

Radiológiai hamuminták kalciumtartalmának meghatározása

Módszerösszehasonlító vizsgálat

SEBESTYÉN RÓBERT*, LISZONYINÉ GACSÁLYI MÁRTA** és
KÖVECSES ISTVÁNNÉ*

* Megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Győr

** MEM Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ, Radiológiai Osztály, Budapest

Érkezett: 1985. február 18.

Bevezetés

Az embert és környezetét veszélyeztető mesterséges eredetű radionuklidok egyik legveszélyesebbike, a ^{90}Sr a kalciummal mutat kémiai rokonságot, tehát feldúsulására ott kell számítanunk, ahol magasabb kalcium-koncentráció fordul elő. Ez a kémiai rokonság az oka annak, hogy a ^{90}Sr aktivitását gyakran vonatkoztatják egy gramm kalciumra. Minthogy az egységnyi kalcium-koncentrációra vonatkoztatott ^{90}Sr -aktivitásokkal követhető nyomon ennek a nuklidnak a táplálkozási lánc egyes lépcsőiben bekövetkező dúsulása, illetve hígulása, a kalciumtartalom pontos és megbízható meghatározásának alapvető jelentősége van a Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózat munkájában.

A kalciumtartalom meghatározására a radiológiai módszerkönyvek (1–3) klasszikus titrimetriás, valamint lángspektrometriás módszereket javasolnak. A javasolt módszerek egyike sem mentes zavaró hatásoktól. A permanganometriás meghatározást a vas-, magnézium-, foszfát- és szilikátionok, valamint nagyobb mennyiségben jelenlevő szerves anyagok zavarják. A megsavanyításra használt savaknak nem szabad redukáló anyagokat tartalmazniuk (permanganát foszforozás miatt). A vas- és foszfátonokat ammónium-acetát oldattal választhatjuk le, a magnézium elegendő mennyiségű ammónium-klorid jelenlétében oldatban marad. A szilikátokat sósavval szárazra párolva és dehidratálva eltávolíthatjuk, míg a nagyobb mennyiségű szerves anyagot kálium-kloráttal vagy ammónium-perszulfáttal főzve elroncsolhatjuk (4).

Biológiai anyagok (növényi és állati szövetek) esetén a komplexometriás meghatározást a magnézium-, vas-, mangán-, réz-, cink-, alumínium- és foszfátonok zavarják. A rezet és a cinket kálium-cianiddal maszkírozzuk. A magnézium által okozott zavaró hatás 8-hidroxi-kinolinnal, a vas és alumínium által okozott zavarás pedig trietanolaminnal küszöbölhető ki. A foszfát zavaró hatását ki tudjuk küszöböltetni, ha a titráló oldatban a kalcium koncentrációját $3 \cdot 10^{-3}$ mol/l alatti értéknek választjuk (5,6).

A lángspektrometriában a kémiai természetű zavaró hatásokon felül további zavarásokkal is számolnunk kell. Ilyenek például az ún. optikai zavaró hatások (emissziós vagy abszorpciós vonalak koincidenciája okozza), vagy a sokkal gyakoribb ionizációs zavaró hatások. Az optikai zavaró hatások háttérkompenzációval, vagy két hullámhosszágon végzett méréssel szűrhetők ki. Az ionizáció mértéke ionizációs puffer hozzáadásával, vagy alacsonyabb hőmérsékletű láng alkalmazásával szorítható vissza (7,8). Ionizációs pufferként általában káliumot használnak

-10). A lángemissziós spektrofotometriában (lángfotometriában) a szulfát, fosz- és alumínium okoz kémiai zavaró hatást. Ezt a zavarást megszüntethetjük csapadékos, ioncserés vagy extrakciós módszerekkel (11), illetve valamilyen mentesítő reagens hozzáadásával. Mentesítő reagensként alkalmazható alumínium (12), óncium (13), lantán és az EDTA ammóniumsója (6, 11). Kémiai zavaró hatások in jól alkalmazható az ún. „végtelen zavarás módszere” (11, 12), kivéve a foszfát- rárast, amelynek esetén az emittált fény intenzitásának változása minimumon ad át a zavaró ion koncentrációjának függvényében. Egyes szerzők (1, 14) ment- ítő reagens hozzáadása nélkül végeztek méréseket.

