

TDK-DOLGOZAT

Várallyay Szilvia

Debrecen

2013.

Debreceni Egyetem
Mezőgazdaság-, Élelmiszertudományi és
Környezetgazdálkodási Kar
Élelmiszertudományi, Minőségbiztosítási és Mikrobiológiai Intézet

Intézetvezető: Prof. Dr. Kovács Béla Róbert

**MÉRÉSI PARAMÉTEREK ÉS MINTAELŐKÉSZÍTÉSI
MÓDSZEREK VIZSGÁLATA, TEJ ELEMTARTALOM
MEGHATÁROZÁSÁHOZ ICP TECHNIKÁKKAL**

Készítette:
Várallyay Szilvia
Élelmiszerbiztonsági- és minőségi mérnöki MSc. II. évfolyam

Konzulensek:
Prof. Dr. Kovács Béla Róbert
egyetemi tanár

Andrási Dávid
egyetemi tanársegéd

Debrecen

2013.

TARTALOMJEGYZÉK

TARTALOMJEGYZÉK.....	2
BEVEZETÉS.....	3
1. TÉMAFELVETÉS.....	4
2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS.....	6
2.1. A tej.....	6
2.2. Ásványi anyagok a tejben	6
2.2.1. Makroelemek.....	7
2.2.2. Mikroelemek	8
2.3. Multielemes kémiai analízis folyamata.....	11
2.4. Mintaelőkészítési módszerek.....	13
2.4.1. Hamvasztás.....	13
2.4.2. Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson	14
2.4.3. Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában) mikrohullámú energiaközléssel	15
2.4.4. Roncsolás mentes mintaelőkészítés	15
2.5. A mintaelőkészítési műveletek lehetséges hibaforrásai.....	16
2.6. ICP-OES és ICP-MS technikáknál fellépő spektrális zavaró hatások.....	17
2.6.1. ICP-OES technikánál fellépő spektrális zavaró hatások	17
2.6.2. ICP-MS technikánál fellépő spektrális zavaró hatások	18
3. ANYAG ÉS MÓDSZER.....	19
3.1. A vizsgált minták.....	19
3.2. A vizsgálatokhoz alkalmazott vegyszerek	19
3.3. A vizsgált mintaelőkészítési módszerek	19
3.3.1. Hamvasztás.....	21
3.3.2. Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson	21
3.3.3. Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában), mikrohullámú energiaközléssel.....	22
3.3.4. Közvetlen hígítás.....	22
3.4. A minták elemtartalmának meghatározásához alkalmazott készülékek.....	23
3.4.1. Az ICP-OES készülék bemutatása.....	23
3.4.2. Az ICP-MS készülék bemutatása.....	25
4. EREDMÉNYEK ÉS AZOK ÉRTÉKELÉSE	27
4.1. Szárazanyag- és hamutartalom meghatározás eredményeinek értékelése	27
4.2. A vizsgált elemek koncentrációjának meghatározásához ideális hullámhosszak	28
4.3. A vizsgált elemek koncentrációjának meghatározásához ideális izotópok.....	30
4.4. Spiking adatok értékelése.....	32
4.5. Tehéntej minta elemtartalmának mérhetősége különböző mintaelőkészítési módszerek esetén.....	35
4.6. Közvetlen hígítást követő analitikai vizsgálat során kapott eredmények értékelése.....	36
5. KÖVETKEZTETÉSEK ÉS JAVASLATOK	39
ÖSSZEFOGLALÁS	42
SZAKIRODALOM JEGYZÉK	44
KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	47
NYILATKOZAT	48

BEVEZETÉS

A tej az emberiség egyik legfontosabb élelmiszerének tekinthető, mely számos táplálkozás-élettani szempontból fontos alkotóból áll, mint a tejsír, tejfehérje, tejcukor, enzimek, vitaminok és ásványi anyagok.

A tejben található makro- és mikroelemek nélkülözhetetlenek az emberi szervezet számára, hiszen híg elektrolitok alakjában részt vesznek az élő szervezet elektrokémiai, ozmózisos, valamint sav-bázis egyensúlyának fenntartásában, elősegítik a különböző kolloidok állapotváltozását, aktiválják vagy gátolják az enzimreakciókat, részt vesznek a támasztószövet felépítésében. A tejben előforduló ásványi alkotók már régóta foglalkoztatják a kutatókat. Az esszenciális ásványi anyagok és főleg a toxikusnak tekintett elemek napjainkban is aktuális témául szolgálnak a kutatásokhoz. A tej ásványi anyag tartalmát több tényező is befolyásolhatja, a genetikai tényezőkön kívül a takarmányozás, a laktáció stádiuma, az évszak és egyéb környezeti tényezők.

Az ipari termelés fejlődése, a mezőgazdasági technológiák átalakulása, a közlekedés intenzitásának növekedése, környezetünk szempontjából számos, nemegyszer előnytelen változást eredményezett az elemek körforgásában, hozzáférhetőségében és jelenlétében. Ezek a hatások nyomon követhetők a talaj, valamint a növényvilág kémiai összetételének módosulásában is. A szennyezett környezetben, illetve talajon termő növény útján a szennyezők a takarmány emésztésekor megjelennek az állati testben, szervekben, s ennek következtében élelmiszereink is veszélynek vannak kitéve.

Modern életvitelünkkel együtt jár, a talaj-növény-állat-ember tápláléklánc szennyeződése potenciálisan toxikus kémiai elemekkel. Ugyan az egészségre nézve káros ásványi anyagok csak kis mennyiségben juthatnak be élelemmel a szervezetünkbe, ezeknek az elemeknek a hatása nem elhanyagolható.

Az élelmiszerekben előforduló toxikusnak tekintett elemek, valamint egyéb ásványi alkotók mennyiségének figyelemmel kísérése, folyamatos tolerancia határérték alatti szinten tartása kiemelten fontos ételmezés-egészségügyi, élelmiszerbiztonsági feladatot képez, mivel számos elemnél az esszenciális és nem kívánatos hatást, a koncentráció igen kis mennyiségű eltérése okozhatja, illetve bizonyos határok felett minden elem toxikus lehet, még a létfontosságúak is. Ennek megfelelően számos jogszabály írja elő a különböző ásványi összetevők koncentrációjának folyamatos monitorozását.

1. TÉMAFELVETÉS

A tej, az élelmiszerek közül nem csak elsődleges alkotóelemei és sokoldalú felhasználása miatt, hanem ásványi összetevői révén is kiemelkedő jelentőségű. Az élelmiszerekben található ásványi alkotók mennyiségének analízise az analitikai vizsgálatok kiemelten fontos feladata.

Az élelmiszer-analitikában az elemtartalom-meghatározásokat általában különböző optikai atomspektroszkópiai módszerekkel, illetve tömegspektrometriás módszerrel végzik. Ezek közül az eljárások közül kiemelkednek az induktív csatolású plazmát (ICP) használó módszerek, melyek széleskörű elfogadottságot nyertek mind a hazai, mind a nemzetközi makro- és mikroelem kutatásban, gyors, sokelemes meghatározásra való alkalmasságukból adódóan.

Az induktív csatolású plazma optikai emissziós módszer (ICP-OES) hetven-nyolcvan elem mennyiségi meghatározását teszi lehetővé a plazmában keletkező gerjesztett részecskék fénykibocsátásának felhasználásával.

Az induktív csatolású plazma tömegspektrometria (ICP-MS) a makro-, mikro- és nyomelemek meghatározása mellett izotóparány meghatározására is alkalmas. Az ICP ebben az esetben ionforrás és a tömegspektrométerbe jutó ionok tömeg/töltés (m/z) hányados szerint időben elválasztva kerülnek detektálásra.

A különböző analitikai módszerek csak akkor adnak megbízható, reprodukálható eredményeket, ha az analitikai folyamatok, mégpedig a mintavétel, a mintaelőkészítés, az analitikai jel generálása, valamint a detektálás és adatfeldolgozás egyenként és összességükben a lehető legjobban működnek. Ezeknek a helyes vagy helytelen kivitelezése eldöntheti az egész elemzés sorsát. Az utóbbi évtizedek fejlesztései a mérőműszerek építésénél egyre megbízhatóbb elemzési-detektálási-adatfeldolgozási lehetőséget nyújtottak, ugyanakkor a mintavételi és mintaelőkészítési technikák fejlesztése háttérben maradt.

Az ásványi alkotórészek mennyiségének élelmiszer mintákban történő meghatározása általában nem végezhető el közvetlenül a minták eredeti formájában. A különböző halmazállapotú, szervesanyag-tartalmú mintákban a szervetlen sókat az előkészítési módszerekkel megfelelő állapotba kell hozni ahhoz, hogy a különböző analitikai eljárásokkal meghatározhatók legyenek, miközben biztosítani kell, hogy a minta jellemzői minél inkább egyezzenek a vizsgált anyag egészének jellemzőivel.

Az analitikus feladata gyakran éppen az, hogy a konkrét feladathoz a megfelelő mintaelőkészítési eljárást meghatározza/kidolgozza.

Kutatómunkám egyik célja volt a különböző mintaelőkészítési eljárásokat összehasonlítva, meghatározni adott elem méréséhez az optimális mintaelőkészítési módszert abban az esetben, ha az analizálandó minta az emberiség egyik legkiemelkedőbb táplálkozásbiológiai értékkel rendelkező élelmiszere: a tej.

Kutatómunkám további célja volt az ICP-OES és ICP-MS mérési paramétereinek vizsgálata, hiszen a megfelelő mintaelőkészítési módszer alkalmazása mellett, az analitikai készülék mérési paramétereinek optimális beállítása is nélkülözhetetlen a megfelelően pontos méréshez.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

2.1. A tej

A tej az emberiség ősidők óta kiemelkedően fontos tápláléka. Már az időszámításunk előtti időből fellelhetők az erre utaló régészeti bizonyítékok s azóta is töretlen hagyományai vannak az állattartásnak és vele párhuzamosan a tejfogyasztásnak (I1).

A tudományos megfogalmazás szerint a tej a nőivarú emlősállatok tejmirigye által kiválasztott biológiai folyadék, amely az újszülött állatok első tápláléka. Élelmezési szempontból a tej az emberi táplálékul szolgáló, különböző eredetű tejfélések összességét jelenti (CSÁSZÁR-UNGER, 2005). Ebben az értelemben fogalmaz a Magyar Élelmiszerkönyv 2-51 számú, „Tej és tejtermékek” című előírása is (I2). „A termelői nyers tej olyan termék, amelyet egy vagy több tehéntől, juhtól vagy kecskétől rendszeres, teljes kifejéssel nyernek, amelyet nem melegítettek 40°C hőmérséklet fölé vagy nem részesítettek ezzel egyenértékű kezelésben, továbbá amelyből semmit sem vontak el, és amelyhez semmit sem adtak hozzá.”

A különböző eredetű tejfélések közül - a hazai táplálkozásban betöltött szerepénél fogva - a tehéntej kiemelkedő jelentőségű. Élettani hatása bizonyítottan kedvező, szerepet játszik az egészség megőrzésében, segíti az immunrendszer működését, a táplálkozással összefüggő betegségek java részét illetően pedig betegségmegelőző hatása is kimutatható (I1).

A tej élettani hatásai szoros kapcsolatban vannak kedvező összetételével, hiszen megfelelő arányban és könnyen emészthető formában tartalmazza a kielégítő táplálkozáshoz szükséges tápanyagokat, mint amilyenek a fehérjék, esszenciális aminosavak, zsírok, szénhidrátok, vitaminok, valamint ásványi anyagok, melyek elengedhetetlenek az emberi szervezet egészséges fejlődéséhez és vitalitásának megőrzéséhez (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

2.2. Ásványi anyagok a tejben

Az emberi test szempontjából nézve az ásványi anyagok olyan vegyületek, melyek az emberi szervezetben építőanyagként vannak jelen, energiát nem szolgáltatnak, de nélkülözhetetlenek a normális életfolyamatokhoz. Jellemzően az emberi test 4-5%-át teszik ki (I3).

Az ásványi anyagokat az emberi testben előforduló mennyiségüktől függően két csoportba sorolhatjuk (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2003):

- makroelemek
- mikro-, vagy más néven nyomelemek.

A tej mind makro-, mind mikroelemek tekintetében kiváló ásványianyag-forrás az emberi szervezet számára (KUKOVICS, 2009).

2.2.1. Makroelemek

A makroelemek jellemzője, hogy az emberi test tömegének 0,005%-nál nagyobb mennyiségben fordulnak elő az emberi szervezetben. A funkciójuk sokrétű, egy részük fontos feladata a szervezet folyadékháztartásának szabályozása, valamint a sav-bázis egyensúly és az ozmotikus nyomás fenntartása (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2003).

A tehéntejben található makroelemeket valamint az emberi szervezet napi szükségletét ezen elemekből a 1. táblázatban mutatom be.

1. számú táblázat: A tehéntejben található makroelemek és az emberi szervezet napi szükséglete ezen elemekből (forrás: CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

Makroelem	A tej összetétele (g/dm ³)		Az emberi szervezet napi szükséglete (g)
	Átlagérték	Szélsőérték	
Kalcium (Ca)	1,21	0,9 - 1,4	0,8–1
Foszfor (P)	0,95	0,7 - 1,2	0,8
Kálium (K)	1,5	1,0 - 2,0	1,6–3,0
Nátrium (Na)	0,47	0,3 - 0,7	2
Klór (Cl)	1,03	0,8 - 1,4	2–4
Magnézium (Mg)	0,12	0,05 - 0,24	0,25–0,35
Kén (S)	0,32	0,2 - 0,4	0,8–1,2

A tejben található makroelemek közül az egyik legfontosabb a **kalcium**, hiszen a tej az egyik legjelentősebb kalciumforrásunk. Hat deciliter tejet elfogyasztva már fedezhetjük napi kalcium szükségletünket, ezáltal megőrizhetjük csontozatunk és fogaink épségét. Egy gyermek számára különösen fontos a mindennapi tejfogyasztás, ugyanis 25-30 éves korra alakul ki az úgynevezett végleges csonttömeg. A csontjaink későbbi épségét az addig a csontokban elraktározódott kalcium mennyisége határozza meg. A tej kalcium-**foszfor** aránya

is kedvező, ráadásul a kalcium olyan fizikai-kémiai állapotban van jelen a tejben, hogy az valamennyi élelmiszer közül a tejből, tejtermékekből szívódik fel a leghatékonyabban.

