

Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában II.

SZABÓ ANDRÁS, BOGÁNC S JÁNOS, MIHÁLYI ÉVA
Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Győr

Bevezetés

Dolgozatunk I. részében (1) az aktivációs analízis elvi alapjait, a mérés technikáját, az eredmények kiértékelését s az utóbbi évek néhány fontosabb kutatási-alkalmazási területét ismertettük. Jelen közleményünkben egy konkrét mérési feladat leírása kapcsán bemutatjuk a neutronaktivációs analízis élelmiszerkémiail vizsgálatokra történő alkalmazhatóságát.

A vizsgálat célja

Méréseink során szárított konzervparadicsom egyes makro- (K, Na, Cl) és mikroelemeinek (Br, Mn, Cu, Zn, As, Sb, Au) neutronaktivációs mérés technikával történő meghatározását végeztük el.

A vizsgálat célja kettős volt. Részben a Magyarországon élelmiszeranalízis céljaira még nem használt neutronaktivációs analízis ilyen irányú alkalmazhatóságának vizsgálata, részben pedig a szárított paradicsom fémtartalmának olyan szempontból történő vizsgálata, hogy a mért fémtartalom-koncentrációk megfeleljen-e a szabvány (2) előírásainak. A vizsgált elemek közül a szabvány a Cu, a Zn és az As tartalomra vonatkozóan tartalmaz előírást.

Anyag és módszer

Vizsgálatra szárított paradicsomkészítmények kerültek. A vizsgálandó elemek közül a brómot rövid idejű (30 perc) felaktiválás, a káliumot, a nátriumot, a klórt, a cinket, a rezet, az aranyat, az antimont és az arzént hosszú idejű (8 óra) felaktiválás után mértük. A mangánt rövid és hosszú ideig történő besugárzás után is meghatároztuk. Azt, hogy egy elemet rövid vagy hosszú ideig történő felaktiválás után célszerű mérni, a neutronbefogási hatáskeresztmetszet és a felezési idő alapján döntöttük el. A meghatározásokra alapul vett magreakciók főbb jellemzőit az 7. táblázat mutatja (3)

A minták besugárzására a Budapesti Műszaki Egyetem Atomreaktorában került sor. A kb. 0,5 g tömegű, polietilénbe csomagolt, pasztillázott mintákat csőposta segítségével juttattuk a besugárzó térbe, ahol a termikus neutronfluxus $2 \cdot 10^{11} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ volt.

A vizsgálandó elemek mennyiségi meghatározását ismert koncentrációjú oldatokból készített standardokkal (ill. ezek aktivitásával) való összehasonlítás alapján végeztük. A vizsgált elemek meghatározott vegyületeinek oldatait szűrőpapírra vittük fel, amelyet beszárítás után a mintákhoz hasonlóan polietilénbe csomagolva, majd kéziprésrel pasztillázva a mérendő mintákkal azonos helyen sugároztunk be. A fluxusingadozás korrekcióba vételére Cu-monitor szolgált.

A magreakciók főbb jellemzői

| Elem | Magreakció | Izotópelőfordulás (%) | Hatás-keresztmetszet (barn) | Felezési idő | A γ sugárzás jellemző energiája (MeV) |
|------|---|-----------------------|-----------------------------|--------------|--|
| Na | $^{23}\text{Na}/n, \gamma$ ^{24}Na | 100,0 | 0,54 | 15,0 h | 1,368 2,754 |
| Cl | $^{37}\text{Cl}/n, \gamma$ ^{38}Cl | 24,5 | 0,0006 | 37,5 min | 1,600 2,168 |
| K | $^{41}\text{K}/n, \gamma$ ^{42}K | 6,9 | 1,20 | 12,5 h | 1,525 |
| Mn | $^{55}\text{Mn}/n, \gamma$ ^{56}Mn | 100,0 | 13,3 | 2,6 h | 0,845 |
| Cu | $^{63}\text{Cu}/n, \gamma$ ^{64}Cu | 69,1 | 4,5 | 12,8 h | 0,511 |
| Zn | $^{68}\text{Zn}/n, \gamma$ ^{69}Zn | 18,6 | 1,1 | 13,8 h | 0,439 |
| As | $^{75}\text{As}/n, \gamma$ ^{76}As | 100,0 | 5,4 | 26,5 h | 0,558 |
| Br | $^{79}\text{Br}/n, \gamma$ ^{80}Br | 50,5 | 8,4 | 18,0 min | 0,616 |
| Sb | $^{121}\text{Sb}/n, \gamma$ ^{122}Sb | 57,3 | 6,8 | 2,8 d | 0,564 |
| Au | $^{197}\text{Au}/n, \gamma$ ^{198}Au | 100,0 | 98,0 | 2,7 d | 0,412 |

A felaktivált minták aktivítását KFKI NTA 512B típusú 1024 csatornás analizátorhoz kapcsolt 2 keV felbontóképességű Ge(Li) detektorral mértük. A mérési idő 500 sec volt. Energiakalibrációra ^{22}Na sugárforrás szolgált.

Vizsgálati eredmények és ezek értékelése

Mérési eredményeinket a 2. táblázat tartalmazza. A táblázatban csak a párhuzamos mérések átlagos értékeit tüntetjük fel. A parallel mérések között a K, a Na és a Cl esetében $\pm 2\%$ -nál, a Cu, a Zn, a Mn és a Br esetében $\pm 10\%$ -nál kisebb volt az eltérés. A rövid és hosszú idejű felaktiválással meghatározott Mn tartalmak között 20%-nál kisebb volt a különbség. Az As, az Sb és az Au koncentráció meghatározás során azonban a párhuzamos mérések közötti eltérés esetenként meghaladta az 50%-ot is, ami arra utal, hogy az általunk alkalmazott mérőrendszer (adott fluxus, besugárzási idő, mintatömeg, adott felbontású és határfokú detektor stb.) ezen elemekre ilyen koncentrációtartományban csupán tájékoztató jellegű mérésekre alkalmas.

