
KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: *Tóth Tiborné*

EBELER, S.E.; SUN, G.M.; DATTA, M.; STREMPLE, P. C VICKERS, A. K.: **Szilárdfázisú mikroextrakció alkalmazása italok aromájának enantiomer elemzésére** (Solid Phase Microextraction for the Enantiomeric Analysis of Flavors in Beverages)

J. AOAC Int., **84** (2001) 2, 479-485.

Az aromázott alkoholos italok királis aromavegyület-profiljának meghatározására gyors és megbízható technika a szilárdfázisú mikroextrakció, királis állófázison történő gázkromatográfiás elválasztás és tömegspektrometriás detektálás. Bogyógyümölcs, őszibarack, eper és citrusaromájú borokban és malátás italokban több enantiomer terpént, észtert, alkoholt, nor-izoprenoidot (pl. á-jonont) és laktont azonosítottak. Ezzel a technikával ki tudták mutatni a címkén jelzett szintetikus aroma hozzáadást is.

BARATTA, E.J. & EASTERLY, D.G.: **Kis koncentrációjú jód-131 meghatározása tejben: körvizsgálat** (Determination of Iodine-131 at Low Levels in Milk: Collaborative Study)

J.AOAC. Int., **84** (2001) 2, 507-511.

A jód-131 meghatározás hivatalos módszerének alsó kimutatási határa (LLD) 10 pCi/L (0,37 Bq/L). A Nukleáris Törvénybizottság ajánlotta egy 0,3 pCi alatti alsó kimutatási határú módszer alkalmazását. Egy ilyen módszer körvizsgálatát közlik. A módszer palládium-jodid csapadékkal dúsítja a jód-131 izotópot és a béta-bomlással együtt vagy egy alacsony háttérű béta-számláló rendszerrel méri a 364 keV gamma energiáját. A mérést három (2,6; 5,0 és 8,0 pCi/L) jód-131 koncentrációsintű tejjel végezték el 11 labor részvételével. Ebből nyolc juttatta vissza a mérési adatokat. A kapott eredmények átlaga: 2,68; 5,31 és 8,12 pCi/L. A laboron belüli és laborok közötti szórás elfogadható volt.

LOW, N.H.; McLAUGHLIN, M.A.; PAGE, S.W., CANAS, B.J.; BRAUSE, A.R.: **Hidrolizált inulin szirup és magas fruktóz tartalmú kukorica szirup kimutatása almaléből kapilláris gázkromatográfiás módszerrel PVM 4:1999** (Identification of Hydrolyzed Inulin Syrup and High-Fructose Corn Syrup in Apple Juice by Capillary Gas Chromatography: Peer Verified Method (PVM) 4:1999)

J.AOAC. Int., **84** (2001) 2, 486-492.

Az eljárás lépései: az almalé vagy almalé sűrítmény Brix fokának meghatározása és visszahígítása 5,5 Brix-re. A visszahígított léből 100 µl fagyasztva szárítása egy GC automata adagoló mintatartó edényben. A fagyasztva szárított anyag cukrainak szililezése trimetil-szilil származékká, az edény hevítése 75 °C hőmérsékleten 30 percen át. Származékolás után a mintát

gázkromatográfba juttatják és egy 30 m hosszú, 0,25 mm belső átmérőjű DB-5 oszlopon szétválasztják. A mérést lángionizációs detektorral végzik. A különböző adalékolt és eredeti mintákkal nem kaptak hamis pozitív eredményt. Ha ugyanazt az édesítő szirupot használják referencia anyagnak, mint amit az almaléhoz adnak, mennyiségi következtetések is levonhatók. Kritikus pontok: a szililező szert üvegfecskendővel kell adagolni, a műanyag pipettahegyek és fecskendők szennyezhetik a mintát. A fagyasztva szárított mintát azonnal származékolni kell, a víz nyomai a TMS származékokat gyorsan elbontják. A TMS származékok szobahőmérsékleten is gyorsan bomlanak, 24 óránál hosszabb ideig ne álljanak. A szililező szer is érzékeny, a gyártó által megadott körülmények között kell tartani. A korrekt oszlophossz és átmérő is kritikus (nagy átmérőjű "megabore" oszlopok nem adnak kellő felbontást).

