

Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában III.

SZABÓ S. ANDRÁS* és GUNDORIN A. NIKOLAJ**

* Mezőgazdasági és Élelmezéstudományi Minisztérium, Budapest

** Egyesített Atomkutató Intézet, Neutronfizikai Laboratórium, Dubna, Szovjetunió

Érkezett: 1981. március 19.

Bevezetés

Közleményünk első részében (1) az aktivációs analízis elvi alapjait, a sugárforrásokat, a mérés technikát s néhány fontosabb alkalmazási, kutatási területet ismertettünk. A dolgozat második részében (2) pedig szárított paradicsomminták egyes mikroelemeinek aktivációs módszerrel történő vizsgálata alapján bemutattuk az aktivációs eljárás élelmiszerkémiai jellegű mérésekre való alkalmazhatóságát. Jelen cikkünkben egy klasszikus neutronaktivációs eljárást ismertetünk, amely lehetőséget nyújt a vizsgált állati eredetű minták (izom, vér, máj, lép, velő, csont) K-, Na-, Ca-, Mg-, Cl- és P-tartalmának gyors, roncsolásmentes meghatározására.

Alapvető célként azt tűztük ki, hogy kidolgozzunk egy olyan gyors, roncsolásmentes neutronaktivációs módszert, amely az adott körülmények között lehetővé teszi ezen makroelemek elfogadható pontosságú meghatározását úgy, hogy felaktiválás után egy mérésből mind a hat elem koncentrációja mérhető legyen (3)

Anyag és módszer

A vizsgált minták mérésére a dubnai Atomkutató Intézet Neutronfizikai Laboratóriumának IBR-30 elnevezésű reaktorán került sor. A minták – amelyeket előzőleg szublimációs berendezésben szárítottunk – polietilén fóliában kerültek besugárzásra. Megjegyezzük, hogy az aktivációs analitikai gyakorlatban a minták csomagolására a polietilénen kívül gyakran kvarcfoliát is alkalmaznak. Egy-egy minta tömege $\sim 0,5$ g volt.

Miután egy mérésből kívántuk meghatározni mind a hat elem koncentrációját, így minden elemre nem lehetett optimális besugárzási, ill. hűtési időt – a besugárzás befejezése s a mérés megkezdése közötti idő – választani, hisz a keletkezett radioaktív izotópok felezési ideje – mint ezt az 1. táblázat mutatja – nagyon különböző. A kísérleti optimalizálás eredményei alapján 15 percnél választottuk a besugárzási és mérési időt is, a hűtési idő pedig 30 másodperc volt. Ezen idő alatt jutott el a besugárzott minta a reaktor aktív zónájából csőposta segítségével a mérőhelyre.

Az aktív zónában a termikus és gyors neutronok együttes fluxusa $3 \times 10^{10} \text{ n} \times \text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ volt. Az 1. táblázatban megadott valamennyi (n, γ) reakció termikus neutronokra játszódik le, míg a foszfortartalom meghatározására szolgáló (n, α) reakció gyors neutronokra. Hasonló reakciókat használtak fel élelmiszerminták

Na-, K-, Ca-, Cl-, Mg-tartalmának neutronaktivációs meghatározására *Tanner és Friedman* (4) valamint *Schelenz* (5) is. Fluxusmonitorként rézfóliát alkalmaztunk, a $^{63}\text{Cu}/n, \gamma/^{64}\text{Cu}$ magreakció felhasználásával (1. táblázat).