A kalcium-foszfor aránya a tehéntejben 1:0,8; vagyis közel ideálisnak (kalcium:foszfor 1:1) mondható. Ha a táplálékok közel azonos mennyiségben tartalmazzák mindkettőt, akkor a foszfor segíti a kalciumnak csontokba való beépülését, és nem növeli a vizelettel távozó kalcium mennyiséget. Szinte minden más táplálék több foszfort tartalmaz, mint kalciumot. A tejből a kalcium felszívódásának aránya mintegy 85%-os, míg zöldségfélékből mindössze 22-74%-os. A tejben található foszfor hasznosulásának aránya is magas, mintegy 91%-os (RIGO et al., 2003).

A tej további előnyös tulajdonsága, hogy háromszor annyi **kálium** található benne, mint **nátrium**, ezáltal vérnyomáscsökkentő hatással is bír. A kálium és a nátrium együtt tartja fenn a sejtek és szövetek folyadék- és ionháztartását, a szívműködést, és szabályozza a vérnyomást. A tejben található, fontos élettani szereppel bíró makroelemek közé sorolható még a **klór**, mely a halogén elemek közül a legfontosabb az emberi szervezet számára, azáltal, hogy részt vesz a sav-bázis egyensúly fenntartásában, valamint fontos szerepet tölt be a szervezet só- és vízháztartásának szabályozásában (KUKOVICS, 2009).

A tehéntej tartalmazza továbbá az egyik legfontosabb sejten belüli antioxidánst, a ként, mely alapvetően fontos a fehérjék és aminosavak szerkezeti felépítéséhez, illetve a fehérje anyagcseréhez, így a növekedéshez is. A **kén** jellemzően szerves formában fordul elő az állati eredetű élelmiszerekben, ebből adódóan a tejben is.

Fejlett országokban a **magnézium** 20-25%-a a tejből, tejtermékekből származik. A tej magnézium tartalma a szívizomzat erősítőjeként ismert. További szerepe számos enzim működésén keresztül a fehérje-, szénhidrát-, és zsíryananyagcserében van (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

2.2.2. Mikroelemek

Azokat az elemeket soroljuk a mikroelemek közé, melyek tömege az emberi szervezetben 50 mg/kg alatt van. Bár mennyiségük kicsi, jelentőségük annál nagyobb. Körülbelül 60-70 féle mikroelemet ismerünk, melyek főképp az enzimek működéséhez elengedhetetlenül fontosak (I3).

A tehéntejben található mikroelemeket és az emberi szervezet napi szükségletét ezen elemekből a 2. számú táblázat tartalmazza.

2. számú táblázat: A tehéntejben található mikroelemek és az emberi szervezet napi szükséglete ezen elemekből (forrás: CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

Mikroelemek	A tej összetétele (µg/dm ³)		Az emberi szervezet napi szükséglete (µg)
	Átlagérték	Szélsőérték	
Réz (Cu)	120	10 - 700	1 500-5 000
Vas (Fe)	530	60 - 1000	1 000-3 000
Kobalt (Co)	0,8	0,1 - 2	100-200
Molibdén (Mo)	55	130 - 150	150-500
Cink (Zn)	3600	1500 - 7000	10 000-22 000
Mangán (Mn)	50	10 - 280	2 000-8 000
Fluor (F)	125	10 - 350	1 000-1 500
Alumínium (Al)	600	150 - 1000	-
Bór (B)	300	100 - 600	1 500
Króm (Cr)	17	5 - 50	120
Nikkel (Ni)	25	0 - 50	-
Ólom (Pb)	30	2 - 70	-
Kadmium (Cd)	4	1 - 30	-
Szelén (Se)	25	2 - 70	50-100
Bárium (Ba)	nyomokban - 220		-

A mikroelemek közül kiemelést érdemel a tej **szelén** tartalma, mely ugyan nem túlzottan magas, de felszívódása – bioaktív fehérjékhez kötötten – csaknem teljes mértékű, így antioxidáns tulajdonsága jól érvényesül.

A tej **fluor** tartalma szintén alacsony, a javasolt fluor felvételhez csak 15%-ban képes hozzájárulni, azonban a tej kitűnő fluor közvetítő, így a fluorozott tej fogyasztása által megelőzhetjük a fogszuvasodást, valamint hozzájárulhatunk az egészséges csontozat és fogak megőrzéséhez (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

A tehéntejben a szelénen és fluoron kívül megtalálható még a vas, cink, réz, mangán, nikkel, molibdén, króm és kobalt is.

A **vas** biológiai szerepe elsősorban a vérképzéssel és a légzési folyamatokkal függ össze. Elengedhetetlenül fontos a hemoglobinnak, a test minden részébe oxigént juttató vörösvérsejtek festékanyagának felépítéséhez (PAIS, 1999).

A **cink** számos enzim lényeges alkotórésze, illetve aktivátora, amelyek az emésztésben és az anyagcserében vesznek részt (TAKÁCS, 2001).

A **mangán** nélkülözhetetlen a porcok szintézisében szerepet játszó és a szabadgyökökkel szemben védő enzimek működéséhez. Az enzimek aktiválása során részt vesz a szénhidrát- és

lipidanyagcserében, a koleszterin és a nukleinsavak szintézisében, a porcok képződéséhez pedig nélkülözhetetlen (PAIS, 1999).

A **molibdén** fém tartalmú enzimekben van jelen, legfontosabb szerepe a húgysav lebontásában résztvevő enzim működtetése (CSAPÓ-CSAPÓNÉ, 2002).

A **króm** elősegíti az inzulin hatását és aktívan részt vesz a szénhidrát-anyagcserében. Segíti az aminosavak beépülését, meggyorsítja a fehérje-szintézist (DALWAY, 2000).

A **kobaltnak** a szervezetben végbemenő redoxifolyamatokban van szerepe, valamint elengedhetetlen a B₁₂-vitamin szintéziséhez (MAURI, 2008).

A **nikkel** a máj működésének szabályozásában vesz részt, növeli az inzulin hatását. Túl nagy mennyiségű felvétele emésztőrendszeri tüneteket, központi idegrendszeri, tüdő-, agyi-, máj- és veseproblémákat eredményez (TAKÁCS, 2001).

A **réz** sok enzimnek fontos összetevője. Jelentős szerepe van a szerveket támasztó és azokat elválasztó kötőszövetek kialakulásában (BENCZÉDI et al., 2001).

A tehéntej továbbá olyan nem esszenciális mikroelemet is tartalmaz többek között, mint a **bór**, mely az emberi szervezetben szerves vegyületek részeként funkcionál. Befolyásolja a Ca-, Mg- és P-anyagforgalmat, az energia-metabolizmust (PAIS, 1999).

A tejben található mikroelemek között vannak olyanok is, amelyeket kifejezetten toxikusnak tekintünk. Ezen elemek emberi szervezetben előforduló mennyiségének 2-10%-a a tej- és tejtermék-fogyasztásból származik. Ilyen mikroelem többek között a kadmium, ólom, bárium és az alumínium (KODRIK et al., 2011).

A **bárium** vízoldható formáját jelentős mennyiségben fogyasztva, bénulást, kisebb mennyiség esetén izomgyengeséget, szívritmus zavart, légzési nehézséget, gyomor panaszokat okoz.

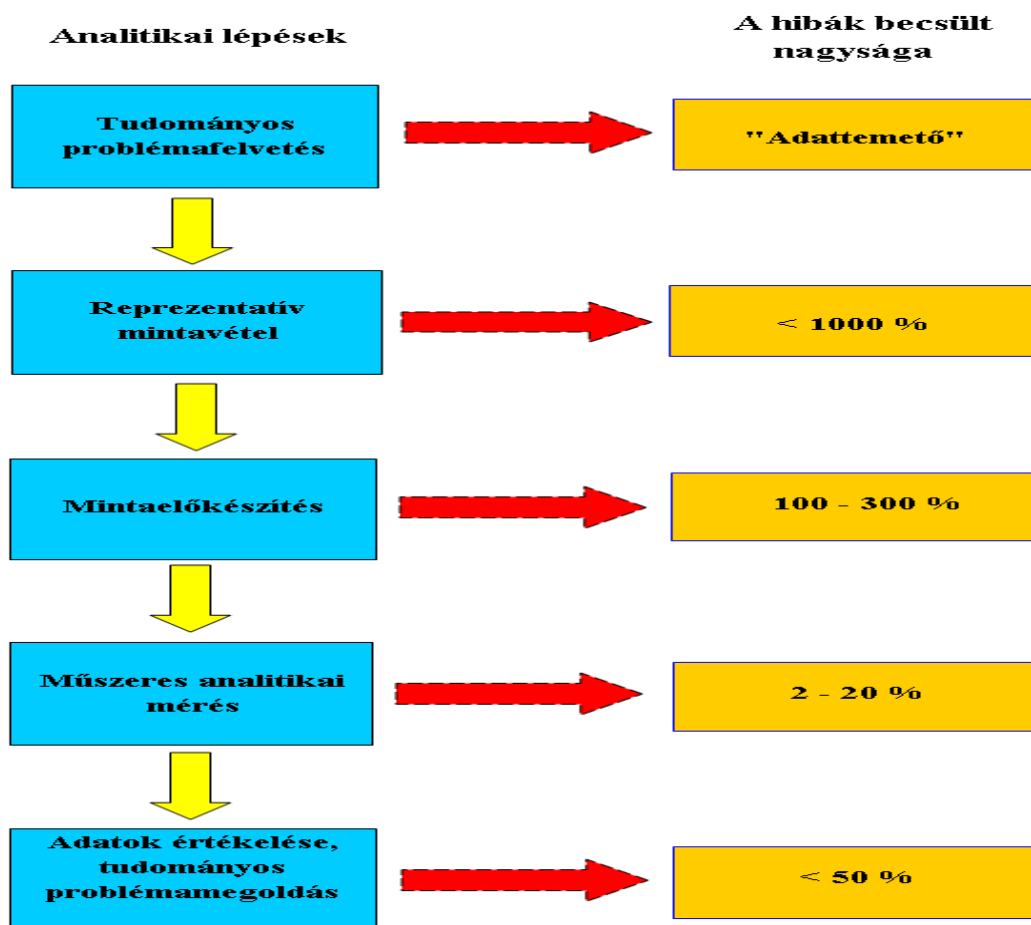
A **kadmium** az egyik legmérgezőbb elem, felhalmozódása a szervezetben gyengíti az immunrendszert, akadályozza a vas anyagcsere folyamatot, tüdővel kapcsolatos betegségek kialakulására hajlamosít (MARTIN-GRISWOLD, 2009).

Az **ólom** súlyosan mérgező, biokémiai hatásokat okoz az emberi szervezetben. Gátolja a hemoglobinképződést, erősen károsítja az idegrendszert, a veseműködést, a béltraktust, az ízületeket és a reprodukív (szaporodási) rendszert (TAKÁCS, 2001).

Az **alumínium** magasabb koncentrációban toxikus hatást mutat. Nagy mennyiségben az alumínium mérgező az idegrendszerre, mivel megváltoztatja a vér-agy gát működést. Az alumínium lerakódhat a csontokban (MAURI, 2008).

2.3. Multielemes kémiai analízis folyamata

A multielemes kémiai analízis összetett folyamat, amelynek a főbb lépései az 1. számú ábrán láthatók.



1. ábra
Multielemes kémiai analízis folyamata
(forrás: I5)

A multielemes kémiai analízis egyes lépéseit az alábbiakban részletesen ismertetem.

Tudományos problémafelvetés: Pontosan és egyértelműen meg kell határozni a megoldandó konkrét analitikai feladatot, melyhez igazítva kell kiválasztani, és megtervezni az analízis további lépéseit a mintavételtől a kiértékelésig (I4).

Az analitikai eljárás megválasztásánál a következőket kell figyelembe venni:

- az analízis célja
- a rendelkezésre álló mintamennyiség
- a meghatározandó komponens mennyisége és aránya az anyagban
- a kísérő anyagok természete és mennyisége

- a megkövetelt pontosság
- a munkához rendelkezésre álló idő
- a rendelkezésre álló eszközök, műszerek, reagensek, stb. (BURGER et al., 2012).

Reprezentatív mintavétel: A mintavétel során a döntő szempont, hogy az anyagi rendszerből kivett kis tömegű, térfogatú minta, amellyel az analízist végezzük, ugyanolyan összetételű legyen, mint a vizsgált anyagi rendszer. Az analízis eredményével csak abban az esetben jellemezhetjük az egész rendszert, ha az elkülönített, elemzésre szánt minta az egész rendszer átlagát jellemzi, erre nézve reprezentatív. A mintavétel technikai megvalósítása egyaránt függ a kitűzött analitikai céltól és a vizsgálni kívánt anyag fizikai és kémiai tulajdonságaitól.

A mintavételt követően a szállítás és tárolás során olyan körülményeket kell biztosítani, hogy a minta összetétele az elemzés elvégzéséig ne változzon meg. Ennek módját egyaránt meghatározza a minta típusa és az elemezni kívánt komponens természete (I4).

Mintaelőkészítés: Az a művelet, amely segítségével a mintát olyan alakra hozzuk, hogy a kiválasztott analitikai módszerrel elemezni lehessen. A mintaelőkészítés végrehajtása során ügyelni kell arra, hogy a minta más komponensekkel ne szennyeződjön, a vizsgálni kívánt mintakomponensekből ne legyen veszteség, azaz a minta minden komponensére megőrizze eredeti összetételét. A mintaelőkészítés módja egyaránt függ a minta típusától, a vizsgálni kívánt komponensek tulajdonságaitól és a kiválasztott elemző módszertől (GALBÁCS et. al., 2008).

