Tejek fémtartalmának lángspektrometriás meghatározása közvetlen beporlasztással, detergensek felhasználásával

SEBESTYÉN RÓBERT*, SUDÁR EMILNÉ** és TORMA TIBOR***

Érkezett: 1987. szeptember 7.

* Megyei Állategészségügyi és Élelmiszerellenőrző állomás, Győr
** Megyei Állategészségügyi és Élelmiszerellenőrző Állomás, Pécs
*** Kisfaludy Károly Mgtsz, Tét

A tejek fémtartalmának meghatározása többféle okból válhat szükségessé, mégpedig:

- Táplálkozástudományi szempontból:
  Az emberi szervezet ásványi tápanyag-ellátásában a tej komoly szerepet játszik. Arról, hogy 1 liter tej a napi ásványi tápanyag-szükségletnek mekkora hányadát biztosítja, eltérnek a vélemények (1–10), de megegyeznek abban, hogy a tej jelentős kalcium-, kálium- és cinkforrás.
- Élelmezésegészségügyi (toxikológiai) szempontból:
  A 8/1985. (X. 21.) Eü.M. számú rendelet az esszenciális mikroelemek közül a rézre és a cinkre határértéket állapít meg (11). A tejek réz- és cinktartalma a határérték körül változik.
- Állategészségügyi szempontból:
  Már szubklinikai tőgy-funkciózavarok esetén megemelkedik a tej nátriumtartalma, ill. csökken a káliumtartalma. Meghatározásuknak kielégítő labordiagnosztikai jelentősége van (12).
- Tehnológiai (feldolgozási és tárolási) szempontból:
  Ac ásványi alkotórészek fontos szerepet játszanak a tej szerkezetének és minőségének kialakításában. A kalciumion-tartalomtól függ a kazeinkomplex mérete; a zsírgolyócskákat körülvevő fehérjeréteg és hidrátburok között réz- és vasionok vannak (13).
  A tej réztartalmának (és vastartalmának) a lipidoxidációban van jelentősége a tárolás és feldolgozás során (14–16).

Az élelmiszerek fémtartalmának meghatározása az utóbbi időben egyre gyakrabban atomspektroszkópai módszerekkel történik; az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Hálózatban – a felszereltséget figyelembe véve – lángspektrometriás módszerekkel lehetséges. Az alkáli- és alkáliföldfémek lángfotometriás és atomabszorpciós, a mikroelemek elsősorban atomabszorpciós módszerrel határozhatók meg. Korszerűnek azok a módszerek számítanak, amelyek – az analízis idejének lerövidítése, valamint a szennyezések vagy veszteségek kockázatának csökkentése érdekében – a lehető legkevesebb minta-előkészítést alkalmazzák (17–18).

Friss tejet közvetlenül is lehet vizsgálni, ha a kalibrációs görbét ennek megfelelően vesszük fel (19). A lehető legkevesebb előkészítést a hígítás jelenti.

Rebmann és Höth (20) vizes hígítás után alkálifémeket és alkáliföldfémeket határozott meg tejben lángatomabszorpciós módszerrel. Ugyancsak vizes hígítást ajánl Rowe (16) tejben levő alkálifémek és alkáliföldfémek lángatomabszorpciós meghatározására. Bende és Szabó (21) tejek kálium- és kalciumtartalmát határozta meg vizes hítítás után, lángfotometriás módszerrel. Az alkálifémek (Na, K) és

alkáliföldfémek (Ca, Mg) viszonylag nagy koncentrációban vannak jelen a tejben, így nagyobb hígítás után is meghatározhatók. A nagy hígítás ugyanakkor kedvezően megváltoztatja az oldatnak azokat a fizikai jellemzőit, amelyek nagymértékben befolyásolják az atomabszorpciós spektrofotométer pneumatikus porlasztójának folyadék-felvételi sebességét, valamint a porlasztási hatásfokot (a cseppecskék méretelosztását).

A folyadékfelvételi (vagy mintafelvételi) sebességet az oldat fizikai jellemzői közül elsősorban a viszkozitás (a Poiseuille-egyenlet értelmében), a porlasztási hatásfokot pedig az oldat sűrűsége, felületi feszültsége és viszkozitása (a Nukyiama-Tanasawa-egyenlet értelmében) határozza meg (22–27). Az említett fizikai tulajdonságok mindegyike hőmérsékletfüggő, tehát a kalibrációs oldatok és mintaoldatok hőmérsékletének meg kell egyeznie (26, 28). A különböző eredetű tejek viszkozitása és felületi feszültsége egymástól kismértékben, a vízétől jelentős mértékben eltér (8, 9, 29).