MATSUMOTO, H.: Imazalil és fő metabolitjának egyidejű meghatározása citrus gyümölcsökben szilárdfázisú extrakcióval, kapilláris gázkromatográfiával, elektronbefogásos detektorral (Simultaneous Determination of Imazalil and Its Major Metabolite in Citrus Fruit by Solid-Phase Extraction and Capillary Gas Chromatography with Electron Capture Detection)
J.AOAC. Int., **84** (2001) 2, 546-553.

Módszert fejlesztettek ki a felületkezelésre használt gombaölőszer, az imazalil és fő metabolitja, az R 14821 egyidejű meghatározására szilárdfázisú extrakcióval és gázkromatográfiás szétválasztással, elektronbefogásos detektor alkalmazásával. A szilárdfázisú extrakció mind az imazalilra, mind fő bomlástermékére igen érzékeny, kimutatási határ 0,001 µg/g. Időigénye kisebb, mint a folyadék-folyadék extrakciónak. Satsuma mandarint három koncentrációsinten (0,02, 0,2 és 2,5 µg/g) szinten adalékoltak imazalillal. A visszanyerés 94,3-96,5 % között mozgott imazalilra és 93,9-96,3 % R 14821-re, a szórás 3,1-6,3 % volt imazalilra, míg 4,5-5,6 % R 14821-re. A korábbi eljáráshoz hasonló eredményeket kaptak az új módszerrel narancs, citrom és grapefruit szermaradvány szintjét vizsgálva.

YOUNG, M.S.; PHILLIPS, D.J.; IRANETA, P-C. and KROL, J.: Kevert szilárdfázisú extrakció és mintaelőkészítés tiabendazol és carbendazim folyadékkromatográfiás meghatározásához gyümölcslevegekben (Mixed-mMode Solid-Phase Extraction and Cleanup Procedures for the Liquid Chromatographic Determination of Thiabendazole and Carbendazim in Fruit Juice)
J.AOAC. Int., **84** (2001) 2, 556-561.

Szilárdfázisú extrakciós (SPE) eljárásokat fejlesztettek ki tiabendazol és carbendazim gyors mintaelőkészítésére és meghatározására narancs-, alma- és szőlőlében. Az SPE oszlop fordított fázisú és erős kationcserélő szorbens keverékét tartalmazta. Az elemzést folyadékkromatográfiásan végezték, diódasoros detektorral.

BRADLEY, R. L., VANDERWARN, M.A.: **Sajt és sajtermékek víztartalmának meghatározása** (Determination of Moisture in Cheese and Cheese Products)

J.AOAC. Int., **84** (2001) 2, 570-592.

Több mint 6500 sajtmintát vizsgáltak meg a jelenlegi AOAC módszer módosítása céljából. A gravitációs, normál légköri nyomású szárítószekrény nem bizonyult megfelelőnek, mert a hőmérsékleteloszlás nem volt egyenletes benne. A mintaelőkészítés, aprítás nagy szerepet játszott. A $3 \pm 0,25$ g mintaméret mellett optimális volt a mintafelület/térfogat arány és kisebb volt a szórás. Egy Oster aprító bizonyult a legmegfelelőbbnek. Eldobható 5,5 cm-es alumínium mintatartó és 5,5 cm átmérőjű üvegszálalás szűrőbetét alkalmazásával is kisebb volt a szórás, mint az AOAC által előírt eszközökkel. A bemérőtálat előzetesen 3 óra hosszat elő kell szárítani 100 °C hőmérsékleten, míg az üvegszálalás szűrőbetétet 1 óra hosszat.

HEIKES, D.L.; SCOTT, B. , GORZOVALITIS, N.A.: **Őrölt kömény illóolaj-tartalmának mennyiségi meghatározása szuperkritikus extrakcióval és lángionizációs detektorral felszerelt gázkromatográfival** (Quantitation of Volatile Oils in Ground Cumin by Supercritical Fluid Extraction and Gas Chromatography with Flame Ionization Detection)

J.AOAC. Int., **84** (2001) 4, 1130-1134.

A hagyományos desztillációs eljárás időigényesebb. A mintákat szén-dioxiddal extrahálták 550 bar nyomáson és 100 °C hőmérsékleten. Statikus körülmények között módosítóként toluolt használtak. A toluolban összegyűlt illóolajat közvetlenül elemezték tetradekán belső standard hozzáadásával. 24 minta vizsgálata után az új eljárást és a hivatalos eljárást összehasonlítva a korelációs együttható 0,995 volt.