Atomabszorpciós mérés technikával a kalcium mind levegő/acetilén, mind pedig itrogénoxid/acetilén lángban meghatározható. Dinitrogénoxid/acetilén láng almazásával a legtöbb kémiai zavarás kiküszöbölhető; a magasabb hőmérsék- okozta jelentősebb ionizációt ionizációs puffer hozzáadásával szoríthatjuk sa. A kisebb hőmérsékletű levegő/acetilénlángban a hőálló oxidokat evező elemek (Al, Be, Cr, Fe, P, Si, Ti, V, Zr), a szulfát és a fluorid zavarnak (9, 10). Ezek zavaró hatását szintén csapadékos, ioncserés vagy ekstrak- s elválasztással, illetve mentesítő reagens hozzáadásával szüntethetjük meg. Az omabszorpciós kalciumtartalom meghatározások során legelterjedtebben alkal- zított mentesítő reagens a lantán (7, 9 – 11, 13). A lantánon kívül a stroncium és az DTA is alkalmazható mentesítő reagensként. Az utóbbival különösen a biológiai detű minták fehérjetartalma által okozott zavaró hatást kiküszöbölhetjük ki ered- nyesen (7, 9, 13). Sarudi és Varga (15) a foszfátzavarás kiküszöbölésére nátrium- libdenátot és nátrium-metavanadátot alkalmaz; ezek nátriumtartalma egyúttal izációs pufferként is szolgál. Külön előnye eljárásunknak, hogy a kalcium mel- tt ugyanazon oldatban a foszfor is meghatározható.

Dolgozatunkban egy módszerösszehasonlító vizsgálatunk eredményeit ismer- jük. Különböző radiológiai hamuminták kalciumtartalmát határoztuk meg per- manganometriás, komplexometriás, lángfotometriás, illetve atomabszorpciós mód- rekekkel. Összehasonlító vizsgálatunk célja az volt, hogy

- meghatározzuk: van-e szisztematikus eltérés a különböző módszerekkel nyerhető kalciumtartalom értékek között;
- meghatározzuk: alkalmazták-e az egyes módszerek minden kiválasztott, általunk vizsgált mintafajta esetén;
- képet kapjunk a vizsgálati módszerek alkalmazásában rejülő bizonytalanság nagyságáról.

Vizsgálati anyag és módszerek

Az összehasonlító vizsgálat céljára felhasznált mintákat úgy választottuk meg, gy azok a biológiai eredetű hamuminták teljes körét felöleljék. A növényi ered- tű minták közül főzeléknövények (paraj, saláta, sóska), gyümölcsök (meggy, os ribizke, iraki datolya), gyomnövények (fekete üröm, mezei szulák) és takar- ányok, az állati eredetű minták közül állati csontok (növendékmarha és juh meta- rpus, halcsont), halhús és tejek kalciumtartalmát határoztuk meg.

A hamuminták vizsgálatra történő előkészítését az alábbiak szerint végeztük: ből, halhúsból és a növényi mintákból 0,500 g-ot, a csontmintákból 0,125 g-ot értünk be 100 ml-es főzőpohárba. Hozzáadtunk 20 ml 1:4 hígítású salétromsavat, majd óraüveggel lefedve egy éjszakán át állni hagytuk. Másnap kétszer desztillált zsel átmostuk 100 ml-es mérőlombikba, majd kétszer desztillált vízzel jelig töl- títettük.

A permanganometriás meghatározást ennek az oldatnak 20 ml-éből végeztük rdey (4) szerint. A permanganát mérőoldat faktorozását oxálsavoldattal végeztük.