A tejben olyan kis mennyiségben jelenlevő elemek esetén, mint a cink, a réz és a vas, a tej viszkozitásának és felületi feszültségének közelítése a vízéhez hígítás útján nem érhető el, mert koncentrációjuk a kimutatási határ alá csökkenne. Ezért ezeknek az elemeknek a koncentrációját lángatomabszorpciós módszerrel általában hamvasztás (és esetleg extrakciós dúsítás) után határozzák meg (16, 20, 23–25). A tejek réz-, cink- és vastartalmának minimális minta-előkészítés utáni lángatomabszorpciós meghatározása bizonyos detergensoldatokkal végzett csekély hígítás alkalmazásával valósítható meg. Arpadjan és mtsai (30, 31) tejek cink-, réz- és vastartalmát, valamint tejporok cink-, mangán-, réz- és vastartalmát határozták meg ezzel a módszerrel. Feltételezésük szerint a detergensek hatása nem csak a tejzsíroldó hatásból adódik, mivel ebben az esetben minden detergens alkalmas lenne a felhasználásra. A detergensek maguk is részt vesznek a mintaatomizálás folyamatában és biztosítják a fémionok tökéletes atomizálását, tekintet nélkül azoknak a tej biológiai alkotórészeihez kötődési formájára. A lángspektrometriás meghatározások során szokásosan előforduló zavaró hatások közül a foszfát, és fehérje által okozott kémiai zavaró hatással kell számolnunk a kalciumtartalom meghatározásakor.

A foszfátzavarást lantán, stroncium vagy EDTA hozzáadásával, a fehérjék zavaró hatását biológiai mintákban EDTA hozzáadásával küszöböljük ki (20, 22–25, 32–34). Munkánk során különböző eredeti tejek nátrium-, kálium-, magnézium-, kalcium-, cink-, réz- és vastartalmát határoztuk meg lángspektrometriás módszerrel, különböző detergensek felhasználásával. Az alkálifémeket lángfotometriás (FES), a többi fémet lángatomabszorpciós (AAS) módszerrel mértük. Összehasonlító módszerként a száraz és nedves hamvasztás után végzett lángspektrometriás meghatározást választottuk. Vizsgálati célkitűzésünk az volt, hogy

- megvizsgáljuk: hogyan változik a tej porlasztási sebessége különböző vizes és detergensoldatokkal végzett hígítás után,
- megvizsgáljuk: befolyásolják-e az egyes detergensek a meghatározandó elemek analitikai érzékenységét (karakterisztikus koncentrációját), ill. a kalibrációs görbe görbületét,
- összehasonlítsuk a közvetlen beporlasztással, valamint az előkészítés után meghatározott fémtartalom-értékeket,
- meghatározzuk különböző eredetű tejek fémtartalmát.

Vizsgálati anyag és módszerek

Három különböző – az emberi fogyasztás szempontjából is szóba jövő – tejfajtát: tehéntejet, juhtejet és kecsketejet választottunk ki vizsgálatra. A humán tej (anyatej) vizsgálatáról a viszonylag nagy mintamennyiség beszerzési nehézsége

miatt le kellett mondanunk. A tehéntejek a téti Kisfaludy Károly Mgtsz Kossuth-telepéről, a juhtejek a bogádi Zengőgyöngye Mgtsz perekedi juhtelepéről, a kecsketejek téti háztáji gazdaságokból származtak. Fajtánként 5–5 minta vizsgálatát végeztük el.

A közvetlen beporlasztással végzett meghatározásokhoz az alábbi hígítóoldatokat használtuk:

- detergensoldatok:
  Dodecil-benzolszulfonsav Na-sója: 0,3%-os desztillált vizes oldat (DBSA–Na),
  Triton X–100: 0,3%-os desztillált vizes oldat,
  Nonil-fenil-poli(etilénglikol-éter): 0,3%-os desztillált vizes oldat (NPPGE),
  Szaponin: 0,1%-os desztillált vizes oldat.
- desztillált víz.

A cink-, réz- és vastartalmat négyszeres (1 ml tej + 3 ml hígítóoldat), a káliumtartalmat huszonötszörös (1 ml tej 25 ml-re hígítva), a kalcium- és magnéziumtartalmat kétszázötvenszeres (100 μl tej 25 ml-re hígítva), a nátriumtartalmat ezerszeres (100 μl tej 100 ml-re hígítva) hígításból határoztuk meg.

A tejminták nedves roncsolását alapvetően a szabvány szerinti módszerrel (19, 35), HNO_3/H_2SO-/H_2O_2 keverékkel végeztük. A HNO_3 és H_2O_2 nyomait desztillált vizes és (1:1 hígítású) sósavas kiforralással távolítottuk el. 10 ml tej roncsolási maradékát kétszer desztillált vízzel 10 ml-re töltöttük fel; az oldatot műanyag palackban tároltuk. Roncsolási vakoldatot is készítettünk.

A száraz hamvasztáshoz 10 ml tejet mértünk platinatégelybe, infralámpa alatt beszárítottuk, majd gázlángon óvatosan elszenesítettük. A mintákat izzítókemencében 450 °C-on addig izzítottuk, amíg szénszemcséktől mentes hamut nem nyertünk. A hamut 5 ml 1 m HNO_3-ban oldottuk, kétszer desztillált vízzel 10 ml-re töltöttük fel; az oldatot műanyag palackban tároltuk. Roncsolási vakoldatot is készítettünk.