Műszeres analitikai mérés: Azon kémiai, illetve fizikai-kémiai műveletek összessége, amelyek segítségével olyan számszerűsíthető adatokhoz jutunk, amelyek egyértelmű összefüggésben vannak a mintában levő komponensek minőségével és e komponenseknek a minta egész térfogatához vagy tömegéhez viszonyított arányával (POKOL et. al., 2011).

Adatok értékelése: A különböző analitikai módszerekkel kapott számszerű adatok numerikus, grafikus, illetve statisztikai vagy egyéb módon történő feldolgozását jelenti, amelyekből meghatározzuk a minta mennyiségi és minőségi összetételét. A tudományos probléma megoldását a kapott analitikai eredményeknek a célkitűzésben megfogalmazott tervekkel való összevetése jelenti. A kémiai információ ekkor válik felhasználói információvá a vizsgált anyagról (GALBÁCS et. al., 2008).

A bemutatott lépésekről általánosan megállapítható, hogy azok szigorúan egymásra épülnek, ezért minden lépés egyenrangú, egyformán fontos. Ha a sorban előbb álló lépésben valamilyen hibát vétünk, a további lépések értelmüket veszítik, vagy legalábbis félrevezető, pontatlan eredményekhez jutunk (I5).

2.4. Mintaelőkészítési módszerek

Az esetek többségében az ásványi alkotórészek mennyiségének élelmiszer-mintákban történő meghatározása nem végezhető el közvetlenül a minták eredeti formájában. A tulajdonképpeni analitikai mérést általában előkészítő műveletek előzik meg, melyek helyes megtervezése és gondos végrehajtása éppen úgy feltétele az analízis pontosságának és megbízhatóságának, mint maga a mérés (BORSZÉKI, 2006).

Az elemanalitikai vizsgálatok során a mintaelőkészítés az esetek túlnyomó többségében azt jelenti, hogy a szerves anyag teljes mennyiségét eltávolítjuk a mintából, a visszamaradó szervetlen vegyületeket pedig vízben vagy savban oldható formára hozzuk.

Az ásványi anyagok adott mintában található mennyiségének meghatározásához rendszerint szükség van tehát a szerves molekulák elroncsolására, az ún. mineralizálásra, mely többféle módon történhet (MASTER-STURGEON, 2003).

A következőkben ezek közül ismertetem részletesen a laboratóriumi munkám során alkalmazott mintaelőkészítési eljárásokat, melyek az alábbiak voltak:

- Hamvasztás
- Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson
- Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában), mikrohullámú energiaközléssel

2.4.1. Hamvasztás

A minta szervesanyag-tartalma oxigén jelenlétében 450-550°C-on elégetésre kerül, mely során a szerves vegyületek széntartalma szén-dioxiddá, hidrogéntartalma pedig vízzé ég el. A visszamaradó szervetlen hamu – mely főként oxidok, szulfátok, szilikátok, illetve foszfátok formájában tartalmazza az ásványi anyagokat – vízben vagy savban feloldásra kerül.

A „nedvesítésre” segédanyagként elsősorban salétromsav, illetve kénsav használata terjedt el (GALBÁCS et al., 2008).

A módszer előnyei:

1. A hőfok beállításán túl a minta előkészítése nem kíván állandó felügyeletet.
2. Egyidejű, nagyszámú (20-25 db) mintaelőkészítés a minta tömegétől és a porcelán tégelyek méretétől függően.
3. A szerves anyag teljes mennyisége eltávozik a mintából (I5).

A módszer hátránya:

1. Az illékony elemek (S, Se, P, As, Sb, Hg, stb.) jelentős része vagy teljes mennyisége eltávozik a mintából. A hamvasztás ezen elemekre vonatkozóan jelentős negatív hibával jár (BORSZÉKI, 2006).

2.4.2. Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson

A roncsolási eljárások egyik leggyakoribb módja a nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson történő nedves roncsolás, mely során a mintát oxidáló hatású savakkal vagy savelegekkel együtt főzik. Jellemző hőmérséklet: 120-220°C.

A nedves roncsolás során a hamvasztáshoz hasonlóan a szerves anyagok az erős oxidáló savak hatására széndioxiddá és vízzé alakulnak át (MESTER-STURGEON, 2003).

A módszer előnye:

1. Az elektromos blokkroncsoló készülék beszerzési ára alacsonyabb, mint a hamvasztó kemence vagy a mikrohullámú roncsoló berendezése (I5).

A módszer hátrányai:

1. A mintaelőkészítés állandó, folyamatos figyelmet igényel.
2. A maró hatású savgőzök miatt számos munkavédelmi előírás betartása szükséges.
3. A roncsoláshoz használt vegyszerek maguk is szennyezettek bizonyos nyomelemekkel. Ezeket nagyobb mennyiségben a mintához adagolva jelentősen elszennyezhetik a mintát. Az eredetnél akár nagyságrenddel nagyobb koncentrációban kerülhetnek bizonyos elemek a mintához, mely miatt a nedves roncsolásnál pozitív hiba keletkezhet.
4. Nyitott rendszerben történő roncsolás végrehajtásakor elvesznek az illékony elemek, mely negatív hibát okoz (KIRA-MAIHARA, 2007).

2.4.3. Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában) mikrohullámú energiaközléssel

A minták roncsolásának zárt edényzetben, emelt nyomáson és hőmérsékleten (maximum 130 bar és 300°C) savelegyekkel való végrehajtására hatékony megoldás a mikrohullámú berendezések használata. A mikrohullámú feltáró berendezések valójában fejlett biztonsági megoldással rendelkező többpozíciós, nagynyomású, automatikus reaktorok, melyekben a hőközlés mikrohullámú tér segítségével történik (MESTER-STURGEON, 2003).

A zárt rendszerben mikrohullámú energiaközléssel történő mintaelőkészítés előnyei:

1. A mintaelőkészítési eljárás nem kíván állandó felügyeletet.
2. A zárt rendszer esetén a mérgező gázok, gőzök szabadba távozásával csak esetlegesen (a szelep „lefújásakor”) kell számolni.
3. Ez ma a legmodernebbnek számító mintaelőkészítés, időtartama mindössze 20-25 perc.
4. Ötvözi az eddig leírt mintaelőkészítési eljárások előnyeit (I5).

A teflon bombás mintaelőkészítés hátránya:

1. A mikrohullámú roncsoló készülék beszerzési ára jóval magasabb, mint a korábban említett eljárásoknál alkalmazott készülékeké (I5).

Összegzés: A fent leírt mintaelőkészítési eljárások hátránya, hogy azok nagy mennyiségű vegyszerfelhasználást igényelnek, mely hosszútávon környezetvédelmi problémát jelent.

A különböző vegyszerek – magas beszerzési árak ellenére – szennyeződések is tartalmazhatnak, melyek hatással vannak a mérés pontosságára. Ezen mintaelőkészítési eljárások rendkívül időigényesek, a vizsgálható minták száma korlátozott. Az egyszerre vizsgálható minták számát, a mintaelőkészítés során alkalmazott berendezések (elektromos blokkroncsoló, hamvasztó kemence, mikrohullámú roncsoló készülék) mintabefogadó kapacitása határozza meg (GALBÁCS et al., 2008).

2.4.4. Roncsolás mentes mintaelőkészítés

Roncsolás mentes mintaelőkészítés esetén a mintában található szerves anyagok szerves mátrixként körülveszik a mérendő elemeket, jelentősen torzítva ezzel azok mérhetőségét (BERTALAN, 2006).

A szerves mátrix által okozott zavaró hatás a minta hígításával, valamint belső standard alkalmazásával csökkenthető. Túl nagy hígítás nem végezhető, mert a vizsgálandó elemek koncentrációjának kimutatási határ alá történő csökkenését okozhatja (NELMS, 2005). Mátrixillesztéssel, vagyis a kalibráló sornak a minta összetételéhez való módosításával esetlegesen elkerülhető, hogy a belső standardnak túl nagy jelcsökkenést kelljen korrigálnia, ezáltal a mérés pontossága növelhető. Standard addíciós eljárást alkalmazva a mérés pontossága tovább növelhető (POKOL et al., 2011).

A módszer előnyei:

1. Alkalmas nagyszámú minta egyidejű vizsgálatára.
2. A mintaelőkészítésre szánt idő, ezen módszerrel lényegesen csökkenthető.
3. Kis mennyiségű vegyszer felhasználást igényel, mely következtében a minta szennyeződése kisebb mértékű.
4. A roncsolás mentes mintaelőkészítési eljárás az előzőekben ismertetett mintaelőkészítési módok valamennyi hátrányát kiküszöböli (POKOL et al., 2011).

A módszer hátránya:

1. Az egyes elemek koncentrációjának vizsgálatához azonban eltérő hígítású oldatok készítése válhat szükségessé (POKOL et al., 2011).

2.5. A mintaelőkészítési műveletek lehetséges hibaforrásai

A mérési adatokat véletlen hibákon kívül gyakran szisztematikus hiba is terheli. Az ilyen hibák minden mérést azonos mértékben és azonos irányban torzítanak. A szisztematikus hiba származhat hibás mérőeszközből, de a hiba forrása lehet a nem megfelelően kivitelezett mintaelőkészítés is (BORSZÉKI, 2006).

A mérés pontosságának érdekében a mintaelőkészítés megkezdése előtt az alábbi szempontok veendők figyelembe:

1. Hígulás

Bizonyos mintaelőkészítési eljárások esetén lehet célzott. A mintához bármilyen reagenst adva hígulás következik be, ami a kimutatási határ / meghatározási határ (LOD/LOQ) közelében történő mérések esetén kritikus lehet (GALBÁCS et al., 2008).

2. Veszteség

Előkészítő művelettől függően változó mértékű veszély, ami mind kvalitatív, mind kvantitatív elemanalitikai mérések esetén gondot okozhat (BORSZÉKI, 2006).

3. Szennyezés

A minta esetleges elszennyeződésének forrása lehetnek az előkészítő eljárás során felhasznált vegyszerek és az alkalmazott eszközök szennyezői, valamint a levegőben lévő szálló por (BORSZÉKI, 2006).

4. Zavaró hatások indukciója

A minta mátrix reagensekkel való átalakítása a zavaró hatások megváltozását vagy felerősödését okozhatja (GALBÁCS et al., 2008).

5. A műszeres mérési eljárásnak és az analízis céljának figyelembe vétele

- Multielemes meghatározáshoz multielemes mintaelőkészítés.
- Izotóp/speciációs analízishez konzerváló mintaelőkészítés/reagens.
- Nyomanalízishez megfelelő tisztaságú eszközök és reagens.
- Kis mennyiségű mintához mikro méretben megvalósítható mintaelőkészítés.
- A mintának a műszer számára megfelelő halmazállapotra/formára hozása (GALBÁCS et al., 2008).

2.6. ICP-OES és ICP-MS technikáknál fellépő spektrális zavaró hatások

2.6.1. ICP-OES technikánál fellépő spektrális zavaró hatások

Az ICP-OES-sel végzett vizsgálatok esetén az egyes elemek mintában lévő koncentrációjának meghatározásához a plazma fényemisszióját felbontva a vizsgálni kívánt elemnek megfelelő hullámhosszúságú vonal intenzitását mérjük. Vannak olyan hullámhosszúságú vonalak, melyeken a különböző típusú spektrális zavarások fellépése miatt nem kaphatunk kellően pontos eredményt. Ilyen spektrális zavaró hatások az alábbiak:

Vonalkoincidencia: Tulajdonképpen vonal egybeesést jelent, amely származhat a plazmába táplált oldat elemtartalmától, illetve a plazmában lévő argon, valamint a torchból kioldódó szilícium elemektől is.

Sávkoincidencia: Elsősorban a plazmába jutó disszociálatlan molekulák (N_2 , C_2 , CN, CH, OH, stb.) emissziója okozza, melynek hatására a mérendő elem háttére nagymértékben megváltozhat.

Háttér növekedés: Okozhatja szórt fény, valamint a mintában található viszonylag nagy koncentrációban lévő elemek (Ca, Mg, K, stb.) ion-elektron rekombinációjából származó folytonos sugárzás.

Vonalkiszélesedés: A Doppler kiszélesedés mértéke megközelítőleg egy nagyságrenddel nagyobb, mint az összes többi hatás együttvéve (ZÁRAY, 2006).

2.6.2. ICP-MS technikánál fellépő spektrális zavaró hatások

Az ICP-MS-sel végzett mérés során az adott elem mintában lévő koncentrációjának meghatározása egy kiválasztott izotóp mérésével történik. Vannak olyan izotópok, melyek mérése problémát okoz a különböző típusú spektrális zavarások miatt. Az alábbiakban ezek típusait mutatom be:

Izobár zavarás: Izobár zavarás esetén a szomszédos elemek izotópjai azonos tömegszámmal rendelkeznek, egymással átfedést okoznak. Ez akkor jelentene problémát, ha az egyik elemnek nem lenne egy spektrális zavarástól mentes izotópja, ilyen helyzet viszont – az indium kivételétől eltekintve – nincs.

Poliatomos zavarás: Poliatomos zavarás esetén a minta mátrixban, oldószerben, valamint a roncsolószerben és a plazmagázban jelenlévő atomok poliatomos ionokká állnak össze, melyek tömege megegyezhet a mérendő izotóp tömegével. A kvadrupol analizátor nem képes különbséget tenni az eredetileg mérni kívánt izotóp és a fent leírt módon létrejött poliatomok között.

Kettőtöltés (hármastöltés) képződése: Mind atom, mind poliatom esetében előfordulhat. Mivel az analizátor tömeg/töltés szerint detektál ezért fele (harmad) akkora tömegnél mutatja ki az iont, ami azon a tömegértéken zavarást okozhat. (BERTALAN, 2006).