A komplexometriás meghatározás a mintaoldat 2 ml-éből történt Borusné (5) eljárása alapján. Az EDTA mérőoldat faktorát eleinte kalciumra, később Sajó

(16) szerint magnéziumra állítottuk be. Utóbbi esetben a titrálást pH = 10-en végeztük Eriokrómfekete T indikátor jelenlétében. Mivel a ftaleinkomplexon indikátor lila → tükrossárga színátcsapásának észlelése nehézséggel járt, kipróbáltunk egy ftaleinkomplexont is tartalmazó keverékindikátort, amit valaha a klinikai laboratóriumi diagnosztikában alkalmaztak kalciumtartalom komplexometriás meghatározására (17). Ez a keverékindikátor 0,1 g ftaleinkomplexont, 0,05 g diamínzöldet (Fluka No. 32680), 0,005 g metilvöröst és 0,5 ml 25%-os ammóniaoldatot tartalmaz 100 ml vizes oldatban. Hűtőszekrényben legalább egy hétig eltartható. Az ekvivalenciapontban pirosból (lilából) zöld színbe történt az átcsapás.

A lángspektrometriás meghatározások során alkalmazott eszközök, a szokásos laboratóriumi felszerelésen kívül:

- AAS 1 (Carl Zeiss Jena) típusú atomabszorpciós spektrofotométer;
- kalcium vajtkatódlámpa (Narva CaHK);
- OH-814/1 (Radekis) típusú laboratóriumi kompenzográf.

Anyakok:

1. Kalcium törzsoldat, 1 mg Ca/ml: Merck Titrisol-ból (No. 9943) készítve kétszer desztillált vízzel.
2. Kalcium kalibrációs sorozat atomabszorpciós meghatározáshoz: 10 ml 1-e oldatot 100 ml-es mérőlombikban kétszer desztillált vízzel jelig töltöttünk. Ebből az oldatból 100 ml-es mérőlombikokba bemértünk egyenként 2; 4; 6; 8; 10 ml-t, hozzáadtuk a megfelelő mentesítő reagenst, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. A sorozatok tagjai 2; 4; 6; 8; 10 μ g kalciumot tartalmaztak ml-enként. Vakoldatokat is szükséges készíteni.
3. Kalcium kalibrációs sorozat lángfotometriás meghatározáshoz: 100 ml-es mérőlombikba bemértünk egyenként 1; 2; 3; 5; 8; 10 ml 1-es oldatot, hozzáadtuk a megfelelő mentesítő reagenst, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. A sorozatok tagjai 1; 2; 3; 5; 8; 10 mg % kalciumot tartalmaztak. Vakoldatokat is szükséges készíteni.
4. 10%-os lantánoldat: 267,35 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ -t feloldottunk 730 ml kétszer desztillált vízben.
5. 10%-os stronciumoldat: 241,53 g $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ -t (VEB Jenapharm-Laborchemie Apolda) feloldottunk 760 ml kétszer desztillált vízben.
6. 10%-os EDTA-oldat: 110,72 g $\text{Na}_2 \cdot \text{EDTA} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ -t feloldottunk 890 ml kétszer desztillált vízben.
7. 1 m AlCl_3 -oldat: 241,43 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ -t kétszer desztillált vízben feloldottunk, majd 1000 ml-es mérőlombikban kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük.
8. Pufferoldat: 400 ml 25%-os NH_4OH -t és 27,3 g NH_4Cl -t tartalmazott 1000 ml kétszer desztillált vizes oldatban.

A fenti oldatok mindegyikét polietilén palackban tároltuk. A mentesítő reagensek közül a lantán, a stroncium és az EDTA végső koncentrációja a mérendő oldatokban 1 %, az AlCl_3 végső koncentrációja pedig 50 tf % volt. A pufferoldatot az EDTA mentesítő reagenssel szükséges használni.