A nedves roncsolási oldatban levő oldhatatlan maradékot szűréssel távolítottuk el, a száraz hamvasztás után kapott oldatban oldhatatlan maradék nem képződött. A roncsolási oldatokból a cink-, réz- és vastartalmat hígítás nélkül, a káliumtartalmat huszonötszörös (1 ml roncsolási oldat 25 ml-re hígítva), a kalcium- és magnéziumtartalmat kétszázötvenszeres (100 μl roncsolási oldat 25 ml-re hígítva), a nátriumtartalmat ezerszeres (100 μl roncsolási oldat 100 ml-re hígítva) hígításból határoztuk meg.

A kalciumtartalom meghatározása során a kémiai zavaró hatásokat közvetlen beporlasztás esetén 1% EDTA, roncsolási oldatok esetén 1% lantán hozzáadásával küszöböltük ki.

A meghatározásokhoz alkalmazott eszközök, a szokásos laboratóriumi felszerelésen kívül:

- mikropipetták
  Justor 1100 VM (Nichiryo Co., Ltd.)
- adagolók
  Accupenser Junior AJ–5, Accupenser Junior AJ–10 (Nichiryo Co., Ltd.)
  Oxford Pipettor 1179501A (Oxford Laboratories)
- atomabszorpciós spektrofotométer
  AAS 1 (Carl Zeiss Jena)
- vájtkatódlámpák
  NARVA CaHK (Narva)
  CATHODEON 3QNY/Mg, CATHODEON 3QNY/Zn, CATHODEON 3UNX/Cu, CATHODEON 3QNY/Fe (Hicol bv)
- laboratóriumi kompenzográf
  OH 814/1 (Radelkis)

Nagy jelentősége van a felhasznált edényzet tisztaságának. Az edényeket mosószeres mosogatás után 1:4 hígítású salétromsavval is el kell mosogatni, majd kétszer desztillált vízzel többször el kell öblíteni.

A kalibrációs sorozatok készítéséhez használt törzsoldatok és a kalibrációs sorozatok koncentrációtartományának adatait, valamint az alkalmazott készülékparamétereket az 1. táblázat foglalja össze.

A roncsolási oldatok méréséhez készített kalibrációs sorozatok tagjainak savkoncentrációjához – lehetőség szerint – a mintaoldatok savkoncentrációjához „illesztettük". A kalcium és magnézium kalibrációs sorozatokhoz minden esetben – megfelelően – hozzáadtuk az 1% EDTA-t, vagy 1% lantánt.

Minden meghatározásnál három párhuzamos mérést végeztünk.

1. táblázat

A törzsoldatok és kalibrációs sorozatok adatai, valamint az alkalmazott készülékparaméterek

	Lángfotometria		Atomabszorpciós spektrofotometria				
	Nátrium	Kálium	Magnézium	Kalcium	Cink	Réz	Vas
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.
Törzsoldat, 1000 μg/ml MERCK Titrisol No.	9927	9924	9949	9943	9953	9987	9972
Kalibrációs sorozat koncentrációtartománya, μg/ml	0–10	0–100	0–1,0	0–10	0–2,5	0–10	0–10
Hullámhosszúság, mm	589,0	766,5	285,2	422,7	213,9	324,8	248,3
Résszélesség, mm	1,00	1,00	0,05	0,034	0,06	0,03	0,06
Lámpaáram, mA	–	–	3,0	3,5	5,0	3,0	7,5
SEV-fokozat	1	4	2	3	5	3	3
Erősítés	2	7	8	8	8	8	8
Időállandó, s	1	1	1	1	1	1	1
Égőfej típusa	Méker	Méker	Háromréses				
Égőfej magassági helyzete	14	14	15	18	12	14	20
Égőfej mélységi helyzete	5	5	5	5	5	5	5
Égőfej szögállása	–	–	0°	0°	0°	0°	0°
Láng átvilágítása	–	–	3x	3x	3x	3x	3x
Levegőmennyiség, l/h	540	540	540	540	540	540	540
Acetilénmennyiség, l/h	80	80	80	100	70	80	100
Szűrő	fehér	piros	–	fehér	–	–	–

2. táblázat

A porlasztó folyadék-felvételi sebessége desztillált víz, hígítatlan, valamint hígított tej esetén, ml/s

	Hígítás				
	nélkül	négyszeres	huszonötszörös	kétszázötvenszeres	ezerszeres
Desztillált víz	0,071				
Tehéntej	0,045				
Tehéntej + Desztillált víz		0,084	0,068	0,078	0,078
Tehéntej + DBSA – Na		0,074	0,080	0,081	0,083
Tehéntej + Triton X – 100		0,080	0,078	0,075	0,077
Tehéntej + Szaponin		0,084	0,077	0,078	0,076
Tehéntej + NPPGE		0,080	0,077	0,076	0,075