1. táblázat

A Na-, Mg-, P-, Cl-, K- és Ca-meghatározására szolgáló magreakciók és főbb jellemzőik¹

Elem	Magreakció	Izotóp-előfordulás (%)	Hatáskeresztmetszet (barn)	Felezési idő	Jellemző γ energia (MeV)
Na	$^{23}\text{Na}(n, \gamma)^{24}\text{Na}$	100,0	0,53	14,9 h	1,37
Mg	$^{26}\text{Mg}(n, \gamma)^{27}\text{Mg}$	11,2	0,027	9,5 min	0,84
P	$^{31}\text{P}(n, \alpha)^{28}\text{Al}$	100,0	0,001	2,3 min	1,78
Cl	$^{37}\text{Cl}(n, \gamma)^{38}\text{Cl}$	24,5	0,43	37,3 min	1,64
K	$^{41}\text{K}(n, \gamma)^{42}\text{K}$	6,8	1,3	12,4 h	1,53
Ca	$^{48}\text{Ca}(n, \gamma)^{49}\text{Ca}$	0,19	1,1	8,5 min	3,08

A mennyiségi kiértékelést etalonok segítségével végeztük. A K- és Cl-tartalom mérésére KCl, a Ca mérésére CaO-, a Mg-tartalom meghatározására MgO-, a Na-tartalom meghatározására NaHCO_3 -, a P-tartalom mérésére H_3PO_4 etalon szolgált. A kiértékelő rendszer egy 50 cm³-es 3 keV energiafelbontású Ge (Li) detektorból s egy hozzá megfelelő elektronikus láncsal csatlakozó 4000 csatornás amplitúdó-analizátorból állt. A felvett γ -spektrumok kiértékelésére CDC-6500 típ. számítógép szolgált. A kiértékelést SAMPO program alapján végeztük, amely számítja a vizsgált elem koncentrációjával arányos csústerületet s a mérés hibáját (7).

Vizsgálati eredmények s az eredmények értékelése

A különböző mintákban a vizsgált elemek átlagos koncentrációját a 2. táblázat mutatja. A megadott szórásadatok nem a különböző minták mérési eredményeiből számítható, s az átlagértékhez viszonyított szórást adják, hanem a vizsgálati módszer megbízhatóságára, az egy-egy minta mérési eredményének reprodukálhatóságára utalnak.

Látható, hogy az adott mérési viszonyok között Na és Cl esetében ez 5%, Mg és P esetében 10%, K és Ca esetében 15% körüli érték. (Természetesen csontmintáknál, ahol a Ca-tartalom magas, hisz a csont ásványi anyaga lényegében kalciumfoszfátnak tekinthető, a Ca-ra vonatkozó reprodukálhatóság lényegesen jobb.) A teljes szórás (Steljes) egyébként az analitikai eljárás pontatlanságából (sanal) s az ún. természetes diszperziós szórásból (sterm) adódik (8). Képletszerűen:

$$\text{Steljes} = \sqrt{s_{\text{anal}}^2 + s_{\text{term}}^2}$$

A természetes diszperziós szórás utal az azonos fajtához tartozó állatok azonos testszövetének (pl. különböző eredetű sertésmájminták) többé-kevésbé eltérő kémiai összetételére. A makroelemek esetén ez az eltérés viszonylag kicsi, mikroelemeknél viszont – még az esszenciális mikroelemeknél is – esetenként nagyságrendnyi is lehet (3, 9, 10).

A vizsgált minták Mg-, K-, P-, Cl-, Na- és Ca-tartalma mg/g eredeti anyag egységben

Vizsgált minta	Mg	K	P	Cl	Na	Ca
	mg/g eredeti anyag					
Máj	0,57±0,03	3,22±0,35	3,87±0,25	0,76±0,04	0,51±0,03	0,07±0,02
Izom	0,25±0,02	4,00±0,20	3,50±0,30	0,45±0,03	0,46±0,02	0,10±0,02
Lép	0,17±0,01	4,52±0,50	4,41±0,34	1,32±0,07	0,61±0,03	0,23±0,05
Vér	0,06±0,01	2,10±0,25	0,70±0,15	2,70±0,10	0,18±0,02	0,17±0,05
Velő	0,16±0,03	3,60±0,48	3,70±0,50	1,30±0,07	1,14±0,05	0,76±0,06
Csont	1,66±0,13	1,74±0,11	47±3	1,08±0,05	2,84±0,13	124±7

3. táblázat

Kimutatási határ $10^{10} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
fluxus, s 1 – 1 órás besugárzási,
ill. mérési idő esetén