A mérendő oldatok előkészítése:

- Atomabszorpció: 100 ml-es mérőlombikba bemértünk 1 ml mintaoldatot hozzáadtunk 10 ml lantán-, stroncium-, vagy EDTA-oldatot, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. Mentésítő reagens nélkül is készítettünk oldatot. A méréseket így négy sorozattal végeztük.

– Lángfotometria: 25 ml-es mérőlombikba bemértünk 1 ml mintaoldatot, hozzáadtunk 12,5 ml AlCl_3 -oldatot, illetve 2,5 ml lantan-, stroncium-, vagy EDTA-oldatot, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. Mentésítő reagens nélkül is készítettünk oldatot. A méréseket így öt sorozattal végeztük.

A lángspektrometriás meghatározásoknál alkalmazott készülékparamétereket a táblázat tünteti fel.

1. táblázat

A lángspektrometriás meghatározásoknál alkalmazott készülékparaméterek

	Lángfotometria	Atomabszorpció
hullámhosszúság, nm.	554,0	422,7
lésszélesség, mm	1,0	0,034
árampaáram, mA	–	3,5
EV-fokozat	1	3
erősítés	5	9
előállandó, s	1	1
göfej típusa	Méker	Háromréses
göfej magassági helyzete	14	18
göfej mélyégi helyzete	5	5
göfej szögállása	–	0°
áng átvilágítása	–	Háromszoros
kevegőmennyiség, l/h	500	500
acetilénmennyiség, l/h	80	100
szűrő	Fehér	Fehér

Az analitikai érzékenység – a mentésítő reagenstől függően – atomabszorpcióes meghatározásnál 0,10–0,13 $\mu\text{g Ca/ml}$ között, lángfotometriás meghatározásnál 0,4–0,17 mg % Ca között változott.

Vizsgálati eredmények

A különböző növényi és állati eredetű hamuminták kalciumtartalmának a titrimetriai módszerekkel meghatározott értékeit a 2. táblázat tartalmazza.

A kapott eredmények pontosságát ellenőrzendő, a zavaró hatások tekintetében a tisztább növényi eredetű mintákból addíciós tagokat készítettünk, és meghatároztuk azok kalciumtartalmát. Az addicionált kalcium mennyiségét úgy választottuk meg, hogy az oldatok az eredeti hamuminták oldataihoz képest 0,5; 1,0; illetve 2,0%-kal több kalciumot tartalmazzanak a hamura számítva. Ennek a vizsgálatnak az eredményeit a 3. táblázatban mutatjuk be.

Állati eredetű mintákra vonatkozóan a módszerek pontosságát nemzetközi referenciaminták kalciumtartalmának meghatározása révén ellenőriztük. A minták a Nemzetközi Atomenergia Ügynökségtől (IAEA) származtak. A vizsgálatok eredményeit a 4. táblázat tartalmazza.

Radiológiai hamuminták kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján, % Ca

Minta	Komplexometriá	Permanometriá	Atomabszorpció				Lángfotometriá				
			Mentesítő reagens				Mentesítő reagens				
			nélkül	1% La	1% Sr	1% EDTA	nélkül	50 tf% 1 m AlCl ₃	1% La	1% Sr	1% EDTA
Paraj	4,0	5,5	4,2	4,6	5,4	4,9	4,1	4,7	2,1	3,1	4,4
Saláta	5,0	5,5	4,9	5,4	5,9	5,1	4,3	5,2	2,7	3,9	5,2
Sóska	4,2	5,9	4,1	5,4	5,6	5,0	3,8	5,2	2,7	3,7	5,2
Meggy	2,4	3,5	2,9	2,5	3,8	2,5	2,4	2,7	∅	1,9	2,5
Piros ribiszke	3,1	4,0	3,5	3,7	3,9	3,2	3,2	3,2	0,9	2,1	3,2
Iraki datolya	3,0	3,6	3,1	3,0	3,6	2,8	2,7	2,9	0,7	1,9	3,0
Fekete üröm	10,2	13,4	12,0	13,0	10,5	12,4	10,7	13,2	9,9	9,3	12,6
Takarmány	5,9	7,1	6,4	6,5	6,1	6,2	5,9	6,7	4,1	4,9	6,4
Takarmány	4,7	6,7	5,5	6,3	6,6	6,3	8,7	6,2	3,6	5,0	6,1
Növ.marha metacarpus	32,3	41,2	37,6	42,4	36,4	42,4	33,6	32,6	28,6	31,0	40,4
Juh metacarpus	30,7	41,0	39,2	42,0	35,2	42,4	33,6	32,6	29,6	33,6	42,6
Halcsont	33,1	41,2	39,6	41,2	36,0	40,0	34,6	31,4	29,6	31,0	39,6
Halhús	8,2	10,7	9,5	10,8	9,3	10,1	9,1	10,1	7,6	8,9	11,9
Tej	14,5	16,3	14,4	15,4	11,0	15,1	12,9	18,3	13,6	13,8	15,5
Tej	14,1	15,9	13,7	15,7	11,3	15,4	12,5	17,1	12,9	14,0	15,3