3. táblázat

A tehéntej fémtartalma különböző módszerekkel történt meghatározások alapján

Szárazhamvasztás	Nedves roncsolás	Hígítás				
		Desztillált víz	DBSA-Na	Triton X – 100	Szaponin	NPPGE
Na g/l 0,872	–	0,642	–	0,510	–	0,712
K g/l 1,828	1,369	1,385	1,364	1,400	1,395	1,344
Mg g/l 0,144	0,107	0,110	0,106	0,133	–	0,100
Ca g/l 1,530	0,088	1,128	1,214	1,631	1,331	1,185
Fe mg/l 0,928	0,652	0,418	0,636	0,792	0,754	0,782
Cu mg/l 0,218	0,070	0,166	0,230	0,262	0,392	0,390
Zn mg/l 4,36	3,94	4,98	4,51	5,43	6,02	4,75

4. táblázat

A kecsketej fémtartalma különböző módszerekkel történt meghatározások alapján

Szárazhamvasztás	Nedves roncsolás	Hígítás				
		Desztillált víz	DBSA-Na	Triton X – 100	Szaponin	NPPGE
Na g/l 0,414	–	0,306	–	0,214	–	0,438
K g/l 1,745	1,457	1,664	1,587	1,639	1,652	1,650
Mg g/l 0,140	0,119	0,140	0,132	0,123	–	0,116
Ca g/l 1,637	0,169	1,637	1,669	1,783	1,656	1,617
Fe mg/l 1,082	0,684	0,520	0,280	0,490	0,518	0,500
Cu mg/l 0,570	0,570	0,394	0,446	0,554	0,660	0,714
Zn mg/l 4,76	5,73	6,84	4,74	5,61	5,80	6,22

Vizsgálati eredmények

Az atomabszorpciós spektrofotométer pneumatikus porlasztójának desztillált vízre, hígítatlan, valamint különböző hígítóoldatokkal hígított tejre vonatkozó folyadékfelvételi sebességét a 2. táblázatban tüntettük fel.

A vizsgált 3 tejfajta különböző módszerekkel meghatározott fémtartalomértékeit a 3 – 5. táblázatban mutatjuk be. A táblázatok minden adata a fajtánként megvizsgált 5 minta (három párhuzamosan mért) eredményének átlagát jelenti.

5. táblázat

A juhtej fémtartalma különböző módszerekkel történt meghatározások alapján

Szárazhamvasztás	Nedves roncsolás	Higítás				
		Desztillált víz	DBSA-Na	Triton X–100	Szaponin	NPPGE
Na g/l 0,596	–	0,460	–	0,824	–	0,560
K g/l 1,816	1,427	1,446	1,364	1,395	1,523	1,430
Mg g/l 0,249	0,186	0,192	0,716	0,193	–	0,184
Ca g/l 3,009	0,260	2,286	2,143	2,339	2,322	2,330
Fe mg/l 1,732	1,652	0,624	0,318	0,606	0,838	0,840
Cu mg/l 0,436	0,332	0,330	0,346	0,456	0,310	0,424
Zn mg/l 5,29	7,17	6,92	5,64	7,67	7,11	7,31

Az eredmények értékelése

Vizsgálati eredményeinket kétszempontos variancia-analízissel értékeltük (36–37), az alábbiak szerint:

- első lépésben minden vizsgált fém esetén kerestük, hogy a kapott fémtartalmat befolyásolja-e az alkalmazott vizsgálati módszer, ill. a tej fajtája;
- második lépésben minden vizsgált fém esetén tejfajtánként kerestük, hogy a kapott fémtartalmat befolyásolja-e az alkalmazott vizsgálati módszer, ill. van-e szignifikáns eltérés az egyedi tejminták esetén. Kiszámítottuk a vizsgálati módszerekre vonatkozó szignifikáns differenciák értékeit.

Kiszámítottuk az egyes meghatározásoknál végzett párhuzamos mérések eredményeinek relatív szórását. Kapott eredményeink alapján a célkitűzésekben feltett kérdésekre vonatkozóan a következő megállapításokat tehetjük:

