

Pályamunka aktualizálási megjegyzések

– 37. OTDK nevezési melléklet –

Készítette: Csécsi Marcell Dániel

Az OTDK-ra benyújtott pályamunkám témájából a helyi TDK-konferencia (2023.11.30.) óta több tudományos kézirat készült és került benyújtásra nemzetközi, Q2-es folyóiratokba, ahol társszerzőként szerepelek témavezetőimmel együtt. Közös munkánkból 1 cikk már megjelent [1], egy másik pedig bírálati szakaszban van [2]. Témavezetőm, *Csorba Benjámin* ezzel az ipari témával KDP (Kooperatív Doktori Program) ösztöndíjat is elnyert, emellett több rangos hazai (Műszaki Kémiai Napok 2023) és nemzetközi konferencián (XXIX. Nemzetközi Vegyészkonferencia, 2023 AIChE Annual Meeting) is bemutatta a saját, és közös kutatási eredményeinket (MTMT-n elérhetők: <https://m2.mtmt.hu/api/author/10083902>). A pályamunka aktualizálásban olyan eredményeket, összehasonlításokat mutatok be, amit a dolgozat készítésekor még nem említettem, de a cikkekben már részletesen le lettek írva.

A spektrofotometria módszerét bemutató 2.1. fejezetnél kimaradt, az összefoglalásban és az absztraktban elszórva került említésre a **kimutatási határ** (limit of detection, LOD vagy D_L), illetve a **meghatározási határ** (limit of quantification, LOQ). Definíció szerint a kimutatási határ az a legkisebb koncentráció, amin már a mért minta analitikai válaszjele egyértelműen megkülönböztethető a háttér jelétől, ami a gyakorlatban a vakminta szórásának a háromszorosával egyenlő [3]. Hasonlóképp a meghatározási határ az a koncentráció, ami már bizonyossággal (elfogadható megbízhatósággal) megmérhető, ami nálunk a vakminta jelének tízszereséből lett számítva [3]. Képlet formájában itt láthatók:

$$LOD = \frac{3 \cdot s_{vak}}{S}; LOQ = \frac{10 \cdot s_{vak}}{S}, \text{ ahol } s_{vak} \text{ a vakminták jelének szórása, } S \text{ az érzékenység.}$$

A mérések során az adott pufferből a receptúra szerint 5 db alumíniummentes, „vak” oldatot készítettem, majd az előírt idő leteltével – amit az időfüggés vizsgálatából tudtunk meg, ahol az analitikai jel állandósul (MOPS: 2 óra, HEPES, Tris: 4 óra) – sorban megmértem a mintákat. A kalibráció hullámhosszán mért abszorbanciáknak vettük a szórását ($s_{vak}=0,0023-0,0027$) és ennek megfelelően számoltuk az LOD-t és LOQ-t, felhasználva a lineáris tartomány analitikai *érzékenységét* (amit a dolgozatban néhol összekevertem a dinamikus tartománnyal). A méréseink legfontosabb analitikai jellemzőit a megjelent cikk táblázatosan tartalmazza (1. táblázat). Formai okok miatt a cikkben ppb helyett ng/g, ppm helyett µg/g egységek szerepelnek.

1. táblázat - A 3 pufferrendszerrel elért analitikai teljesítményjellemzők telített NaCl oldatos közegben, [1] alapján

	HEPES	MOPS	Tris
Kimutatási határ	1,8 ppb	2,0 ppb	1,9 ppb
Meghatározási határ	5,9 ppb	6,8 ppb	6,3 ppb
Érzékenység, S	3,846 ppm ⁻¹	3,911 ppm ⁻¹	4,001 ppm ⁻¹
Moláris abszorpciós koefficiens, ϵ	$1,39 \cdot 10^5$ dm ³ mol ⁻¹ cm ⁻¹	$1,42 \cdot 10^5$ dm ³ mol ⁻¹ cm ⁻¹	$1,45 \cdot 10^5$ dm ³ mol ⁻¹ cm ⁻¹
Lineáris tartomány	5,9–469 ppb	6,8–470 ppb	1,9–349 ppb

A dolgozat 14. oldalán található egy hivatkozás, miszerint *Shokrollahi* és munkatársai korábban DTAB-ra 584 nm-en mérve 0,14 ppb-s kimutatási határt állapítottak meg [4]. Ezt ők azonban sómentes vízben mérték, a mi módszerünk viszont telített NaCl oldatra lett optimalizálva, így lehetséges, hogy esetünkben a kimutatási határ alacsonyabb lett, a korábbi ecetsavas pufferre 2,5 ppb (LOQ: 8,4 ppb), míg a vizsgált 3 új, biológiai pufferrendszerre 1,8–2,0 ppb adódott [1].

A szedimentációs kísérletek elméleti alapjait annyival egészíteném ki kolloidkémiai szempontból, hogy az alumínium pH 4–10-es tartományban kolloidális csapadékot, enyhén savas környezetben stabil szolt képez, mivel a részecskék felszínén adszorbeált ionok stabilizáló hatással bírnak. Ebből az alumínium nem tud leülepedni, szemben az enyhén bázikus közeggel, ahol ez a stabilizáló hatás már nem érvényesül, így a szedimentáció már kedvező folyamat lesz [2]. Megfigyelték továbbá, hogy ipari bázikus sólében Mg(OH)₂ és egyéb ásványok [5] jelenléte elősegítheti az ülepedési folyamatot azáltal, hogy kiváló nukleációs helyként szolgálnak az alumínium számára [2]. Témavezetőim további kísérletei ennek az együttes leválásos (koprecipitációs) jelenségnek a vizsgálatára irányultak.

Referenciák, hivatkozások:

- [1] Csorba B., Farkas L., Csécsi M., Mika L.T., Gresits I.L. **Facile Determination of Aluminum Content in Industrial Brine by Investigating the Effects of Buffer Systems.** *ChemistryOpen*, 13(12):e202400038. (2024) DOI: [10.1002/open.202400038](https://doi.org/10.1002/open.202400038)
- [2] Csorba B., Farkas L., Csécsi M., Hórvölgyi Z., Szabó T., Madarász J., Mihalkó A., Keresztes Zs., Boros R.Zs., Gresits I.L. **Removal of aluminum content of concentrated salt solutions by precipitation, coagulation and sedimentation.** (*Chemical Papers*-be benyújtott, 2024) azonosító: CHPA-D-24-01673
- [3] <https://www2.sci.u-szeged.hu/inorg/Segedanyag%20-%20Alapfogalmak.pdf> (2024.12.23.)
- [4] A. Shokrollahi, M. Ghaedi, M. S. Niband, and H. R. Rajabi, *J. Hazard. Mater.*, vol. 151, no. 2–3, pp. 642–648 (2008) doi: [10.1016/J.JHAZMAT.2007.06.037](https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2007.06.037)
- [5] Luo X, Wei C, Li X, Deng Z, Li M, Fan G (2022) Optimization of NaOH–Na₂CO₃ brine purification method: From laboratory experiments to industrial application. *Sep Purif Technol* 296:121367. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.121367>