A szabvány (2) egyes nehézfémek (Zn, Cu, Pb, As, Sn) tartósított élelmiszerekben megengedhető maximális határértékét tartalmazza. A szárított főzelék- és gyümölcskészítményekre vonatkozóan a határérték rézre és cinkre egyaránt 20 mg/kg, tehát megállapítható, hogy a paradicsomminták a réz- s a cinktartalom szempontjából szabványosak voltak. Ugyanez vonatkozik az arzéntartalomra is, hisz látható, hogy a szabványban 1,0 mg/kg koncentrációban rögzített maximális értéknél mérési adataink szerint a szárított paradicsom arzéntartalma nagyságrendileg kisebb.

A paradicsom általunk is vizsgált nehézfém mikroelem tartalmáról a 3. táblázat közül néhány összehasonlító irodalmi adatot. A táblázatos értékek friss paradicsomra vonatkoznak, tehát itt figyelembe kell venni, hogy a natív állapotú paradicsom víztartalma mintegy 80–90%. Megemlítjük, hogy a (4) és (7) irodalom atomabszorpció, az (5) és (6) pedig spektrofotometriás mérés technikával kapott vizsgálati adatokat ismertek.

Mérési eredményeink megbízhatóságának igazolására néhány elemre egy ismert összetételű standard biológiai minta analízisét is elvégeztük. A biológiai standard különböző gyümölcsfák leveleiből készült szárítással majd őrléssel, s az őrlemény összetételét neutronaktivációs analízissel határozták meg (8). Mérési módszerünk helyességét igazolja, hogy az általunk nyert vizsgálati adatok a megadott értékekkel jó egyezést mutattak. Az összehasonlító adatok a 4. táblázatban láthatók.

A szárított paradicsomban mért koncentrációk

| Minta- szám | Száras- anyag- tartalom (%) | K | Cl | Na | Br | Mn | Au | Cu | Zn | Sb | As |
|----------------|--------------------------------------|--------|-------|-------|------|------|-------|-----|------|-------|-------|
| | | mg/kg | | | | | | | | | |
| 1 | 87,3 | 32 473 | 4 803 | 548 | 53,2 | 8,3 | 0,003 | 6,1 | 6,0 | 0,067 | 0,047 |
| 2 | 85,6 | 57 904 | 8 655 | 440 | 56,8 | 13,9 | 0,005 | 8,2 | 15,0 | 0,004 | 0,023 |
| 3 | 87,9 | 40 781 | 4 957 | 653 | 52,4 | 9,2 | 0,016 | 5,4 | 8,8 | 0,005 | 0,038 |
| 4 | 82,2 | 45 008 | 8 149 | 1 856 | 47,3 | 14,4 | 0,001 | 8,1 | 9,9 | 0,009 | 0,143 |
| 5 | 87,1 | 44 579 | 5 149 | 692 | 41,0 | 8,8 | 0,002 | 5,4 | 6,7 | 0,067 | 0,005 |
| átlag | 86,0 | 44 149 | 6 343 | 838 | 50,1 | 10,9 | 0,005 | 6,6 | 9,3 | 0,030 | 0,051 |

3. táblázat

Egyes mikroelemek koncentrációja a paradicsomban

| Zn | Cu | Mn | Irodalmi hivatkozás |
|------------------------|------|------|------------------------|
| mg/kg friss paradicsom | | | |
| 1,4 | 0,50 | 0,40 | 4 |
| 1,5 | 0,55 | 0,63 | 5 |
| 0,6 | 0,40 | 1,30 | 6 |
| 1,2 | 0,53 | 0,98 | 7 |

4. táblázat

A standard minta mérési adatai

| Elem | Koncentráció mg/kg | |
|----------|--------------------|---------------|
| | saját mérés | irodalmi adat |
| Na | 83,6 | 82 ± 6 |
| Cl | 675 | 700 ± 30 |
| K | 15 900 | 14 700 ± 300 |
| Mn | 87,9 | 91 ± 4 |

A vizsgálati eredményeket összefoglalva megállapítható, hogy a neutronaktívációs analízis számos elemre kielégítő pontossággal alkalmazható az élelmiszerkémiában elemi összetétel meghatározására. Paradicsomvizsgálataink alapján megállapítottuk, hogy a vizsgált minták a fémtartalom megengedhető határértéke szempontjából szabványosak voltak, azaz Cu, Zn és As tartalmuk kisebb volt a szabványban rögzített maximális értéknél.

I R O D A L O M

- (1) Szabó A., Bogács J., Gundorin N., Kovács Z.: ÉVIKE, 23, 224, 1977.
- (2) MSZ 3612/10. Tartósított élelmiszerek. Fémtartalom megengedett mértéke.
- (3) Szabó E., Simonits A.: Aktivációs analízis. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1973.
- (4) L. Szotyori K., Eutropia L.: ÉVIKE, 20, 327, 1974.
- (5) Tölgyesi Gy.: A növények mikroelem tartalma és ennek mezőgazdasági vonatkozásai. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1969.
- (6) Schormüller J. (Red.): Handbuch der Lebensmittelcheime. Springer Verlag, Berlin – Heidelberg – New York, 1968.
- (7) Szelezky A. M.: ÉVIKE, 23, 202, 1977.
- (8) LaFleur P. D.: J. Radioanal. Chem., 19, 227, 1974.