- A 2. táblázat adataiból látható, hogy a porlasztó folyadék-felvételi sebessége a desztillált vízzel, valamint a különböző detergensoldatokkal különböző mértékben hígított tej esetén nem tér el számottevően a desztillált víz porlasztási sebességétől, viszont a hígítatlan tej porlasztási sebessége szignifikánsan kisebb.
- Az alkalmazott detergensoldatok csak jelentéktelen mértékben befolyásolják a kalibrációs görbék meredekségét (ezáltal az analitikai érzékenységet). A csekély eltérések sokkal inkább a készülék-beállításnak, semmint a detergensoldatok hatásának tulajdoníthatók. Néhány esetben a szokásosan lineáris kalibrációs görbe kissé „elhajlott", ezek az elhajlások azonban nem voltak konzekvensek.
- A különböző módszerekkel meghatározott fémtartalom-értékek között sok esetben jelentős eltéréseket figyelhetünk meg.
  A detergensek közül (nátriumtartalma miatt) a DBSA–Na nem használható nátriumtartalom-meghatározásakor, (kémiai szennyezettsége miatt) a szaponin nem használható nátriumtartalom és magnéziumtartalom-meghatározásakor. A nedves roncsolással előkészített minták nátriumtartalmának meghatározásakor értékelhetetlen eredményeket kaptunk, ennek feltételezhető oka az, hogy nedves roncsolás esetén a kalibrációs sorozat tagjainak savkoncentrációját csaknem lehetetlen a mintaoldatokéhoz „illeszteni". Nedves roncsolással előkészített mintákból nem végezhető kalciumtartalom-meghatározás, mivel a $CaSO_4$ kiválása nagyságrendi alámérést eredményezhet. A $CaSO_4$ kiválása más fémek meghatározása során is okozhat negatív hibát, ugyanis felületén fémionokat adszorbeálhat.

6. táblázat

A különböző tejfajták fémtartalma saját vizsgálataink és irodalmi adatok alapján

	Saját vizsgálat	Sós (1)	Tarján–Lindner (3)	Haenel (4)	Balatoni–Ketting (9)	Plenert Heine (10)	Schormüller (29)	Csapóné–Csapó (39)
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
Tehéntej								
Na g/l	0,677	0,43	0,45	0,48	0,50	0,60	0,50	–
K g/l	1,376	1,60	1,48	1,60	1,50	1,40	1,50	–
Mg g/l	0,106	0,096	0,170	0,120	0,100	0,120	0,100	–
Ca g/l	1,176	1,60	1,20	1,20	1,25	1,25	1,25	–
Fe mg/l	0,709	1,0–3,0	2,0	1,0	–	–	0,3–1,1	–
Cu mg/l	0,298	0,3	0,17	0,1	–	–	0,35	–
Zn mg/l	4,65	3,0–4,0	3,60	3,80	–	–	3,8–5,5	–
Kecsketej								
Na g/l	0,426	0,45	0,80	–	–	0,40	–	0,43 –0,44
K g/l	0,656	1,47	0,50	–	–	1,80	–	1,52 –1,59
Mg g/l	0,128	0,126	0,130	–	–	0,160	–	0,152–0,161
Ca g/l	1,667	1,27	1,30	–	–	1,30	–	1,43 –1,55
Fe mg/l	0,499	7,0	7,0	–	–	–	–	1,75 –2,02
Cu mg/l	0,570	–	–	–	–	–	–	0,53 –0,59
Zn mg/l	5,84	3,0–4,0	–	–	–	–	–	3,57 –3,67
Juhtej								
Na g/l	0,578	–	–	–	–	–	–	–
K g/l	1,412	–	–	–	–	–	–	–
Mg g/l	0,186	–	–	–	–	–	–	–
Ca g/l	2,319	–	1,80	–	–	–	–	–
Fe mg/l	0,727	–	6,0	–	–	–	–	–
Cu mg/l	0,330	–	–	–	–	–	–	–
Zn mg/l	7,24	–	–	–	–	–	–	–

A száraz hamvasztással előkészített mintákból meghatározott fémtartalom-értékek sok esetben szignifikánsan eltértek a többi meghatározás eredményeitől, méghozzá rendszerint pozitív irányban. Ez felhívja a figyelmet az előkészítés során bekövetkező szennyeződés lehetőségére, továbbá arra, hogy a roncsolási oldatokat még műanyag palackban sem célszerű hosszabb időn át tárolni. Ez utóbbi megállapítás a nedves roncsolás roncsolási oldataira is érvényes.

A tejek hígítására alkalmazott detergensoldatok közül a Triton X – 100 esetén mutatkozott legtöbb esetben szignifikáns eltérés, ami azért meglepő, mert a Triton X – 100 és az NPPGE kémiai szerkezete alig tér el egymástól. A detergensoldatok alkalmazása a desztillált vízzel szemben – az eredmények tanúsága szerint – nagyobb hígítások esetén nem jár előnnyel. Kisebb hígítások esetén történő alkalmazásuk előnyét valószínűleg az fedi el, hogy – elsősorban a rézés vastartalom meghatározásakor – az analitikai érzékenység határán kell a méréseket végezni.

A detergensoldatok porlasztási sebességet és porlasztási hatásfokot befolyásoló kedvező hatásukat csak friss, azaz felfölöződéstől mentes tej esetén fejtik ki.

– Az egyes meghatározásoknál végzett párhuzamos mérések eredményeiből számított relatív szórások alapján megállapíthatjuk, hogy az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága – a szubjektív hibákat leszámítva – nem tér el jelentősen egymástól. A relatív szórások értékei a nátrium-, kálium-, magnézium- és cinktartalom meghatározásakor általában 10% (de nagyon sok esetben 5%) alatt vannak. Meghaladják a lángspektrometriás gyakorlatban szokásos 1,5 – 2,0%-os értékeket (26), viszont kielégítik az élelmiszerek fémtartalmának meghatározását leíró szabványokban (38) megadott, általánosnak mondható 10%-os pontosságot.

