Dz.U. 2006 Nr 171 poz. 1225)
9. Ustawa z dnia 6 września 2001 r. Prawo farmaceutyczne (Dz.U. 2001 nr 126 poz. 1381)
10. <http://leki.zysuplementy.pl/materialy.php> dostęp: 04.05.2018
11. Wojewódzka Stacja Sanitarno - Epidemiologiczna w Gdańsku - Suplementy diety a leki:<http://www.wsse.gda.pl/nadzor-sanitarny/oddzial-higieny-zywnosci-zywienia-i-przedmiotow-uzytku/suplementy-diety/57-suplementy-diety-a-leki> dostęp: 04.05.2018