∅ = Nem mutatható ki.

Növényi hamuminták, illetve addíciós tagjaik kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján, % Ca

Minta	Addíció	Komplexometria		Atomabszorpció			Lángfotometria	
		Ftalein- kompl.	Keverék ind.	Mentesítő reagens			Mentesítő reagens	
				nélkül	1 % La	1 % EDTA	nélkül	50 tf % 1 m aIc AlCl ₃
Paraj	—	4,5	4,5	5,3	5,0	5,4	4,8	6,5
	0,5 %	0,24	0,48	0,74	0,44	0,38	0,60	0,65
	1,0 %	0,59	0,95	1,24	1,02	1,02	1,10	1,50
	1,5 %	0,83	1,49	1,74	1,76	1,50	1,65	2,00
Saláta	—	5,2	5,1	5,9	6,1	6,4	5,4	7,4
	0,5 %	0,39	0,50	0,50	0,58	0,42	0,50	0,75
	1,0 %	0,93	1,09	1,10	1,12	1,00	1,05	1,35
	1,5 %	1,08	1,45	1,50	1,60	1,50	1,65	1,85
Sóska	—	3,8	4,1	4,5	4,8	5,2	4,2	6,0
	0,5 %	0,38	0,69	0,64	0,54	0,48	0,55	1,00
	1,0 %	0,94	0,73	0,94	1,12	1,12	0,60	1,15
	1,5 %	1,64	1,28	1,40	1,66	1,48	1,20	1,65
Mezei szulák	—	8,2	9,1	11,2	10,5	10,6	9,9	11,9
	0,5 %	0,64	0,50	0,50	0,50	0,50	0,25	0,50
	1,0 %	0,91	1,07	0,90	1,20	1,60	1,00	0,95
	1,5 %	1,38	1,65	1,50	1,60	1,60	1,25	1,50
Takarmány	—	7,9	7,6	9,6	9,7	9,9	8,7	10,9
	0,5 %	0,32	0,49	0,50	0,60	0,40	0,45	0,50
	1,0 %	1,06	1,11	1,00	1,30	1,20	1,00	1,00
	1,5 %	1,21	1,62	1,80	1,70	1,40	1,45	1,50
Átlag		5,91	6,08	7,29	7,21	7,49	6,60	8,53
Szórás		0,18	0,11	0,10	0,10	0,15	0,13	0,16

Szabadsági fok = 15

Átlagos visszanyerés	0,75 %	0,62	0,75	0,80	0,83	0,78	0,71	0,89
----------------------	--------	------	------	------	------	------	------	------

IAEA referenciaminták kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján ($\bar{X} \pm s$), % Ca

Módszer	Tejpor Milk powder IAEA A-7 (1974)	Izzított állati csont Calcined animal bone IAEA D-3/1 (1974)
Komplexometria ftaleinkomplexon ind. keverékindikátor	1,303 ± 0,039 1,166 ± 0,011	36,83 ± 0,37 36,01 ± 0,04
Permanganometria	1,269	—
Atomabszorpció mentesítő reagens nélk. 1% La	0,988 ± 0,015 1,212 ± 0,004	34,29 ± 0,32 35,33 ± 0,18
1% EDTA	1,224 ± 0,004	35,92 ± 0,29
Lángemisszió mentesítő reagens nélk. 50 tf % 1 m AlCl ₃	1,002 ± 0,011 1,412 ± 0,000	34,87 ± 0,46 36,00 ± 0,00
Referenciaérték	1,23	*

Három párhuzamos mérendő oldatból végzett meghatározások.