3. ANYAG ÉS MÓDSZER

A mintaelőkészítést és az analitikai vizsgálatokat a Debreceni Egyetem, Agrár- és Gazdálkodástudományok Centruma, Élelmiszertudományi, Minőségbiztosítási és Mikrobiológiai Intézetében végeztem el.

3.1. A vizsgált minták

A mintákat a ma Magyarországon kereskedelmi forgalomban kapható, különböző zsírtartalommal rendelkező tehéntejek képezték. Az adott elemre vonatkozó optimális mintaelőkészítési módszer meghatározására irányuló vizsgálatok elvégzéséhez négy különböző tehéntej került beszerzésre, melyek zsírtartalma: 1,5%, 2,8%, 3,6%, 3,6-4,0% (nyers tej) volt. A nyers tej úgynevezett tejautomatából került vételezésre, körültekintően, szennyeződések elkerülve, tiszta, jól zárható műanyag edénybe. Az 1,5%-os, a 2,8%-os, és a 3,6%-os zsírtartalommal rendelkező tejek egy literes kiszerelésű, dobozban forgalomba hozott változatát hipermarketekből szereztem be. A mintákat steril centrifugacsövekbe részletekben (50 ml) lefagyasztottam annak érdekében, hogy romlási folyamatok ne induljanak meg bennük, ezáltal a vizsgálatok elvégzéséhez felhasználhatóak legyenek. A mintaelőkészítési eljárások során a tejmintákat vízfürdő segítségével melegítettem, majd kézzel összeráztam, homogenizáltam.

3.2. A vizsgálatokhoz alkalmazott vegyszerek

A vizsgálatok elvégzéséhez alkalmazott vegyszerek mindegyike analitikai tisztaságú volt. A vizsgálataim során felhasznált vegyszereket a vizsgálatoknál alkalmazott módszerek leírásánál ismertetem. Az oldatok elkészítéséhez, továbbá a mosogatóshoz használt 18,2 MΩ cm ellenállású ionmentes vizet egy kétlépcsős Milli-Q (Millipore Corp.) víztisztító berendezésből nyertem.

3.3. A vizsgált mintaelőkészítési módszerek

A vizsgált mintaelőkészítési módszerek a következők voltak:

- *Hamvasztás*
- *Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson*
- *Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában), mikrohullámú energiaközléssel*
- *Közvetlen hígítás*

A mintaelőkészítési eljárások során a bemért minták, valamint a mintaelőkészítés következtében nyert minta-oldatok tömegét analitikai mérleg segítségével lemértem. A kapott adatokat – a mérések pontossága érdekében – felhasználtam a hígítási faktor számításához.

Bizonyos rendszeres hibák kimutatására visszanyerés vizsgálatot (spiking) alkalmaztam. Ez abból áll, hogy a vizsgálandó anyag egy részletében a mérendő komponens koncentrációját ismert mértékben megnöveljük, és az ellenőrizendő módszerrel elemezzük az eredeti és a megnövelt koncentrációjú mintát. A visszanyerés a két mért koncentráció különbségének és a valóságos növekménynek az aránya. Ha a koncentráció-növekményre nézve a visszanyerés gyenge, a módszer jelentősen torzít. Egy adott módszer annál helyesebb, minél kisebb a torzítás mértéke.

A vizsgálat során a mérendő alkotók koncentrációjának megnövelése végett 0,5 ml multielemes standard törzsoldatot adtam a mintákhoz. A multielemes standard oldatot 1000 mg L⁻¹ monoelemes gyári standard oldatokból (Scharlau Chemie) állítottam össze.

A multielemes standard törzsoldatban található elemeket, illetve azok koncentrációját a 3. számú táblázat tartalmazza.

3. számú táblázat: A multielemes standard törzsoldat összetétele

A multielemes standard törzsoldat összetétele	
Elem	ppm
Alumínium (Al)	25
Bárium (Ba)	1
Bór (B)	2
Cink (Zn)	5
Kadmium (Cd)	0,5
Kobalt (Co)	0,5
Króm (Cr)	0,5
Magnézium (Mg)	500
Mangán (Mn)	10
Molibdén (Mo)	0,5
Nikkel (Ni)	0,5
Ólom (Pb)	0,5
Réz (Cu)	1
Stroncium (Sr)	3
Vas (Fe)	10

A minták előkészítésével párhuzamosan vakmintákat is készítettem, méréseimet három ismétlésben végeztem.

3.3.1. Hamvasztás

A hamvasztás első lépéseként pontosan lemért tömegű, tiszta, száraz porcelán izzítótégelyekbe 5 ml tejet mértem be. A bemért minták tömegét analitikai mérlegen (Ohaus, Pioneer) lemértem, majd a porcelán tégelyeket Memmert típusú szárítószekrénybe helyezve a mintákat súlyállandóságig szárítottam 105 °C-on. Az izzítótégelyek tömegét ismételtelen lemérve, a tömegcsökkenésből kiszámítottam a tejminták szárazanyag-tartalmát. Ezt követően a tégelyeket Controller B170 (Nabertherm) típusú hamvasztó kemencébe (1. kép) helyezve,



1. kép: Hamvasztó kemence
(forrás: saját)

2 óra felfűtést követően 6 órán keresztül 450 °C-on hamvasztottam a mintákat. Az eredményül kapott hamuk színe sötétszürke volt, vagyis a feltérési eljárás során a szerves komponensek elroncsolása nem valósult meg teljes mértékben, a visszamaradt hamuk az eredeti minták szervesetlen fő- és nyomkomponensein kívül még egyéb alkotókat is tartalmaztak, ezért 0,5 ml desztillált vizet valamint 0,2 ml cc. HNO₃-at (65 m/m %, Scharlau Chemie) adtam a tégelyek tartalmához. A mintákat homokfürdő segítségével szárazra pároltam, majd ismételtelen 2 óra felfűtést követően 4 órán

keresztül 450°C-on hamvasztottam. A tégelyek szobahőmérsékletre történő lehűlését követően, azok tömegét lemérve meghatároztam az adott tejre jellemző hamutartalmat. A hamvasztási maradékot ezután 3 mólos HNO₃-ban feloldottam, majd steril centrifugacsőben 25 ml-re hígítottam.

3.3.2. Nedves roncsolás nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson

A tej mintákból 5 ml-t mértem be 25x420 mm-es, 50 ml-re és 100 ml-re kalibrált, hőálló roncsoló csövekbe. A bemért mintákhoz 8 ml cc. HNO₃-at (65 m/m %, Scharlau Chemie) adtam. A roncsoló csöveket LABOR MIN OE-718/A típusú elektromos blokkroncsoló készülék fűtőegységébe tettem, melybe egy alkalommal maximum 50-50 db roncsoló csövet lehet elhelyezni. 30°C-on 60 percig történő előroncsolást követően a főroncsolás 90 percig tartott 120°C-on. A leroncsolt mintákat lehűlve centrifugacsőbe töltöttem, desztillált vízzel 25 ml-re hígítottam.

3.3.3. Nedves roncsolás zárt térben (teflon bombában), mikrohullámú energiaközléssel

A minták mikrohullámú roncsolását Milestone Start D típusú mikrohullámú roncsoló készülékkel végeztem (2. kép). A mintákból 5 ml-t mértem be teflon bombákba. A bemért



2. kép: Mikrohullámú roncsoló
készülék
(forrás: saját)

mintákhoz 8 ml cc. HNO_3 -at (65 m/m %, Scharlau Chemie) adtam. A teflonbombákat lezárva a készülékbe helyeztem. A műszer érintőképernyős vezérlője segítségével állítottam be a roncsolási programot. A mintákat 10 perc felfűtést követően 10 percen keresztül 180°C -on roncsoltam. A kapott roncsoldatokat – 20 perc hűtést követően – 50 ml-es centrifugacsövekbe vittem át, majd desztillált vízzel 25 ml-re egészítettem ki. Minden egyes roncsolási eljárás után a

speciális reakcióedényeket tisztítási programmal mostam át, mely esetben a reakcióedények egyenként 5 ml cc. HNO_3 -at, valamint 5 ml nagy tisztaságú vizet tartalmaztak.

3.3.4. Közvetlen hígítás

A mintában található szervesetlen komponensek mennyiségének meghatározását a szerves alkotók mineralizálását mellőzve végeztem, melynek következtében a mintában maradtak a szerves anyagok, vagyis a mérendő elemeket szerves mátrix vette körül, mely az elemek mérhetőségét jelentősen torzíja.

A mátrix mennyiségének csökkentése érdekében desztillált víz segítségével a mintákból 10-szeres, 25-szörös, 50-szeres, illetve 100-szoros hígítást készítettem.

A mérés közbeni érzékenységváltozás kiküszöbölésére valamint a mátrixhatás további csökkentésére törekedve belső standard oldatot (In, Rh, Te) alkalmaztam.

A tejfehérje savas kémhatású standard oldatok miatti kicsapódásának megakadályozására Triton X-100 oldatot (AnalaR NORMAPUR, VWR) használtam, mely során vizsgáltam, hogy az oldat alkalmazása milyen koncentrációban ideális ahhoz, hogy homogén mintát kapjunk – hiszen a fehérje kicsapódás miatt az analitikai műszerek porlasztója eltömődhet – ugyanakkor a mintába minél kevesebb szennyeződést vigyünk be ezzel.

A Triton X-100 oldatot úgy adagoltam, hogy az előkészített minta-oldat térfogatának 0,01%, 0,05 %, 0,1%- a legyen.

A minták analízise során standard addíciós kalibrációt használtam. A módszer lényege az, hogy a mintából oldatsorozatot készítünk, amely tagjaihoz egyre növekvő mennyiségben adicionáljuk a mérendő komponenseket.

A standard addícióhoz multielemes standard törzsoldatot alkalmaztam, melyet az oldatsorozat a következő koncentrációkban tartalmazta: 1 ppb, 5 ppb, 10 ppb, 20 ppb, 50 ppb.

A leírtak alapján elkészített minta-oldatokat 10 percre Sonorex Digitec (Bandelin) típusú ultrahangos vízfürdőbe helyeztem, ezzel is elősegítve a tejfehérje oldatban tartását, a minta homogenitását.

A 10-szeres, illetve a 25-szörös hígítású minta-oldatok esetén a Triton X-100 oldat nem volt képes oldatban tartani a tejfehérjét. A tejfehérje kicsapódásából adódó probléma megoldásaként ezt követően NH_3 -oldatot (ARISTAR, VWR) használtam, vizsgálva, hogy az oldat alkalmazása milyen töménységben optimális.

A vizsgált koncentrációk megegyeznek a Triton X-100 oldat esetén ismertetekkel.

3.4. A minták elemtartalmának meghatározásához alkalmazott készülékek

3.4.1. Az ICP-OES készülék bemutatása

Az elemanalitikai meghatározásokhoz iCAP 6300 Dual (ThermoFisher Scientific) típusú induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrométert (ICP-OES) alkalmaztam (3. kép).



3. kép: ICP-OES készülék
(forrás: saját)

A készülék mérési elvének rövid összefoglalása: a mintaoldatot porlasztással aeroszollá alakítva gázárammal juttatjuk az induktív csatolású plazmába, amelyben a minta komponensei elpárolognak, atomizálódnak, a keletkező szabad atomok, ionok gerjesztődnek, és az egyes elemekre jellemző frekvenciájú fotonokat bocsátanak ki. A plazma fényemisszióját optikailag felbontva, az elemek adott hullámhosszúságú vonalának intenzitását mérjük.

Az elemzések során az általam vizsgált elemeket és az alkalmazott vonalak hullámhosszát a 4. számú táblázatban foglaltam össze. Az ICP-OES készülék paramétereit és beállítási értékeit az 5.- 6. táblázat tartalmazza.

4. számú táblázat: A vizsgált elemek kimutatása adott hullámhosszokon

Elem	Hullámhossz (nm)	Elem	Hullámhossz (nm)	Elem	Hullámhossz (nm)
Magnézium (Mg)	277,983	Vas (Fe)	218,719	Réz (Cu)	217,894
	279,079		234,349		224,700
	279,553		238,204		324,754
	280,270		240,488		327,396
	285,213		259,940	Stroncium (Sr)	216,596
Alumínium (Al)	396,152	Mangán (Mn)	261,382		346,446
	237,312		257,610		407,771
	236,705		259,373		421,552
Nikkel (Ni)	216,556		260,569		460,733
	231,604		261,020	Bór (B)	182,591
	341,476		294,920		182,641
Kobalt (Co)	228,616	Bárium (Ba)	230,424		208,959
	230,786		233,527		249,733
	237,862		455,403	Kadmium (Cd)	214,438
	238,892	Cink (Zn)	202,548		226,502
Króm (Cr)	205,560		206,200		228,802
	206,157		213,856	Molibdén (Mo)	202,030
	206,550	Ólom (Pb)	220,353		317,035
	267,716		216,999		

5. számú táblázat: Az ICP-OES készülék paraméterei

Paraméterek	Érték
RF teljesítmény:	1,4 kW
Hűtőgáz áramlási sebesség:	13,5 dm ³ min ⁻¹
Segédgáz áramlási sebesség:	0,9 dm ³ min ⁻¹
Porlasztógáz áramlási sebesség:	0,91 dm ³ min ⁻¹
Mintaáramlási sebesség:	0,47 cm ³ min ⁻¹
Pole Bias:	-18,0 V
Hexapole Bias:	-7,8 V
He CCT gázkeverék:	6 cm ³ min ⁻¹
Ismétlésszám (main run):	3 db
Mérési idő (dwell time):	100 ms
Ki olvasások száma (sweep):	9 db

6. számú táblázat: Az ICP-OES készülék beállítási értékei

ICP-OES berendezés változtatott paraméterei	
Kicsatolt teljesítmény:	1350 W
Porlasztógáz áramlási sebessége:	0,60 dm ³ min ⁻¹
Hűtőgáz áramlási sebessége:	13 dm ³ min ⁻¹
Segédgáz áramlási sebessége:	1,0 dm ³ min ⁻¹
Mintabetáplálás sebessége:	1 cm ³ min ⁻¹

3.4.2. Az ICP-MS készülék bemutatása

Az analitikai meghatározásokhoz Thermo Scientific X-Series 2 Quadrupole típusú induktív



4. kép: ICP-MS készülék
(forrás: saját)

csatolású plazma tömegspektrométert (ICP-MS) alkalmaztam (4. kép). Az induktív csatolású plazma tömegspektrometriás módszer elve a következő: az induktív csatolású plazmába (ICP) bevitt oldatmintában lévő elemekből a plazma hőmérsékletén (6000-8000 K) szabad atomok, illetve termikus ionizációval (elemi minőségtől függő mértékben) ionok keletkeznek, melyek – a tömegspektrométerbe (MS) vezetve –

tömeg/töltés (m/z) hányados szerint időben elválasztva kerülnek detektálásra. A készülék mérési paramétereit a 7. számú táblázatban ismertetem.