A vas- és réztartalom jellemzően csak 20 – 30%-os relatív szórással volt meghatározható.

Összefoglalásként megállapíthatjuk, hogy a detergensoldatokkal hígított tejek közvetlen beporlasztásával a friss tejek fémtartalma nagy sorozatban, rövid idő alatt, kielégítő pontossággal meghatározható. A hét fém meghatározásának további egyszerűsítéséhez az analitikai érzékenységeknek a készülékparaméterek módosítása útján történő változtatása látszik járható útnak; elvileg lehetséges, hogy kétféle hígítás elegendő a meghatározáshoz. A vas- és réztartalom meghatározásának pontosságát talán a skálanyújtás alkalmazása javíthatná, ha ezt a jel/zaj viszony alakulása lehetővé teszi. E két utóbbi feltételezés igazolása további vizsgálatokat igényel. Végezetül – a szignifikánsan eltérő eredményeket kiejtve – a 6. táblázatban megadjuk a különböző tejfajták fémtartalmára kapott értékeket, néhány irodalmi adattal összehasonlítva.

IRODALOM

(1) *Sós J.;* Magyar néptáplálkozástan, Magyar Orvosi Könyvkiadó Társulat, 1942., Budapest
(2) *Sós J.;* Népélelmezés. A gyakorló orvos könyvtára, Medicina Könyvkiadó, 1959., Budapest
(3) *Tarján R.– Lindner K.;* Tápanyagtáblázat, Medicina Könyvkiadó, 1978., Budapest
(4) *Haenel, H.;* Energie- und Nährstoffgehalt von Lebensmitteln, VEB Verlag Volk und Gesundheit, 1979., Berlin
(5) *Dworschák E.;* Élelmiszer-tápanyag, Mezőgazdasági Kiadó, 1985., Budapest
(6) *Lindnerné Szotyori K.– Gergely A.;* A magyar lakosság néhány fontosabb nyomelem-ellátottságáról, ÉVIKE 24 (1978) 179 – 187.
(7) *Lindner-Szotyori, K.– Gergely, A.;* Über die Versorgung der ungarischen Bevölkerung mit einigen wichtigen Spurenelementen, Nahrung 24 (1980) 829 – 837.
(8) *Balatoni M.;* Tejipari táblázatok, Mezőgazdasági Kiadó, 1987., Budapest
(9) Tejipari kézikönyv (Szerk.: Balatoni M.– Ketting F.), Mezőgazdasági Kiadó, 1981., Budapest
(10) *Plenert, W.– Heine, W.;* Normalwerte, VEB Verlag Volk und Gesundheit, 1984., Berlin
(11) Élelmiszerek maximálisan megengedhető fémtartalma, Mezőgazdasági és Élelmezésügyi Értesítő 36 (1985) 581 – 582