* A mintához bizonylatot nem mellékeltek.

Az eredmények értékelése

A különböző típusú minták kalciumtartalmára kapott vizsgálati eredmények meglehetősen különböznek az alkalmazott módszertől függően (2. táblázat). Például takarmányok esetén 4,1–7,1%, valamint 3,6–8,7% kalciumtartalmat határoztunk meg egyazon mintában. Mivel a valódi kalciumtartalmakat nem ismertük, addíciós módszerrel – a bevitt kalcium mennyiségét ismerve – igyekeztünk képet kapni az egyes módszerek pontosságáról. Ugyanakkor az addíciót is tartalmazó mintaoldatok mérésével nyert értékek az addicionált mennyiségek levonása után párhuzamos vizsgálati adatokként is kezelhetők. Az adatok egyszempontos varianciaanalízissel történő feldolgozásával meghatározhattuk az egyes módszerek szórását. A pontosság ellenőrzésében a feltűnően eltérő, nagy bizonytalanságot sejtető módszereket nem vontuk be, így a kiterjesztett elemzésben csak a 3. táblázatban található módszerek szerepeltek. Ennek a vizsgálat sorozatnak eredményeképpen egymástól lényegesen nem különböző 0,10–0,18%-os szórásértékeket találtunk az egyes módszerekre vonatkozóan. Ezeknél jóval nagyobb, a vizsgálatok végrehajtásának bizonytalanságát meghaladó eltéréseket tapasztaltunk a mért kalciumtartalmakban az egyes vizsgálati módszertípustól (komplexometriás, atomabszorpciós, lángemissziós) függően. Növényi minták esetén tendenciózusan a legalacsonyabb kalciumtartalmakat komplexometriás meghatározással nyertünk. Nagyságban ezt követte a lángemisszió mentesítő reagens nélkül; legnagyobb értékeket atomabszorpciós mérés technikával kaptunk.

A 3. táblázat adataiból kiszámítottuk az átlagos visszanyeréseket. Ezekből, valamint a szórásértékekből az egyes módszerek alkalmazhatóságára vonatkozóan az alábbi megállapításokat tehetjük:

- Az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága nem tér el jelentősen egymástól. Szignifikáns eltérést csak a ftaleinkomplexon indikátor jelenlétében végzett komplexometriás meghatározásnál tapasztaltunk. Akár

a szórásértékek, akár az átlagos visszanyerést tekintve, kedvezőbbnek látszik a keverékindikátor alkalmazása, amely ráadásul a színátcsapás biztonságosabb vizuális észlelési lehetőségével is párosul.

- A lángemissziós meghatározás során – különösen növényi minták esetén – az AlCl_3 nem bizonyult felhasználásra alkalmas mentesítő reagenstnek.
- Az atomabszorpciós meghatározásokkal konzekvensen a legmagasabb kalciumtartalmakat mértük növényi minták esetén. Az átlagos visszanyerések is szignifikánsan magas értékeknek adódtak. Ennek a jelenségnek az okát kutatva arra a következtetésre jutottunk, hogy a levegő/acetilén lángban is számolnunk kell bizonyos mértékű ionizációs zavaró hatással. Mivel a mintákban jelenlevő nátrium és kálium kismértékben abszorpció-növelő hatású (7), feltétlenül kívánatos, hogy a kalibrációs oldatok nátrium- és káliumtartalmát a mintaoldatokéhoz illesszük (egy átlagos érték elfogadható). Ismertetett eljárásunk esetére $15 \mu\text{g/ml}$ káliumtartalmat és $0,5 \mu\text{g/ml}$ nátriumtartalmat találunk megfelelően.
- A vizsgálati adatok alapján megállapíthatjuk, hogy az egyes minták esetén meghatározott kalciumtartalmak módszerfüggőek. Ez nem meglepő, hiszen az irodalomban gyakran találkozunk olyan esettel, amikor az azonos mintákon különböző módszerekkel végzett zavarásmentes meghatározások eltérő eredményeket adnak. Példaként megemlítjük Gladney és társai munkáját, akik az USGS kőzetstandardok módszerfüggő összetételi adatait adják közre (18).