7. számú táblázat: Az ICP-MS készülék mérési paramétereit

Paraméterek	Érték
RF teljesítmény:	1,4 kW
Hűtőgáz áramlási sebesség:	13,5 dm ³ min ⁻¹
Segédgáz áramlási sebesség:	0,9 dm ³ min ⁻¹
Porlasztógáz áramlási sebesség:	0,91 dm ³ min ⁻¹
Mintaáramlási sebesség:	0,47 cm ³ min ⁻¹
Pole Bias:	-18,0 V
Hexapole Bias:	-7,8 V
He CCT gázkeverék:	6 cm ³ min ⁻¹
Ismétlésszám (main run):	3 db
Mérési idő (dwell time):	100 ms
Kiolvadások száma (sweep):	9 db

A készülék alkalmas a kis koncentrációk meghatározásán túl az izotóparány meghatározására is. A kis koncentrációk analízise során fellépő zavaró hatások kiküszöbölésére úgynevezett ütközési cellás (CCT) mérési módszert alkalmaztam.

A vizsgálatok során belső standard alkalmazására is szükség volt, hogy a zavaró hatásokat ki tudjuk küszöbölni. A belső standard olyan elemet vagy elemeket jelent, melyek előfordulási valószínűsége a vizsgált mintában nagyon csekély. Az általam belső standardként alkalmazott elemek az In, az Rh és a Te voltak (100 µg/L).

A vizsgált elemek mért izotópjait a 8. számú táblázatban foglaltam össze.

8. számú táblázat: A vizsgált elemek ICP-MS készülékkel mért izotópjai

Az elem neve	Mért izotópok	Az elem neve	Mért izotópok
Alumínium (Al)	^{27}Al	Kobalt (Co)	^{59}Co
Bór (B)	^{11}B	Króm (Cr)	^{52}Cr
Magnézium (Mg)	^{24}Mg		^{53}Cr
	^{25}Mg	Vas (Fe)	^{56}Fe
Mangán (Mn)	^{55}Mn		^{57}Fe
Réz (Cu)	^{63}Cu	Stroncium (Sr)	^{86}Sr
	^{65}Cu		^{88}Sr
Nikkel (Ni)	^{60}Ni	Cink (Zn)	^{66}Zn
	^{61}Ni		^{67}Zn
	^{62}Ni		^{68}Zn
Bárium (Ba)	^{135}Ba	Ólom (Pb)	^{206}Pb
	^{136}Ba		^{207}Pb
	^{137}Ba		^{208}Pb
Molibdén (Mo)	^{95}Mo	Kadmium (Cd)	^{110}Cd
	^{96}Mo		^{111}Cd
	^{97}Mo		^{112}Cd
	^{98}Mo		^{114}Cd

4. EREDMÉNYEK ÉS AZOK ÉRTÉKELÉSE

Ebben a fejezetben a mérési eredményeken keresztül mutatom be, hogy az eltérő mintaelőkészítési módszerek milyen hatással vannak a tehéntejben található különböző makro- és mikroelemek meghatározhatóságára. Az ICP-MS mérési paramétereinek optimalizálásaként ismertetem, hogy mely izotópon/izotópokon érdemes az egyes elemek koncentrációját meghatározni, illetve az ICP-OES tekintetében bemutatom, hogy adott elem tejmintában található mennyiségének meghatározásához, mely emissziós vonalon ajánlott az elemzés.

4.1. Szárazanyag- és hamutartalom meghatározás eredményeinek értékelése

A vizsgálataimhoz felhasznált különböző zsírtartalmú tehéntejek szárazanyag- és hamutartalmát a 9. számú táblázatban foglalom össze.

9. számú táblázat: A vizsgált tehéntejek szárazanyag- és hamutartalma

Tej				
Zsírtartalom (%)	1,5	2,8	3,6	3,6-4,0
Szárazanyag-tartalom (g)	0,5684 ± 0,0055	0,5862 ± 0,0057	0,6121 ± 0,0060	0,6283 ± 0,0061
Szárazanyag-tartalom (%)	12,28 ± 0,030	12,33 ± 0,031	12,36 ± 0,032	12,40 ± 0,032
Hamutartalom (g)	0,0351 ± 0,0007	0,0362 ± 0,0008	0,0378 ± 0,0008	0,0388 ± 0,0009
Hamutartalom (%)	0,74 ± 0,011	0,75 ± 0,013	0,76 ± 0,014	0,77 ± 0,015

A szárazanyag- és hamutartalom meghatározás fenti táblázatban bemutatott eredményeit felhasználtam az ICP-MS-sel történő méréshez, illetve a zárt térben, mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolás kivitelezéséhez szükséges számítások elvégzéséhez.

Az ICP-MS-sel végzett vizsgálatok esetében az analizálandó minta-oldat összes oldott ásványi-anyag tartalmának 0,1% alatt kell lennie ahhoz, hogy a készülék gond nélkül tudjon üzemelni és a magas ásványi-anyag tartalom miatt ne jöjjön létre sókirkódás a kónuszokon, ezáltal megelőzve, illetve kiküszöbölve az érzékenység romlásának problémáját.

A leírtaknak megfelelően a tejek hamutartalmát meghatározva megállapítottam, hogy minimálisan mekkora hígításra van szükség ahhoz, hogy az összes oldott ásványi-anyag tartalom 0,1% alatt maradjon. A vizsgált tejek hamutartalma 0,74% és 0,77% közötti volt, ezért a legkisebb hígítás mértékét 10-szeres értékben állapítottam meg.

Mikrohullámú roncsolás esetén jellemzően 0,5 g körüli szárazanyag kerül bemérésre. A tej szárazanyag-tartalmából adódóan – mely az általam vizsgált minták esetén 12,28% és 12,40% közötti volt – a mikrohullámú roncsolás során 5 ml tejet mértem be a teflon bombákba.

4.2. A vizsgált elemek koncentrációjának meghatározásához ideális hullámhosszak

Az elemanalitikában elterjedt készülékekkel végzett vizsgálatok során a berendezések mérési paramétereinek optimális beállítása éppúgy feltétele a pontos mérésnek, mint az adott elem mennyiségi analíziséhez megfelelő mintaelőkészítési módszer alkalmazása.

Az ICP-OES készülék mérési paraméterének optimalizálásaként vizsgáltam, hogy a tejmintában található egyes elemek mennyiségének meghatározásához milyen hullámhosszúságú vonal alkalmazása ideális.

A vizsgálataim során kapott eredmények alapján a különböző makro- és mikroelemek tejmintában lévő koncentrációjának meghatározásához az ideális hullámhosszakot a 10. számú táblázatban mutatom be.

10. számú táblázat: A vizsgált elemek kimutatásához ideális hullámhosszak

Elem	Hullámhossz (nm)	Elem	Hullámhossz (nm)	Elem	Hullámhossz (nm)
Alumínium (Al)	236,705	Kobalt (Co)	238,892	Nikkel (Ni)	341,476
Bárium (Ba)	455,403	Króm (Cr)	205,560	Ólom (Pb)	220,353
Bór (B)	249,733	Magnézium (Mg)	277,983	Réz (Cu)	324,754
Cink (Zn)	213,856	Mangán (Mn)	259,373	Stroncium (Sr)	407,771
Kadmium (Cd)	228,802	Molibdén (Mo)	202,030	Vas (Fe)	261,382

Az egyes elemek mennyiségének meghatározásához ideális hullámhosszúságú vonal kiválasztásánál az adott hullámhosszon mért jelintenzitás nagyságán túl, az egyes hullámhosszokon esetlegesen fellépő zavaró hatásokat, azok mértékét, valamint a különböző hullámhosszokon a spiking során kapott visszanyerési százalékokat, és a kapott kalibrációs görbe linearitását is figyelembe vettem. Az optimális hullámhosszak megállapításakor tekintettel voltam továbbá az adott elem tejben lévő mennyiségének különböző hullámhosszokon történő mérése során kapott eredményekre is. Ez alapján az egyes elemek koncentrációjának meghatározására irányuló vizsgálatok lehetőségét kizártam azokon a hullámhosszokon, melyeken kimutatási határ alatti értéket mértem.

A fent leírtak alapján megállapítható, hogy **magnézium** tartalom meghatározásához a vizsgált vonalak közül a 280,270 nm hullámhosszú nem alkalmazható, mivel a kalibrációs görbe ezen vonal esetén nem lineáris. A 279,553 nm, illetve a 285,213 nm hullámhosszú vonalak bár

0-50 ppm, illetve 0-100 ppb koncentráció tartományban lineáris kalibrációs görbével rendelkeztek, azonban az alkalmazni kívánt teljes méréstartományban ez a megállapítás nem érvényes, így e vonalak szintén nem alkalmazhatóak. A magnézium tartalom meghatározásához a vizsgált vonalak közül a 279,079 nm, valamint a 277,983 nm hullámhosszúságú egyaránt megfelelőnek tűnt. Az említett két hullámhossz közül az utóbbi esetén azonban azt tapasztaltam, hogy érzékenyebb a kalibrációs görbe, így e hullámhosszúságú vonalat érdemes alkalmazni magnézium tartalom meghatározás esetén.

A vizsgálatok során kapott eredmények alapján elmondható, hogy a 224,700 nm-es hullámhossz tehéntej minta esetén **réz** mennyiségi analízisére nem megfelelő, mivel ezen hullámhosszon a megnövekedett háttér zavaró hatással van a mérés pontosságára. A 217,894 nm, a 324,754 nm és a 327,396 nm hullámhosszúságú vonalak közül jelintenzitás alapján a 324,754 nm-en érdemes a mérést elvégezni.

A mintában lévő **nikkel** koncentrációjának vizsgálatához leginkább alkalmas vonal hullámhossza 341,476 nm. Nikkel tartalom meghatározás a 231,604 nm hullámhosszú vonalon is elvégezhető, ezen a vonalon azonban gyengébb jelintenzitást tapasztaltam. A 216,556 nm hullámhosszúságú vonal nem alkalmazható, mivel a vizsgálatok során e vonalon kimutatási határ alatti értékeket mértem.

Cink tartalom meghatározásához optimális hullámhossz kiválasztásnál – a jelintenzitás kivételével – valamennyi figyelembe vett paraméter esetén kapott értékek közel azonosak voltak mindhárom vizsgált hullámhosszon. A cink mintában lévő koncentrációjának meghatározására irányuló vizsgálatok elvégzéséhez az ICP-OES készülék plazmájának fényemisszióját felbontva a 213,856 nm hullámhosszúságú vonal intenzitását ajánlott mérni, hiszen a vizsgált vonalak közül ezen esetben volt a legnagyobb a jel erőssége.

Alumínium esetén a megfelelő vonal megválasztásánál a döntő szempont a spiking során kapott visszanyerési százalék volt, mely alapján a 236,705 nm hullámhossz a megfelelő.

A **bór** koncentrációjának meghatározása során tapasztaltakból kifolyólag a 182,591 nm hullámhosszú vonal nem használható, mivel e hullámhosszon kimutatási határ alatti értékeket mértem. A bór 182,641 nm-es színképvonala közel esik a kén 182,621 nm hullámhosszú analitikai vonalához, mely zavaró hatást fejt ki a bór említett vonalon történő meghatározása esetén. A 208,959 nm-es és a 249,733 nm-es hullámhosszak közül jelintenzitás alapján az utóbbi a megfelelő.

A **bárium** mennyiségét 230,424 nm-en mérve szinte minden esetben kimutatási határ alatti értéket kaptam, így a másik két vizsgált hullámhossz közül jelintenzitás alapján a 455,403 nm-en érdemes vizsgálatokat folytatni.

Molibdén esetén a 317,035 nm-en, **ólom** esetén a 216,999 nm-en történő mérés lehetőségét azért zártam ki, mert ezeken a hullámhosszakon kimutatási határ alatti értékeket mértem, így az ezen elemek esetén vizsgált hullámhosszak közül a molibdén koncentrációját a 202,030 nm-en, az ólom mennyiségét pedig a 220,353 nm-en mérve kaphatunk megfelelően pontos eredményeket.

Kadmium esetén a 214,438 nm-en, **króm** esetén a 206,550 nm-en a megnövekedett háttérsugárzás jelentős zavaró hatást fejtett ki. A többi vizsgált vonal közül a spiking során tapasztaltak alapján kadmiumnál a 228,802 nm, krómnál pedig a 205,560 nm a megfelelő hullámhossz.

Kobalt tartalom meghatározáshoz a 238,892 nm, a mintában lévő **mangán** koncentrációjának vizsgálatához pedig – a jelerősségen túl, a mérések során kapott visszanyerési százalékok alapján is – a 259,373 nm az ideális vonal hullámhossza.

Vas tartalom meghatározáshoz 261,382 nm, míg **stroncium** koncentrációjának méréséhez a 407,771 nm hullámhossz az ideális. Előbbi esetén a döntő szempont a kapott visszanyerési százalék, az utóbbinál pedig a jelintenzitás volt.