(12) *Fürll, M.— Garlt, Ch.— Lippmann, R.;* Klinische Labordiagnostik, S. Hirzel Verlag, 1981. Leipzig
(13) Az élelmiszerkémia alapjai (Szerk.: Gasztonyi K.), Mezőgazdasági Kiadó, 1979., Budapest
(14) *Marletta, G. P.— Favretto, L. G.;* Preliminary Investigation on the Balance of Lead and Cadmium Content in Milk and its By-Products, Z. Lebensm. Unters. Forsch. 176 (1983) 32—35.
(15) *Karapetian, J. V.— Badalians, S. A.;* Spectrophotometric Determination of Copper in Milk, J. Dairy Sci. 64 (1981) 130—131.
(16) *Rowe, C. J.;* Food Analysis by Atomic Absorption Spectroscopy, Varian Techtron Pty. Ltd., 1973., Springvale
(17) *Welz, B.— Grobenski, Z.— Melcher, M.— Weber, D.;* AA Techniqus in Food Analysis. Applied Atomic Absorption Spectroscopy No. 18., Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co. GmbH., 1979., Überlingen
(18) *Grobenski, Z.— Schulze, H.;* Moderne Techniken der Atom-Spektroskopie zur Metallspurenbestimmung in Lebensmitteln, GIT Fachzeitschrift für das Laboratorium 24 (1980) 1156—1164.
(19) Élelmiszer-analitika I. (Szerk.: Lásztity R.—Törley D.), Mezőgazdasági Kiadó, 1987., Budapest
(20) *Rebmann, H.— Höth, H.— J.;* Bestimmung von Na, K, Ca, Mg, Cu und Fe in Milch mit einem Atomabsorptionsspektralphotometer, Milchwissenschaft 26 (1971) 411—413.
(21) *Bende E.— Szabó A.;* A tej kálium és kalcium tartalmának közvetlen meghatározása lángfotométerrel, ÉVIKÉ 19 (1973) 77—81.
(22) *Beaty, R. D.;* Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry, Perkin-Elmer & Co., 1978., Norwalk
(23) *Price, W. J.;* Atomabszorpciós spektrometria, Műszaki Könyvkiadó, 1977., Budapest
(24) *Milner, B. A.— Whiteside, P. J.;* Introduction to Atomic Absorption Spectrophotometry, Pye Unicam Ltd., 1981., Cambridge
(25) *Tomcsányi L.;* Atomabszorpciós praktikum, Műszaki Könyvkiadó, 1986., Budapest
(26) *Magyar, B.;* Guide-Lines to Planning Atomic Spectrometric Analysis, Akadémiai Kiadó, 1982., Budapest
(27) Analitikai kémiai kislexikon (Szerk.: Pungor E.), Műszaki Könyvkiadó, 1978., Budapest
(28) *Cresser, M. S.— Browner, R. F.;* Sample Temperature Effects in Analytical Flame Spectrometry, Anal. Chim. Acta 113 (1980) 33—38.
(29) *Schormüller, J.;* Handbuch der Lebensmittelchemie Bd. III./1., Springer-Verlag, 1968., Berlin. Heidelberg. New York
(30) *Arpadjan, S.— Stonajova, D.;* Anwendung von Detergentien zur direkten Bestimmung von Fe, Zu und Cu in Milch mit Hilfe der Flammen-Atomabsorptions-Spektralphotometrie, Fresenius Z. Anal. Chem. 302 (1980) 206.
(31) *Arpadjan, S.— Nakova, D.;* Direkte Bestimmung von Eisen, Zink, Kupfer und Mangan in Milchpulver durch Atomabsorption, Nahrung 25 (1981) 359—363.
(32) *Whiteside, P. J.— Milner, B. A.;* Atomic Absorption Data Book, Pye Unicam Ltd., 1981., Cambridge
(33) Datenblätter für die Atom-Absorptions-Flammenanalyse, 32-A 635/636, VEB Carl Zeiss Jena
(34) *Koch, O. G.— Koch-Dedic, G. A.;* Handbuch der Spurenanalyse, Springer-Verlag, 1974., Berlin. Heidelberg. New York
(35) MSZ 3612/1—76 Tartósított élelmiszerek fémtartalmának meghatározása. Előkészítés és roncsolás
(36) *Ezekiel, M.— Fox, K. A.;* Korreláció- és regresszió-analízis, Közgazdasági és Jogi Könyvkiadó, 1970., Budapest
(37) *Juvancz I.— Paksy A.;* Orvosi biometria, Medicina Könyvkiadó, 1982., Budapest
(38) MSZ 279 Élelmiszerek fémtartalmának meghatározása
(39) *Csapó J.-né— Csapó J.:* A kecsketej fehérjetartalma, fehérjeösszetétele és makro- és mikroelem-tartalma. III. A kecsketej makro- és mikroelem-tartalma, Tejipar 33 (1984) 69—73.

TEJEK FÉMTARTALMÁNAK LÁNGSPEKTROMETRIÁS MEGHATÁROZÁSA KÖZVETLEN BEPORLASZTÁSSAL, DETERGENSEK FELHASZNÁLÁSÁVAL

Sebestyén R., Sudár E.-né és Torma T.

A szerzők különböző tejfajták Na-, K-, Mg-, Ca-, Zn-, Cu- és Fe-tartalmát határozták meg desztillált vízzel, valamint különböző detergensoldatokkal hígított tejek közvetlen lángba porlasztásával. Eredményeiket száraz és nedves hamvasztás után végzett lángspektrometriás meghatározások eredményeivel hasonlították össze. Vizsgálataik alapján megállapították, hogy az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága nem tér el jelentősen egymástól. A meghatározási pontosság — a réz- és vastartalom meghatározását leszámítva — kielégíti az élelmiszerek fémtartal-

mának meghatározását leíró szabványokban támasztott követelményeket. A közvetlen beporlasztással végzett meghatározások előnye, hogy a minta nem szennyeződik az előkészítés során, nem lépnek fel veszteségek, valamint a meghatározások nagy sorozatban, rövid idő alatt elvégezhetők.

FLAME-SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF METAL CONTENT IN MILKS WITH DIRECT INJECTION USING UP DETERGENTS

Sebestyén, R., Sudár, E. and Torma, T.

The authors determine sodium-, potassium-, magnezium-, calcium-, zinc-, copper- and iron-content of milks of various sorts which were diluted with destilled water and different detergents using up direct injection to flame. They compary results with data of flame-spectrophotometric determination which were done after dry and wet ashing. The authors established of the different methods don't differs widely. Rhe accuracy of the determinations suits the specifications of metal content for food products with the exception of copper- and iron-content. The adventage of determination using up direct injection: the sample doesn't get dirty during the process, there aren't losses and the determinations can be made in large series under short time.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ МЕТОДОМ ПЛАМЕННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С НЕПОСРЕДСТВЕННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ И С ПРИМЕНЕНИЕМ ДЕТЕРГЕНТОВ

Р. Шебештьен, Э. Шудар и Т. Торма

Авторы определяли содержания Na, K, Mg, Ca, Zn, Cu и Fe в различных видах молока с дистилированной водой, а также в разбавленном различными растворами детергентов молоке, используя непосредственное распыление анализируемых проб в пламя прибора. Полученные ими данные испытаний сравнивались с данными полученными при пламенной спектрометрии проб после сухого и мокрого озления последних.