Az eredmények módszerfüggése feltétlenül azt jelenti a Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózat munkájára nézve, hogy az egyes laboratóriumok nem választhatják meg önkényesen a vizsgálati módszert, hanem egységes eljárást kell alkalmazni a hálózati adatszolgáltatásban.

I R O D A L O M

- (1) Élelmiszerek és mezőgazdasági termékek radioaktivitásának kialakulása és a szennyezettség vizsgálati módszerei (Szerk.: Nedelkovits J.), Budapest, 1968.
- (2) Polgári védelem az élelmiszer- és fagazdaságban. Radioaktív anyagok vizsgáló módszerei (Szerk.: Gábor Gy.), Budapest, 1975.
- (3) Vizsgálati módszerek a MÉM Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózatban, MÉM ÉVK Radiológiai Osztály, Budapest, 1980.
- (4) Erdéy L.; Bevezetés a kémiai analízisbe. Tércfogatos analízis, Tankönyvkiadó, Budapest, 1966
- (5) Borusné Böszörményi N.; ÉVIKE 20, 97, 1974.
- (6) Fábry Z., Percsényi E., Kántor D.; ÉVIKE 28, 25, 1982.
- (7) Price, W. J.; Atomabszorpciós spektrometria, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1977.
- (8) Magyar, B.; Guide-Lines to Planning Atomic Spectrometric Analysis, Akadémiai Kiadó, Budapest, 1982.
- (9) Datenblätter für die Atom-Absorptions-Flammenanalyse, 32-A 635/636, VEB Carl Zeiss Jena
- (10) Whiteside, P. J., Milner, B. A.; Atomic Absorptions Data Book, Pye Unicam Ltd., Cambridge, 1981.
- (11) Erdéy L., Mázor L.; Analitikai kézikönyv, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1974.
- (12) Analitikai laboratóriumi gyakorlatok II. Kézirat, VVE, Veszprém, 1973.
- (13) Koch, O. G., Koch-Dedic, G. A.; Handbuch der Spurenanalyse, Springer-Verlag, Berlin – Heidelberg – New York, 1974.
- (14) Szabó A., Bende E.; Magyar Állatorvosok Lapja 36, 404, 1981.
- (15) Sarudi I., Varga E.; ÉVIKE 28, 7, 1982.
- (16) Sajó I.; Komplexometria, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1973.
- (17) Klinikai laboratóriumi diagnosztika (Szerk.: Bálint P.), Medicina Könyvkiadó, Budapest, 1962.
- (18) Gladney, E. S., Burns, C. E., Roelandts, I.; Geostandards Newsletter 7, 3, 1983.

RADIOLÓGIAI HAMUMINTÁK KALCIUMTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA. MÓDSZERÖSSZEHALONLÍTÓ VIZSGÁLAT

Sebestyén Róbert, Liszonyi Imréné és Kővecses Istvánné

A szerzők áttekintik a kalciumtartalom különböző módszerekkel történő meghatározása során jelentkező zavaró hatásokat és azok kiküszöbölési lehetőségeit. A vizsgálat keretében különböző növényi és állati eredetű radiológiai hamuminták kalciumtartalmát határozták meg komplexometriás, permanganometriás, lángemissziós és atomabszorpciós módszerekkel. Az egyes módszerek pontosságáról addíciót követő visszanyerési próbával, illetve referenciáminták vizsgálatával igyekeztek képet kapni. Vizsgálati eredményeiket egyszempontos varianciaanalízissel értékelték. Kapott eredményeik alapján arra a következtetésre jutottak, hogy – bár az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága nem tér el jelentősen egymástól – az eredmények módszerfüggőek, tehát a hálózati adatszolgáltatási munkában egységes vizsgálati módszert szükséges használni.