Az egyes vonalak esetén a megnövekedett háttér emissziót okozhatta szórt fény, valamint a tejben viszonylag nagy koncentrációban jelenlévő magnézium, kalcium és kálium ion-elektron rekombinációjából származó folytonos sugárzás.

A különböző hullámhosszúságú vonalakon történő mérés során fellépő zavaró hatások egyik további oka a könnyen ionizálható elemek által kiváltott mátrixhatás, hiszen a tehéntejben nagy koncentrációban fordulnak elő kis ionizációs energiával rendelkező elemek (kálium, nátrium, kalcium).

További zavaró hatást fejthettek ki a minta előkészítéséhez felhasznált salétromsav, illetve nagy tisztaságú víz, hiszen a mérendő elem háttérének megváltozását okozhatta a plazmába jutó disszociáltatlan N₂ molekulák és az ott keletkező OH, NO, CO gyökök emissziója.

A fentiek alapján hangsúlyozandó, hogy az analitikai vonalak megválasztása az induktív csatolású plazma optikai emissziós módszer esetén kitüntetett figyelmet igényel.

4.3. A vizsgált elemek koncentrációjának meghatározásához ideális izotópok

Az ICP-MS mérési paramétereinek optimalizálásaként vizsgáltam, hogy mely izotópon/izotópokon érdemes a különböző elemek koncentrációját meghatározni.

A vizsgált tejminták Al, Mn és Co tartalmának ICP-MS készülékkel történő meghatározását egyetlen természetes izotópjukon végeztem. B esetén a laboratóriumi tapasztalatok alapján szintén egy izotópon végeztem el a mérést.

A mérési eredmények alapján az egyes elemek mennyiségének következő izotópokon történő vizsgálatát zártam ki spektrális zavarás miatt: ^{24}Mg , ^{52}Cr , ^{57}Fe .

A spektrális zavarást az említett izotópokon poliatomos zavarás okozta. Poliatomos zavarás esetén a minta mátrixban, plazmagázban, valamint a mintaelőkészítéshez használt oldatban jelenlévő atomok poliatomos ionokká állnak össze, melyek tömege megegyezhet a mérendő izotóp tömegével. Ilyen poliatom a vizsgált tehéntej minták esetén a $^{12}\text{C}_2^+$, mely a ^{24}Mg -ra van zavaró hatással, valamint az $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$ és az $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ mely a mintában lévő ^{52}Cr mennyiségének meghatározása során bír jelentős zavaró hatással. A ^{57}Fe esetén valószínűleg az $^{40}\text{Ar}^{17}\text{OH}^+$ okozta a zavarást.

A zavaró hatást kifejtő poliadduktumok képződéséhez szükséges ^{12}C a mintában található szerves-anyagokból származott, hiszen roncsolás mentes mintaelőkészítés esetén, az egyes elemek mennyiségének meghatározása a mintában található szerves alkotók mineralizálását mellőzve történt, ebből adódóan az előkészített minta-oldatok jelentős szén-tartalommal bírtak. További zavaró hatást kifejtő poliadduktumok a különböző mintaelőkészítési módszerek során felhasznált nagy tisztaságú vízből származó ^{16}O , illetve ^{17}OH , valamint az ICP-MS készülék működéséhez szükséges plazmagázból származó ^{40}Ar és ^{36}Ar -ból más atomokkal, ionokkal összekapcsolódva képződtek.

Spektrális zavaró hatásként a ^{96}Mo és ^{136}Ba izotópok esetén izobár zavarás felléphet, hiszen a ^{96}Mo esetén izobár átfedés jöhet létre a ^{96}Zr és a ^{96}Ru izotópokkal, ^{138}Ba esetén pedig a ^{138}La és a ^{138}Ce izotópokkal. A bárium 138-as tömegszámú izotópja a legnagyobb természetes gyakorisággal előforduló izotóp, ezért a nyom- és ultra-nyomkoncentrációban jelenlévő Ba meghatározásához célszerű ezt használni, mivel ez biztosítja a legkedvezőbb kimutatási határt. Mivel az izobár átfedések által okozott nehézség bizonyos mértékig függ a minta mátrixtól, illetve a meghatározandó elem mintában található koncentrációjától ezért az izobár átfedés előfordulásának esélye a ^{138}Ba izotóp esetén csekély, hiszen általánosan elmondható, hogy a tejmintában lévő Ba koncentrációja jelentősen meghaladja a kis gyakoriságú ^{138}La -ét és a ^{138}Ce -ét. A ^{96}Mo esetén fellépő izobár zavarás esélye is alacsony, hiszen a Zr, illetve Ru tehéntejben való előfordulásának valószínűsége szintén kicsi, illetve amennyiben előfordul koncentrációja a Mo-hez képest elhanyagolható.

Bizonyos elemekből (^{123}Te , ^{119}Sn , ^{80}Kr , ^{192}Pt és stb.) kétszeres töltésű ionok képződhetnek, melyek szintén zavaró hatással vannak a mérés pontosságára. Az ilyen zavaró hatást kifejtő elemek tehéntejben lévő mennyisége általában nem számottevő, így e hatás érvényesülésének lehetőségétől eltekintettem.

A mérési eredmények alapján a tejben lévő Cd mennyisége nem vizsgálható, a ^{111}Cd , ^{112}Cd , ^{114}Cd izotópokon, hiszen a Cd koncentrációját ezen izotópokon meghatározva kimutatási határ alatti értékeket kaptam.

A következő izotópokon történő vizsgálat lehetőségét az egyes izotópokon végzett mérés alacsony érzékenysége miatt zártam ki: ^{86}Sr , ^{61}Ni , ^{62}Ni .

A 11. számú táblázatban összefoglalom, hogy a tehéntej mintában lévő egyes elemek koncentrációját a vizsgálati eredmények alapján, mely izotópon/izotópokon ajánlott meghatározni.

11. számú táblázat: A tehéntejben lévő egyes elemek koncentrációjának meghatározásához ajánlott izotópok

Az elem neve	Mért izotópok	Az elem neve	Mért izotópok
Alumínium (Al)	^{27}Al	Mangán (Mn)	^{55}Mn
Bárium (Ba)	^{135}Ba	Molibdén (Mo)	^{95}Mo
	^{136}Ba		^{96}Mo
	^{137}Ba		^{97}Mo
Bór (B)	^{11}B		^{98}Mo
Cink (Zn)	^{66}Zn	Nikkel (Ni)	^{60}Ni
	^{67}Zn	Ólom (Pb)	^{206}Pb
	^{68}Zn		^{207}Pb
Kadmium (Cd)	^{110}Cd		^{208}Pb
Kobalt (Co)	^{59}Co	Réz (Cu)	^{63}Cu
			^{65}Cu
Króm (Cr)	^{53}Cr	Stroncium (Sr)	^{88}Sr
Magnézium (Mg)	^{25}Mg	Vas (Fe)	^{56}Fe

A vizsgálati eredmények további ismertetése során, az egyes elemek esetén a következő izotópokon mért koncentrációkat veszem figyelembe: ^{11}B , ^{25}Mg , ^{27}Al , ^{53}Cr , ^{55}Mn , ^{56}Fe , ^{59}Co , ^{60}Ni , ^{65}Cu , ^{66}Zn , ^{88}Sr , ^{98}Mo , ^{110}Cd , ^{136}Ba , ^{208}Pb .

4.4. Spiking adatok értékelése

Kutatómunkám során bizonyos rendszeres hibák kimutatásának érdekében spiking-ot alkalmaztam. A mintákhoz multielemes standard törzsoldatot adva vizsgáltam, hogy a különböző mintaelőkészítési módszerek hatására milyen változás következhet be a minta

összetételében az ásványi-anyagok tekintetében. Abban az esetben, ha az adott mintaelőkészítési módszert alkalmazva a meghatározni kívánt elem analízise során, a koncentráció-növekményre nézve a visszanyerés gyenge (80% alatti) vagy 120%-ot meghaladó, megállapítható, hogy azon elem vizsgálatára az adott mintaelőkészítési módszer megfelelő pontossággal nem alkalmazható, tehát a mintaelőkészítési módszer az adott elem mennyiségi vizsgálata esetén jelentősen torzít.

Spiking során kapott eredmények értelmében a 15 vizsgált elemből hamvasztás esetén 8, nedves roncsolást nyitott rendszerben végezve 14, mikrohullámú roncsolást alkalmazva pedig valamennyi elem esetén a visszanyerési százalék megfelelt az elvártaknak.

A különböző zsírtartalmú tehéntejminták Ba, Fe, Mg és Sr tartalmának meghatározására irányuló analitikai vizsgálatok során mintaelőkészítési módszerként hamvasztást, nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson, valamint zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolást alkalmazva az említett elemek esetén a koncentráció növekményre nézve a visszanyerés 90% és 110% közötti volt.

A multielemes standard oldat formájában a mintákhoz adott Al mennyiségének meghatározása esetén a visszanyerés mértéke hamvasztást követően 90,85%, nedves roncsolást nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson végezve 91,90%, mikrohullámú roncsolás esetén pedig 95,18% volt. Mo esetén hamvasztást követően 84,65%-os, nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson történő nedves roncsolás során 93,42%-os, zárt térben mikrohullámú energiaközléssel történő előkészítés követően 100,61%-os visszamérhetőséget tapasztaltam.

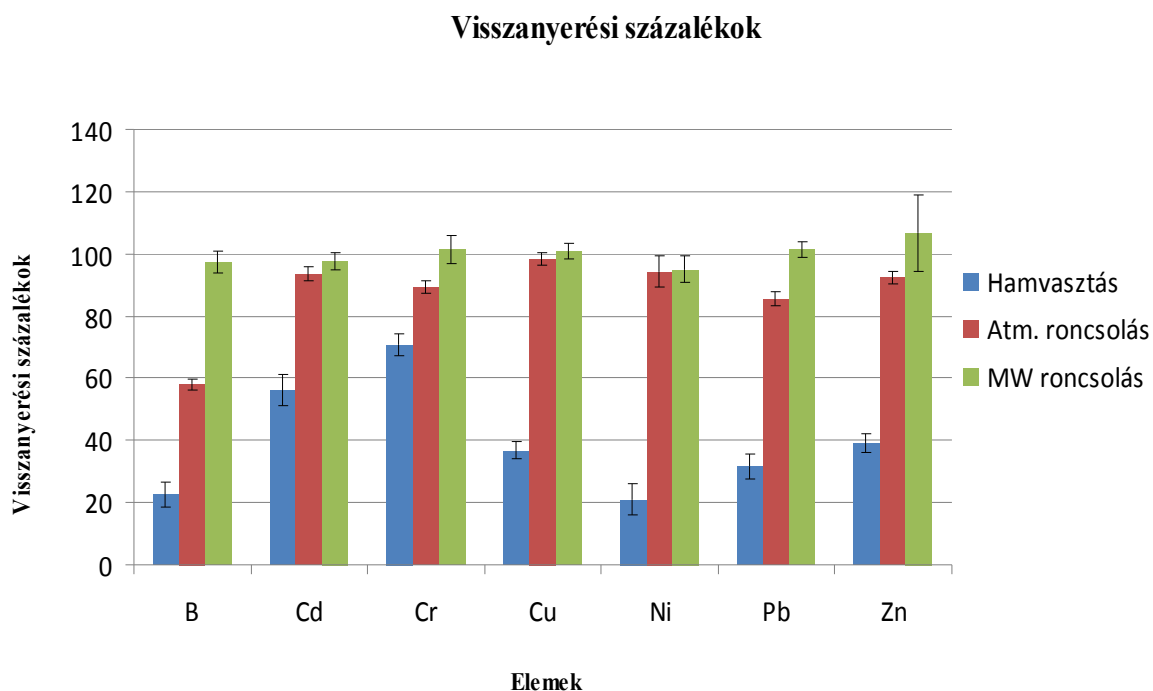
A mintákhoz adott Co mennyisége hamvasztás esetén 83,92%-ban, nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson végzett nedves roncsolás követően 93,51%-ban, mikrohullámú roncsolás esetén pedig 96,31%-ban volt visszamérhető. Mn tartalom meghatározása esetén hamvasztást követően 83,31%-os, nedves roncsolást nyílt rendszerben, valamint zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végezve pedig 92,31%-os, illetve 91,99%-os visszamérhetőséget tapasztaltam.

Az előzőekben leírtak alapján megállapítható, hogy a vizsgált mintában található szerves anyagok elroncsolására irányuló mintaelőkészítési módszerek bármelyikét alkalmazva, a spiking adatok értékelése alapján, az eddig említett elemek tehéntejmintában lévő koncentrációjában $\pm 20\%$ -ot meghaladó változás nem következik be.

A Cd, Cr, Cu, Ni, Pb és Zn koncentrációjának meghatározása során nyílt rendszerben, valamint zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolást követő mérés során kapott eredmények, illetve a hamvasztást követő vizsgálat következtében kapott

értékek, B esetén pedig, valamennyi mintaelőkészítési módszert követően kapott visszanyerési százalékok között 20%-ot meghaladó eltérés volt megfigyelhető.

Az említett mikroelemek koncentrációjának – különböző előkészítési eljárásokat követő – meghatározása során kapott visszanyerési százalékokat a 2. számú ábrán szemléltetem.



2. számú ábra
A B, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb és Zn koncentrációjának különböző előkészítési eljárásokat követő meghatározása során kapott visszanyerési százalékok

A hamvasztást követő mérés során kapott visszanyerési százalékok alapján a módszer nem alkalmas a tehéntej Cd, Cr, Cu, Ni, B, Zn és Pb tartalmának meghatározására, hiszen ezen elemek esetén a visszanyerés mértéke nem éri el a 80%-ot. A mintához adott Cd mennyiségének csak 56,22%-a, a B mennyiségének pedig 22,55%-a volt visszamérhető. Cr esetén ez az érték 70,55%, Cu-nél 36,77%, Zn-nél 39,18%, Ni valamint Pb esetén 21,04%, illetve 31,66% volt. A mintához adott B mennyisége nyitott rendszerű roncsolást követő vizsgálat esetén is csak kis mennyiségben (58,12%) volt visszamérhető, míg mikrohullámú roncsolással pedig 97,28%-ban. Tejminta B tartalmának meghatározására mintaelőkészítési módszerként az előzőekben említettekből adódóan mikrohullámú roncsolás alkalmazása ajánlott.