На основе результатов испытаний было установлено, что ненадежность проведения отдельных методов не отличается в значительной мере друг от друга. Точность определения – без учета определения содержания меди и железа – удовлетворяет требования, установленные в стандартах на методы определения содержания металлов в пищевых продуктах. Преимущество испытаний, проведенных с использованием непосредственного распыления состоит в том, что исключается загрязнение пробы при ее подготовке к анализу, отсутствуют потери возникающие при проведении анализа, а также короткое время проведения определения делает возможным серийное проведение сипытаний.

FLAMMENSPEKTROPHOTOMETRISCHE BESTIMMUNG DES METALLGEHALTES VON MILCH DURCH DIREKTE BESTÄUBUNG UND UNTER ANWENDUNG VON DETERGENTEN

Sebestyén, R. und Mitarbeiter

Verfasser haben den Na-, K-, Mg-, Ca-, Zn-, Cu- und Fe-Gehalt von verschiedenen Milchsorten durch Einstäbung der mit aqua dest. und mit verschiedenen Detergentenlösungen verdünnten Milch bestimmt. Die erhaltenen Ergebnisse wurden

mit den Ergebnissen der nach der trockenen naßen Veraschung durchgeführten flammenspektrometrischen Bestimmungen verglichen. Auf dieser Grundlage wurde festgestellt, daß sich die Durchführungsunsicherheiten der einzelnen Methoden voneinander nicht wesentlich unterscheiden. Die Genauigkeit der Bestimmung erfüllt – außer der Bestimmung des Cu- und Fe-Gehaltes – die Forderungen der Standards. Der Vorteil der durch die direkte Bestäubung durchgeführten Bestimmungen besteht darin, daß die Probe bei der Vorbereitung nicht verunreinigt wird, keine Verluste auftreten sowie die Bestimmungen in Serie und in kurzer Zeit durchgeführt werden können.

Szakmai hírek I.

Az MTA–MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottságának Élelmiszeranalitikai Munkabizottsága 1988. január 7-én a Budapesti Műszaki Egyetem Általános és Analitikai Kémiai Tanszékén tartotta legutóbbi tudományos ülését.

A tudományos ülés napirendje a következő volt:

1. *Pungor Ernő*, akadémikus: A BME Általános és Analitikai Kémiai Tanszékének tudományos kutatási tevékenysége
2. *Veress Gábor:* A számítástechnikai csoport élelmiszerminősítéssel kapcsolatos kutatásai különös tekintettel az alakfelismerő módszerek alkalmazására
3. *Csonka Gábor, Veress Gábor:* Számítógépes laboratóriumi információs rendszer
4. Az Általános és Analitikai Kémiai Tanszék megtekintése
5. *Tóth Mihály:* Beszámoló a „Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfiás (HPLC-s) módszerek fejlesztése és alkalmazása az élelmiszeranalitikában" c. tudományos ülésről
6. *Molnár Pál:* Az Élelmiszeranalitikai Munkabizottság 1987. évi tevékenysége, valamint 1988. évi munkaterve
7. *Biacs Péter:* Az Élelmiszeranalitikai Munkabizottság alapokmánya, a munkacsoportok megalakítása és a koordinátorok felkérése

Pungor Ernő, akadémikus kifejtette, hogy a tanszék 150 munkatársa, akiknek több mint 1/3-a diplomás, 7 teamban és az innovációs műhelyben dolgozik. A fenntartási költségek (évente kb. 50 m Ft) nagyobb részét (évente kb. 35 m Ft-ot) külső megbízásból fedezik. A rendelkezésre álló műszerek értéke 150 m Ft (hozzávetőlegesen 3 millió dollár), melyek egy része a tanszék produktuma (évente 2–5 a szakmai világ által is elfogadott műszer). Pungor akadémikus a kutatócsoportok tevékenységét röviden a következők szerint vázolta:

1. *Elektroanalitika*
   Az ionszelektív elektródok kutatásában elért jelentős eredményeket a széles körű nemzetközi kapcsolatok és az évente több mint 30 publikáció igazolja. Közel állnak a jellétrehozás mechanizmusának teljes felderítéséhez. Ez a team kezdett el foglalkozni az áramló rendszerek (flow injection) kutatásával, itt dolgozták ki pl. az áramlásos titrálást is.
2. *Szerves analitika*
   Elsősorban szolgáltatás jelleggel évente átlagosan 500–600 vegyület szerkezetének felderítését végzik el. Az évenként megjelenő publikációk száma ezen a területen is megközelíti a 30-at.