STROKA, J.; ANKLAM, E.; JOERISSEN, U.C. & GILBERT, J.: **Aflatoxin B₁ meghatározása bébiételben (csecsemőtápszerben) immunaffinitási oszlopon végzett mintaelőkészítéssel, folyadékkromatográfias módszerrel és az oszlopot követő brómozással: körvizsgálat.** (Determination of Aflatoxin B₁ in Baby Food (Infant Formula) by Immunoaffinity Column Cleanup Liquid Chromatography with Postcolumn Bromination: Collaborative Study)

J.AOAC. Int., **84** (2001) 4, 1116-1123.

Körvizsgálattal értékelték az immunaffinitási oszlopos tisztítás-folyadékkromatográfias meghatározás hatékonyságát tejpor alapú csecsemőtápszerben a valószínű jövőbeli EU szabályozási szinten (0,1 ng/g). A vizsgálati mintát metanol-víz (8+2 tf) eleggyel extrahálták, szűrték, vízzel hígították és immunaffinitási oszlopra vitték. Az oszlopról a zavaró vegyületeket vízzel lemosták, a tisztított aflatoxint metanollal eluálták. Az elválasztást fordított fázisú folyadékkromatográfias rendszerben végezték, oszlop utáni

származékolással és fluoreszcenciás detektálással. A származékolást vagy piridinium-hidrobromid perbromiddal, vagy elektrokémiai cellában, a mozgó fázishoz bromidot adva végezték. Az adalékolt és természetes aflatoxin tartalmu tápszer mintákat 13 európai ország 14 laboratóriumába küldték meg. A vizsgálati mintákhoz 0,1-0,2 ng/g aflatoxin B₁-et adtak. A visszanyerés 101-92 % között mozgott. Az adalékolt mintákkal (vak párok két szinten) és a természetes szennyezőt tartalmazó mintákkal (vak párok 3 szinten) kapott eredmények szórása laboron belül 3,5-14 % volt (RSD_r), míg a laborok között 9-23 % (RSD_R).

MOSSOBA, M. M; ADAM, M.& LEE, T.: **Összes transz zsír gyors meghatározása -csillapított teljes reflexiós infravörös spektroszkópiás vizsgálat - nemzetközi körvizsgálat** (Rapid Determination of Total trans fat-An Attenuated Total Reflection Infrared Spectroscopy International Collaborative Study)
J.AOAC. Int., **84** (2001) 4, 1144-1150.

Mivel a transz zsirtartalmat jelölni kell, igény van korszerűbb, gyors meghatározási módszerekre. Új és gyors (5 perc) csillapított teljes reflexiós-Fourier transzform ATR-FTIR spektroszkópiás módszert fejlesztettek ki. Az Amerikai Olajkémikusok Társasága 1999-ben egy 12 laboratórium részvételével zajló nemzetközi körvizsgálatot követően hivatalos módszerként elfogadta. Jelen cikk ezt a körvizsgálatot ismerteti. Az analitikai ATR-FTIR módszer nagy pontosságú az 5-40 % transz zsír tartományban, a gravimetriás módszerhez képest 2 %-kal kisebb a hiba. Azt javasolják, hogy az össz zsírra nézve 5 % transz zsírnál nagyobb szinten használják ezt az új eljárást.

ALBERTO, B., SÁNCHEZ-BRUNETE, C. & TADEO, J. L.: **Preszticid szermaradványok egymás melletti meghatározása mézben a mátrix szilárdfázisú diszperziójával, gázkromatográfiásan, elektronbefogásos detektor alkalmazásával** (Multiresidue Determination of Pesticides in Honey by Matrix Solid-Phase Dispersion and Gas Chromatography with Electron-Capture Detection)
J.AOAC. Int., **84** (2001) 4, 1165-1171.

15 peszticid (szerves klór és foszforvegyület, piretroid és más atkaölő szer) meghatározása különböző, kereskedelmi forgalomban levő mézekből (eukaliptusz, levendula, narancs, rozmaring és vegyes virág). A mézet Florisillel és vízmentes nátrium-szulfáttal diszpergálják és kis műanyag oszlopba töltik, majd hexán-etil-acetát (90+10 V/V) extrahálják. A meghatározást gázkromatográfiásan végzik, elektronbefogásos detektor alkalmazásával. 0,15-1,5 µg/g tartományban a visszanyerés 80 és 113 % között volt, a relatív standard deviáció a vizsgált összes peszticidre 10 % alatt.