A tehéntejben található Cd, Cr, Cu, Zn, Ni valamint Pb mennyiségének vizsgálatára a spiking során kapott eredmények alapján tehát az atmoszférikus nyomáson nyílt rendszerben, illetve a zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolás alkalmas, hiszen ezen

mintaelőkészítési módszerek esetén az említett elemekre nézve a visszanyerés 80% és 120% közötti volt.

Nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson végzett nedves roncsolás esetében a spiking során a mintához adott Zn 92,31%-át, a Ni 94,56%-át, a Cd 93,52%-át és a Cu 98,23%-át nyertem vissza. A Cr-nak 89,21 %-a, az Pb-nak 85,53%-a, a B-nak pedig mindössze 58,12 %-a volt visszamérhető.

Mikrohullámú roncsolást végezve ezek az értékek a következőképpen alakultak: a Ni 95,05%-a, a Cu 100,73%-a, a Cd 97,63%-a, az Pb-nak 101,53%-a, a Zn-nek 106,72%-a, a B 97,28%-a, a Cr-nak pedig 101,23%-a volt visszamérhető.

4.5. Tehéntej minta elemtartalmának mérhetősége különböző mintaelőkészítési módszerek esetén

Amennyiben a mintaelőkészítés során nem használtam multielemes standard oldatot, csak magában a tehéntejben található elemek koncentrációját vizsgáltam az alábbiakban leírtakat tapasztaltam.

Al, Ba, Fe, Mg, Mo és Sr esetén a különböző mintaelőkészítési módszereket követően mért értékek között az eltérés nem volt nagyobb, mint 10%.

Co, Cu, Cr, Mn és Zn esetén a nyílt rendszerben, illetve a zárt térben végzett nedves roncsolást követően kapott mérési eredmények közötti különbség kisebb volt, mint 10%, hamvasztást követően azonban ezekhez az értékekhez viszonyítva 15-70%-kal kisebb értékeket mértem. B esetén a nedves roncsolást nyílt rendszerben végezve a mikrohullámú roncsolás során kapott eredményhez képest mintegy 40%-os veszteséget tapasztaltam. A B mennyisége hamvasztást követően kimutatási határ alá csökkent. A mikrohullámú roncsolást követően kapott Pb koncentrációnak, nyílt rendszerben történő roncsolással 85%-át, hamvasztással pedig kevesebb, mint 40%-át tudtam mérni. Ni és Cd esetében a mikrohullámú roncsolást és a nyílt rendszerben, atmoszférikus nyomáson történő nedves roncsolást követő mérés esetén kapott eredmények közötti eltérés nem volt nagyobb, mint 20%. Hamvasztás esetén a mikrohullámú roncsolást követő mérés során kapott eredményhez képest jelentős veszteség volt tapasztalható.

4.6. Közvetlen hígítást követő analitikai vizsgálat során kapott eredmények értékelése

Közvetlen hígítás esetén a mintában maradt szerves anyagok szerves mátrixként körülveszik a mérendő elemeket, mely által a mintában lévő ásványi anyagok mennyiségének mérhetősége jelentősen torzul. A mintában található szerves molekulák által okozott zavaró hatás csökkentésének egyik lehetséges módja a vizsgálandó minta hígítása. A minta hígítása során a minta mátrixának relatív mennyisége ugyan nem csökken a mérendő elemhez képest, viszont az abszolút mennyisége az előkészített minta-oldatban igen.

A vizsgált tejek 0,74% és 0,77% közötti hamutartalommal rendelkeztek. Az ICP-MS megfelelő működéséhez a vizsgált minta oldott ásványi-anyag tartalmának 0,1% alattinak kell lennie, ennek megfelelően a legkisebb hígítás mértékét 10-szeres értékben állapítottam meg. A minta hígításával ugyan csökkenthető a mátrixhatás, ugyanakkor nem használható olyan túl nagymértékű hígítás, mely a vizsgálandó elemek koncentrációját kimutatási határ alá csökkentené. Ennek megfelelően a legnagyobb hígítás mértékét 100-szoros értékben határoztam meg.

A fent leírtakból kifolyólag a rendelkezése álló tejmintákból 10-szeres, 25-szörös, 50-szeres, illetve 100-szoros hígítást készítettem. A különböző hígítási faktorú oldatok által azt vizsgáltam, hogy az egyes elemek mennyiségének így módon történő meghatározásához mekkora hígításra van szükség.

A vizsgálati eredmények alapján a mintában található szerves anyagok elroncsolására irányuló mintaelőkészítési módszerek közül a zárt térben, mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolás bizonyult a legjobbnak, így e módszert követő mérés során kapott adatokat vettem referencia értéknek arra nézve, hogy megállapítsam, hogy közvetlen hígítással mely elemek vizsgálhatóak, illetve a különböző elemek mennyiségének meghatározásához mekkora hígítás szükséges. A mikrohullámú roncsolás és a közvetlen hígítás során kapott eredmények összehasonlításakor céloom nem az volt, hogy pontos egyezést találjak, hanem hogy megkeressem az egymáshoz közeli ($\pm 20\%$) értékeket.

A mikrohullámú roncsolással előkészített mintákban és az eltérő hígítású minta-oldatokban lévő elemek koncentrációjának meghatározása során kapott eredmények alapján a 12. számú táblázatban ismertetem, az egyes elemek mennyiségének megfelelő pontossággal történő meghatározásához szükséges hígítás mértékét

12. számú táblázat: Adott elem tehéntejmintában található mennyiségének meghatározásához szükséges hígítás mértéke

Elem	Hígítás mértéke			
	10X	25X	50X	100X
Alumínium (Al)	+	+	-	-
Bárium (Ba)	+	+	-	-
Bór (B)	+	+	-	-
Cink (Zn)	-	+	+	+
Kadmium (Cd)	+	-	-	-
Kobalt (Co)	+	-	-	-
Króm (Cr)	+	-	-	-
Magnézium (Mg)	-	-	+	+
Mangán (Mn)	+	+	-	-
Molibdén (Mo)	+	+	-	-
Nikkel (Ni)	-	-	-	-
Ólom (Pb)	+	-	-	-
Réz (Cu)	+	-	-	-
Stroncium (Sr)	+	+	-	-
Vas (Fe)	+	+	-	-

Az eredmények alapján a tejben található Al, Ba, B, Mn, Mo, Fe és Sr mennyiségének meghatározásához 10-szeres, illetve 25-szörös hígítás is, a Cd, Co, Cr, Pb, Cu mennyiségének meghatározásához pedig csak 10-szeres hígítás alkalmas. A Mg koncentrációjának meghatározáshoz 50-szeres, illetve 100-szoros, Zn mennyiségének meghatározásához pedig 25-szörös, 50-szeres, valamint 100-szoros hígítás is megfelelő.

Ni esetén a mikrohullámú roncsolást és a közvetlen hígítást követő mérés során kapott eredmények között nem találtam egymáshoz közeli értékeket.

A kétféle minta-előkészítési módszert követő mérés során kapott eredmények között 10%-nál kisebb eltérést tapasztaltam a Ba, Al, Cu, Fe, Cr, Mg, Sr, Cd, Mo és Pb esetén. A B, Zn, Mn, Co mennyiségének meghatározása során kapott értékek között a különbség 10-20% közötti volt. Ni esetén az eltérés mértéke valamennyi esetben meghaladta a 20%-ot.

Közvetlen hígítás során vizsgáltam továbbá, hogy a tejfehérje – savas kémhatású standard oldatok miatti – kicsapódásának megakadályozására szolgáló Triton X-100 oldat alkalmazása milyen koncentrációban optimális ahhoz, hogy homogén mintát kapjunk, hiszen a fehérje kicsapódás miatt az analitikai műszerek porlasztója eltömődhet.

A vizsgálatok során a Triton X-100 oldat a 10-szeres, és 25-szörös hígítású mintaoldatok esetén egyik vizsgált koncentrációban sem tudta oldatban tartani a tejfehérjét.

A tejfehérje kicsapódásából adódó probléma megoldásaként ezt követően NH_3 -oldatot használtam. Ebben az esetben szintén vizsgáltam, hogy az említett oldat alkalmazása milyen töménységben ideális.

A vizsgálatok elvégzése során azt tapasztaltam, hogy az NH_3 -oldatot a minta-előkészítés során bármely vizsgált koncentrációban alkalmazva homogén mintát kapunk.

Mivel a mintához bármilyen reagenst adva a minta szennyeződhet, ezért az előkészítő műveletek során a homogenitáson túl törekedni kell a minél kisebb mennyiségű vegyszer felhasználására is. Az előzőekben leírtakból megállapítható, hogy közvetlen hígítás során az NH_3 -oldatot úgy érdemes adagolni, hogy az előkészített minta-oldat 0,001%-a legyen.

5. KÖVETKEZTETÉSEK ÉS JAVASLATOK

Kutatómunkám egyik célja volt az ICP-OES és ICP-MS mérési paraméterének optimalizálása tehéntej elemtartalmának vizsgálatához.

Az ICP-OES esetén vizsgáltam, hogy a plazma fényemisszióját felbontva, milyen hullámhosszúságú vonal intenzitását ajánlott mérni, adott elem tejmintában lévő mennyiségének megfelelő pontossággal történő meghatározásához.

Az egyes elemek mennyiségét különféle hullámhosszokon mérve a kapott eredmények között különböző mértékű eltéréseket tapasztaltam. Ezek az eltérések, a különböző hullámhosszakon fellépő spektrális zavaró hatásoknak, illetve az egyes vonalakon történő mérés alacsony érzékenységének köszönhetőek. Ez alapján hangsúlyozandó, hogy az analitikai vonalak megválasztása az ICP-OES módszer esetén kitüntetett figyelmet igényel.

A vizsgálatok során kapott eredmények alapján arra a következtetésre jutottam, hogy a megfelelően pontos mérés érdekében Al esetén a 236,705 nm, B-nál a 249,733 nm, Ba-nál 455,403 nm, Cd-nál a 228,802 nm, Co esetén a 238,892 nm hullámhosszú vonal intenzitását szükséges mérni. A Cr-nál a 205,560 nm, Cu esetén a 324,754 nm, Fe esetén a 261,382 nm, Mg-nál a 277,983 nm, Mn-nál a 259,373 nm, Mo-nél a 202,030 nm hullámhosszon érdemes vizsgálatokat folytatni. A mintában lévő Ni koncentrációja a 341,476 nm-en, a Pb-é a 220,353 nm-en, míg a Sr-é a 407,771 nm-en, a Zn-é pedig a 213,856 nm-en határozható meg kellő pontossággal.

Az ICP-MS esetén vizsgálatokat végeztem arra nézve, hogy mely izotópon/izotópokon érdemes a különböző elemek tejmintában lévő koncentrációját meghatározni.

A munkám során kapott eredmények alapján, bizonyos izotópokon történő vizsgálat elvégzésének lehetőségét kizártam spektrális zavarás vagy az adott izotópon történő mérés alacsony érzékenysége miatt.

A vizsgálatok során kapott eredmények alapján elmondható, hogy az egyes elemek mintában lévő koncentrációjának meghatározásához a következő izotópokon érdemes a mérést elvégezni: ^{11}B , ^{25}Mg , ^{27}Al , ^{53}Cr , ^{55}Mn , ^{56}Fe , ^{59}Co , ^{60}Ni , ^{63}Cu , ^{65}Cu , ^{66}Zn , ^{67}Zn , ^{68}Zn , ^{88}Sr , ^{95}Mo , ^{96}Mo , ^{97}Mo , ^{98}Mo , ^{110}Cd , ^{135}Ba , ^{136}Ba , ^{137}Ba , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb .

Kutatómunkánk során vizsgáltam továbbá, hogy az eltérő mintaelőkészítési módszerek – hamvasztás, mikrohullámú roncsolás, nyitott rendszerű roncsolás – milyen hatással vannak a vizsgálandó tejminta mért elemösszetételére.

A vizsgálatok során bizonyos rendszeres hibák kimutatásának érdekében spiking-ot alkalmaztam. A kapott eredmények alapján a tehéntej Al, Ba, Fe, Mg, Mo, Mn, Sr és Co tartalmának meghatározására irányuló analitikai vizsgálatok esetén mintaelőkészítési módszerként mind a hamvasztás, mind a nyílt rendszerben, illetve zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolás egyaránt alkalmazható.

Az eredmények alapján a Cd, Cr, Cu, Ni, Zn és Pb tartalom megfelelő pontossággal történő meghatározásához alkalmas mintaelőkészítési módszer a mikrohullámú, valamint a nyitott rendszerű roncsolás. A vizsgált 15 elem közül a B az egyetlen olyan elem, mely vizsgálatához mintaelőkészítési módszerként csak mikrohullámú roncsolás használható.

Amennyiben a mintaelőkészítés során nem használtam standard oldatot, csak magában a tehéntejben található elemek koncentrációját mértem, az adott mintaelőkészítési módszert, valamint ugyanazon módszer spiking-ot is alkalmazó változatát követő mérés során kapott eredmény között eltérések voltak tapasztalhatók. Ezek az eltérések azonban nem voltak akkorák, hogy azok alapján megcáfolható lenne a spiking adatok értékelése alapján az adott elemre vonatkozó optimális mintaelőkészítési módszerre tett megállapítás.

Összességében elmondható, hogy a szóban forgó 15 elem közül hamvasztás esetén 8, nedves roncsolást nyílt rendszerben végezve 14, mikrohullámú roncsolást alkalmazva pedig valamennyi elem vizsgálata esetén additív hibát nem, vagy elhanyagolható mértékben tartalmazó eredményeket kaphatunk.