Elem	Kimutatási határ (g)
K	$2,5 \cdot 10^{-5}$
Na	$4,8 \cdot 10^{-7}$
Ca	$5,2 \cdot 10^{-5}$
Mg	$3,1 \cdot 10^{-5}$
Cl	$1,1 \cdot 10^{-6}$
P	$4,0 \cdot 10^{-4}$

A 3. táblázatban $10^{10} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ fluxusú, s 1 órás besugárzási, ill. mérési időre vonatkoztatva megadjuk a vizsgált hat elemre a kimutathatósági határt az adott geometriai elrendezésű mérőrendszer esetében. Ezt a határt annak alapján számoltuk, hogy akkor fogadtuk el mérhetőnek az aktivitást, ha a felvett spektrumban a csúcs a háttér statisztikus ingadozását legalább háromszor meghaladta. Azaz:

$$A_{\min} \approx 3\sqrt{I_h} \quad \text{ahol:}$$

A_{\min} – minimális impulzusszám a csúcsban

I_h – átlagos háttér impulzusszám

Összegezve az eddig elmondottakat, megállapítható, hogy a neutronaktivációs analízis nagyon jó érzékenységgel használható fel különböző biológiai eredetű – pl. élelmiszer – minták elemi kémiai összetételének roncsolásmentes meghatározására. A növényi és állati eredetű élelmiszerminták kémiai összetételüket tekintve ugyanis főleg hidrogénből, oxigénből és nitrogénből állnak, azaz olyan mátrix-elemekből, amelyek nem aktiválódnak. Így a mátrix adta háttér általában nem magas, az egyes elemekre jellemző csúcsok előzetes kémiai elválasztás nélkül is identifikálhatók.

A leírt neutronaktivációs módszer alapvető előnye, hogy roncsolásmentes, így kémiai jellegű munkát nem igényel – s egy – viszonylag rövid ideig tartó – mérésből több elem koncentrációja egymás mellett is meghatározható. Hátránya természetesen az, hogy nagyon műszerigényes.

A fentiek alapján tehát az aktivációs analitikai jellegű, élelmiszerek kémiai összetételének meghatározására irányuló vizsgálatoknak akkor van létjogosult-

sága, ha már rendelkezésre áll – a nem megfelelően kihasznált, s így szabad kapacitással bíró – mérő- és értékelőrendszer. A neutronaktivációs mérés technikával történő vizsgálatok végzése akkor javasolható, ha viszonylag nagy számú minta többelemes analizisére van szükség. Egyedi vizsgálatok végzésére természetesen továbbra is a már jól bevált kémiai módszerek javasolhatók, a jelen dolgozatban ismertetett makroelemtartalom-mérésekre pl. a lángfotometriás eljárás.

I R O D A L O M

- (1) Szabó, A., Bogáncs, J., Gundorin, A. N., Kovács, Z.: ÉVIKE, 23, 224, 1977.
- (2) Szabó, A., Bogáncs, J., Mihályi, É.: ÉVIKE, 25, 61, 1979.
- (3) Golovanov, M. V. et al.: Primenenie nejtronnogo aktivacionnogo analiza dlja izucsenija nekotorih pokazatelej vodno-szolevogo obmena. Szooobsenie OIJI, 18–12262, Dubna, 1979.
- (4) Tanner, J. T., Friedman, M. H.: J. Radional. Chem., 37, 529, 1977.
- (5) Schelenz, R.: J. Radional. Chem., 37, 539, 1977.
- (6) Szabó, E., Simonits, A.: Aktivációs analizis. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1973.
- (7) Routti, J. T., Prussin, S. G.: Nucl. Inst. Meth., 72, 125, 1969.
- (8) Kiszt, A. A.: Biologicseszakaja rol himicseszkih elementov i periodicseszkih zakon. FAN, Taskent, 1973.
- (9) Kostic, K. et al.: J. Radioanal. Chem., 37, 405, 1977.
- (10) Turkstra, J., Harthoorn, A. M., Beukes, P. J. I., Brits, R. J. N.: J. Radioanal. Chem., 37, 473, 1977.