DETERMINATION OF CALCIUM CONTENT OF RADIOLOGICAL ASH SAMPLES. COMPARISON OF METHODS

R. Sebestyén, I. Liszonyi, I. Kővecses

Disturbing effects occurring in the different methods for the determination of calcium content and the possibilities for their elimination are considered by the authors. In the frame of the examination calcium content of radiological ash samples of plant and animal origins were determined by complexometric, permanganometric, flame emission and atomic absorption methods. For the determination of the precision of the methods recovery tests were carried out after addition and reference samples were examined. The results were evaluated by one-way analysis of variance. On the base of the results it was concluded, that although the uncertainty of the methods did not differ significantly, the results are depending on the method, and for this reason it is necessary to use a uniform method in the data service of the radiological network.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ В ОЗОЛЁННЫХ РАДИОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБАХ

Р. Шебештьен, И. Лисони и И. Кёвечеш

Авторы исследовали мешающие действия, возникающие при определении содержания кальция различными методами и возможности их устранения.

В рамках исследований определялись содержания кальция в разнообразных озолённых радиологических пробах растительного и животного происхождения. Были проведены комплексометрические, перманганометрические, пламенно-эмиссионные и атомно-абсорбционные определения содержания кальция. Точность отдельных методов определялась путем аддиции (добавок) и путем референтных проб.

Результаты испытаний оценивались методом вариационного анализа.

На основе полученных результатов определений авторы сделали следующий вывод: несмотря на то, что при сравнении ненадежностей проведения отдельных методов испытаний не наблюдались значительные отклонения – результаты анализов зависели от используемого метода испытания – и поэтому возникает необходимость разработки унифицированного метода испытаний, который будет применяться в работе сети контроля.

BESTIMMUNG DES KALCIUMGEHALTES VON RADIOLOGISCHEN ASCHEPROBEN – METHODENVERGLEICH

Sebestyén, R., Liszonyi, M. und Kövecses, I.

Verfasser geben einen Überblick über die störenden Einflüsse bei der Bestimmung des Kalziumgehaltes mit verschiedenen Methoden sowie über die Möglichkeiten ihrer Beseitigung. Im Rahmen der Untersuchungen wurde der Kalziumgehalt von radiologischen Ascheproben verschiedener pflanzlicher und tierischer Materialien mit komplexometrischen, permanganometrischen, Flammenemissions- und Atomabsorptionsmethoden bestimmt. Sie versuchten mittels Wiederfindungsrate bzw. Referenzproben ein Bild über die Genauigkeit der einzelnen Methoden zu erhalten. Die Versuchsergebnisse wurden mit der einfachen Varianzanalyse ausgewertet. Aus den Resultaten wurde die Schlußfolgerung gezogen, daß die Analysendaten methodenabhängig sind, obwohl die Durchführungunsicherheit der einzelnen Methoden voneinander nicht wesentlich abweicht. Für die Datenlieferung sollte deshalb in den einzelnen radiologischen Laboratorien eine einheitliche Analysenmethode verwendet werden.

Szakképzés a Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetemen

1987 tavaszán ismételtén indítják az *élelmiszeripari mikrobiológus szakképzést*.

Egyetemi diplomával rendelkezők jelentkezését várják. Részletesebb felvilágosítás: Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem, Oktatási és Továbbképzési Osztályán. 1118 Budapest, Villányi út 29. Tel.: 666 – 204.

Jelentkezési határidő: 1986. november 30.