A közvetlen hígítást követően kapott eredmények kiértékelése során, a mikrohullámú roncsolás esetén kapott eredményeket tekintettem referenciaértéknek, hiszen ez volt az a szerves-anyagok elroncsolására irányuló mintaelőkészítési eljárás, mellyel mind a 15 vizsgált elem mintában lévő koncentrációja megfelelő pontossággal meghatározható.

A mikrohullámú roncsolást és a közvetlen hígítást követően kapott eredményeket összehasonlítva elmondható, hogy mindkét módszer alkalmazható Zn, Mg, Al, B, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Pb és Sr tehéntejben lévő koncentrációjának meghatározásához.

Az eredmények alapján a mintákban található Cd, Co, Cr, Pb, Cu mennyiségének meghatározásához 10-szeres, az Al, Ba, B, Mn, Mo, Fe és Sr meghatározásához pedig 10-szeres, illetve 25-szörös hígítás a megfelelő. A Mg koncentrációjának meghatározáshoz 50-szeres, illetve 100-szoros, Zn mennyiségének meghatározásához pedig 25-szörös, 50-szeres, valamint 100-szoros hígítás a megfelelő.

A tejminta 10-szeres, 25-szörös, 50-szeres, illetve 100-szoros hígítása esetén sem vizsgálható a Ni koncentrációja.

Az előbbiekben említett elemek tejben lévő koncentrációjának meghatározásához mintaelőkészítési módszerként közvetlen hígítást alkalmazva, a mikrohullámú roncsoláshoz képest csökkenhetjük a vegyszerfelhasználást, a minta előkészítésére szánt időt, illetve növelhetjük az egyszerre vizsgálható minták számát. Ugyanakkor mikrohullámú roncsolás esetén elegendő egy minta-oldat készítése mind a 15 vizsgált elem mintában található koncentrációjának meghatározásához, közvetlen hígítás esetén pedig több különböző hígítású oldatok készítése lehet szükséges.

ÖSSZEFOGLALÁS

Az egyik legértékesebb élelmiszerünk a tej, mely megfelelő arányban és könnyen emészthető formában tartalmazza a kielégítő táplálkozáshoz nélkülözhetetlen fehérjét, esszenciális aminosavakat, szénhidrátokat, zsírokat, vitaminokat, valamint ásványi anyagokat.

Az élelmiszerekben található ásványi alkotók folyamatos monitorozása kiemelten fontos élelmezés-egészségügyi, élelmiszerbiztonsági feladatot képez.

Az induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria (ICP-OES), valamint az induktív csatolású plazma tömegspektrometria (ICP-MS) potenciálisan kínál viszonylag gyors, egyszerű módszert a különböző ásványi alkotók mennyiségi vizsgálatára.

Az elemanalitikai célú műszeres mérést általában előkészítő műveletek előzik meg, melyek megkezdése előtt kiemelt figyelmet kell fordítani a vizsgálni kívánt elemre, elemekre vonatkozó optimális mintaelőkészítési módszer megválasztására, hiszen a nem megfelelő módszer használata esetén megváltozhat a vizsgálandó minta elemösszetétele. Ennek köszönhetően a mérési eredmény pontossága kifogásolható. A műszeres analitikában a megfelelően pontos mérés egyik további feltétele a vizsgálatokhoz alkalmazott készülékek mérési paramétereinek optimális beállítása.

Az előzőekben leírtakból adódóan kutatómunkám az ICP-OES és az ICP-MS mérési paraméterének vizsgálatára, valamint a különböző mintaelőkészítési módokat összehasonlítva, adott elem méréséhez optimális mintaelőkészítési módszer meghatározására irányult.

A munkám során vizsgált mintaelőkészítési módszerek a hamvasztás, a nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson, valamint zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves roncsolás, illetve közvetlen hígítás volt.

Az ICP-MS mérési paraméterének optimalizálásaként vizsgáltam, hogy mely izotópon/izotópokon, ICP-OES esetén pedig, hogy milyen hullámhosszúságú vonalon érdemes a különböző elemek koncentrációját meghatározni.

A vizsgálatok elvégzéséhez négy különböző zsírtartalmú tehéntejet használtam fel, melyek zsírtartalma: 1,5%, 2,8%, 3,6%, 3,6-4,0% (nyers tej) volt.

A minták elemtartalmának meghatározásához induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrométert (ICP-OES), valamint induktív csatolású plazma tömegspektrométert (ICP-MS) használtam.

A mérési eredmények alapján megállapítható, hogy az egyes elemek mintában lévő koncentrációjának ICP-MS-sel történő meghatározásához a következő izotópokon ajánlott vizsgálatokat folytatni: ^{11}B , ^{25}Mg , ^{27}Al , ^{53}Cr , ^{55}Mn , ^{56}Fe , ^{59}Co , ^{60}Ni , ^{63}Cu , ^{65}Cu , ^{66}Zn , ^{67}Zn , ^{68}Zn , ^{88}Sr , ^{95}Mo , ^{96}Mo , ^{97}Mo , ^{98}Mo , ^{110}Cd , ^{135}Ba , ^{136}Ba , ^{137}Ba , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb .

Amennyiben a tehéntejben található különböző ásványi anyagok mennyiségének meghatározásához ICP-OES-t használunk, Al esetén a 236,705 nm, B-nál a 249,733 nm, Ba-nál a 455,403 nm, Cd-nál a 228,802 nm, Co esetén a 238,892 nm, hullámhosszú vonal intenzitását szükséges mérni. A mintában lévő Ni koncentrációja a 341,476 nm-en, a Pb-é a 220,353 nm-en, míg a Sr-é a 407,771 nm-en, a Zn-é pedig a 213,856 nm-en határozható meg kellő pontossággal. Cr-nál a 205,560 nm, Cu esetén a 324,754 nm, Fe esetén a 261,382 nm, Mg-nál a 277,983 nm, Mn-nál a 259,373 nm, Mo-nél a 202,030 nm hullámhosszon érdemes vizsgálatokat folytatni.

Az elvégzett vizsgálatok során kapott eredmények alapján arra a következtetésre jutottam, hogy mintaelőkészítési módszerként a hamvasztás, nyílt rendszerben, illetve zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves ronsolás egyaránt alkalmazható abban az esetben, ha a tehéntejben lévő Al, Ba, Fe, Mg, Mo, Mn, Sr és Zn koncentrációjának meghatározása a cél. A Cd, Co, Cr, Cu, Ni, illetve Pb mennyiségének vizsgálatához atmoszférikus nyomáson nyílt rendszerben, illetve a zárt térben mikrohullámú energiaközléssel végzett nedves ronsolás alkalmas, míg B mennyiségének meghatározásához csak mikrohullámú ronsolás alkalmazható, mint mintaelőkészítési módszer.

Közvetlen hígítással Ni kivételével valamennyi vizsgált elem mintában található koncentrációja megfelelő pontossággal meghatározható, az egyes elemek koncentrációjának vizsgálatához azonban eltérő hígítású oldatok készítése szükséges. Az eredmények alapján a mintákban található Cd, Co, Cr, Pb, Cu mennyiségének meghatározásához 10-szeres hígítás szükséges. Az Al, Ba, B, Mn, Mo, Fe és Sr meghatározásához 10-szeres, illetve 25-szörös hígítás is megfelelő. A Mg mennyiségének meghatározáshoz 50-szeres, illetve 100-szoros, Zn koncentrációjának meghatározásához pedig 25-szörös, 50-szeres, valamint 100-szoros hígítás is alkalmas.

SZAKIRODALOM JEGYZÉK

Felhasznált irodalom:

- BENCZÉDI M.-NAGY E.-MARGARET A.-GAYNOR B.: 2001. Vitaminok, gyógynövények, ásványi anyagok. Reader's Digest Kiadó Kft., Budapest, 416 p.
- BERTALAN É.: 2006. Az induktív csatolású tömegspektrometria. In: Az elemanalitika korszerű módszerei. Szerk. ZÁRAY GY. Akadémiai Kiadó, Budapest, 225-283 p.
- BORSZÉKI J.: 2006. Mintaelőkészítés elemanalitikai vizsgálatokhoz. In: Az elemanalitika korszerű módszerei. Szerk. ZÁRAY GY. Akadémiai Kiadó, Budapest, 113-136 p.
- BURGER K. - DOMBI A.: 2012. Az analitikai kémia alapjai - Kémia és műszeres elemzés. Semmelweis Kiadó, Budapest, 642 p.
- CSÁSZÁR G.- UNGER A.: 2005. Minőségi tejtermelés alapjai. Magyar Tejgazdasági Kísérleti Intézet Kiadása, Mosonmagyaróvár, 46 p.
- CSAPÓ J.- CSAPÓNÉ K. ZS.: 2002. Tej és tejtermékek a táplálkozásban. Mezőgazda kiadó, Budapest, 464 p.
- CSAPÓ J.- CSAPÓNÉ K. ZS.: 2003. Élelmiszer-kémia. Mezőgazda kiadó, Budapest, 468 p.
- DALWAY, J.S.: 2000. Why trace elements are important?. Fuel Processing Technology. 65-66. 21-23 p.
- GALBÁCS G. - GALBÁCS Z. - SIPOS P.: 2008. Műszeres analitikai kémiai gyakorlatok. JATEPress, Szeged, 202 p.
- KIRA, C.S. - MAIHARA, V.A.: 2007. Determination of major and minor elements in dairy products through inductively coupled plasma optical emission spectrometry after wet partial digestion and neutron activation analysis. Food Chemistry. 100. 390-395 p.

- KUKOVICS S.: 2009. A tej szerepe a humán táplálkozásban. Melánia Kiadó, Budapest, 608p.
- KODRIK L. - WÁNER L. - IMRE K. - FÖLDINÉ P.K. - BESENYEI F.- HUSVÉTH F.: 2011. A nyers tehéntej mikroelem tartalmának alakulása az ipari tevékenység és a járműforgalom hatására. LIII.Georgikon napok kivonat-kötet. Veszprém. 427-434 p.
- MARTIN, S. – GRISWOLD, W.: 2009. Human health effects of heavy metals. Center for Hazardous Substance Research. Kansas State University. Issue 15 March. 28 p.
- MASTER, Z.- STURGEON, R.: 2003. Sample preparation for trace element analysis. Elsevier B.V., Amsterdam, 1339 p.
- MAURI M. A.: 2008. Ásványi anyagok és nyomelemek az egészség szolgálatában. Kossuth Kiadó, Budapest, 126 p.
- NELMS, S.M.: 2005. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Handbook. Blackwell Publishing, Oxford, 485 p.
- PAIS I.: 1999. A mikroelemek jelentősége az életben. Mezőgazda Kiadó, Budapest, 103 p.
- POKOL Gy. - SINOM A. - BEZÚR L. - HORVAI Gy. - HORVÁTH V. - DUDÁS K.M. - GYURCSÁNYI E. R.: 2011. Analitikai kémia. Typotex Kft., Budapest, 410 p.
- RIGÓ J. - BENCSIK K. - GAÁLNÉ L. K.: 2003. A csontritkulás diétás kezelése. Medicina Könyvkiadó, Budapest, 174 p.
- TAKÁCS S.: 2001. A nyomelemek nyomában. Medicina könyvkiadó Rt., Budapest, 265 p.
- ZÁRAY GY.: 2006. Az induktív csatolású atomemissziós spektrometria. In: Az elemanalitika korszerű módszerei. Szerk. ZÁRAY GY. Akadémiai Kiadó, Budapest, 225-283 p.

Internetes címek:

- I1: Magyar Dietetikusok Országos Szövetségének (MDOSZ) honlapja
<http://www.mdosz.hu/mdujdar2002-1.html#2002017kj>, 2013.09.01. 11.00h.
- I2: A Magyar Élelmiszerkönyv 2-51 számú, „Tej és tejtermékek” című előírása
<http://www.omgk.hu/Mekv/2/251/251.html>, 2013.09.18. 16.00 h.
- I3: Dr. Lenkei György: Életelelem, nyomelem
<http://sites.google.com/site/drlenkei/publikacio/elet-nyomelem>, 2013.09.11. 10.00 h.
- I4: Környezeti kémia – Digitális tankönyv
http://dragon.unideb.hu/~ttkweb/documents/palyazatok/2011/Oktatoknak/ttkweb_tamop/posta.pdf, 2013.09.14. 14.00 h.
- I5: Dr. Posta József: Atomabszorpciós spektrometria – Digitális Tankönyvtár
<http://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/atomabszorpcios/adatok.html>, 2013.09.18. 09.00 h.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönetemet szeretném kifejezni Prof. Dr. Kovács Béla Róbertnek a Mezőgazdaság-, Élelmiszertudományi és Környezetgazdálkodási Kar Élelmiszertudományi, Minőségbiztosítási és Mikrobiológiai Intézet egyetemi tanárának, konzulensemnek, hogy szakmai útmutatásával, tanácsaival segítette a TDK-dolgozatom elkészítését.

Köszönöm András Dávidnak a Mezőgazdaság-, Élelmiszertudományi és Környezetgazdálkodási Kar Élelmiszertudományi, Minőségbiztosítási és Mikrobiológiai Intézet egyetemi tanárszédjének a mintaelőkészítés és a mérések során nyújtott aktív segítségét, valamint szakmai iránymutatását.

A kutatás az Európai Unió és Magyarország támogatásával a TÁMOP 4.2.4.A/2-11-1-2012-0001 azonosító számú „Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése konvergencia program” című kiemelt projekt keretei között valósult meg.

Köszönöm családom segítségét, biztatását.

Köszönöm!

NYILATKOZAT

Várallyay Szilvia büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és aláírással igazolom, hogy a TDK-dolgozat saját munkám eredménye. A felhasznált irodalmat korrekt módon kezeltem, az irodalmi források korrekt kezelésének módját a szabályzatból megismertem, a TDK-munkára vonatkozó jogszabályokat betartottam. Tudomásul veszem, hogy ezen követelmények megszegése esetén a dolgozatom visszautasításra kerül.

Debrecen, 2013.

.....

Születési idő: