



Az állatorvosi gyakorlatban előforduló biológiai minták elemtartalmának meghatározása ICP-OES ill. AAS-ETA módszerrel



Dr. Bartha András PhD
Perfórum AAS, ICP szakértő
Állatorvostudományi Egyetem
Állathigiéniai, Állomány-egészségtani és Állatorvosi Etológiai Tanszék
1078 Budapest, István utca 8
+36 30 680 5032
bartha.andras@perforum.hu
bartha1952@gmail.com
bartha.andras@univet.hu

Meghatározandó minták:

Takarmány

Szarvasmarha, sertés (néha kecske)

- Vérplazma
- Teljesvér
- Szőr
- Csülökszaru

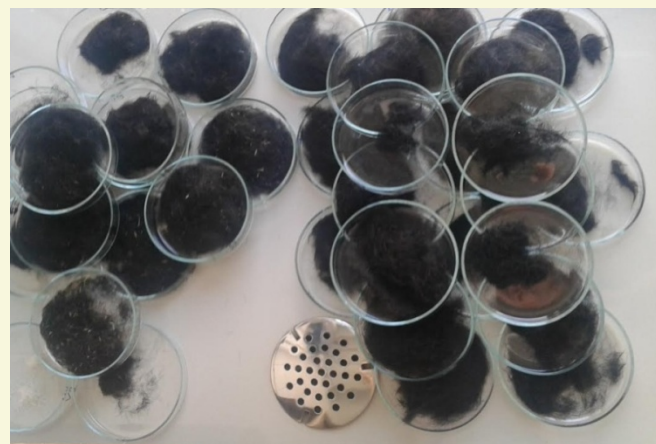
Szarvas, nyúl, kutya, zebra

Hús (máj, vese, agy, izomszövet)

Csont

Tengeri állatok (kagyló, osztriga, tintahal)

Madártoll minták



Takarmányminta elemzése

Feltárás:

A kiszárított mintából 0.5 g-ot bemérünk a CEM MARS 6 mikrohullámú feltáró Express edényeibe. Adunk hozzá 5 ml cc HNO_3 -at, 5 ml H_2O_2 -ot és elindítjuk a feltáró programot

Feltáró program:

Ramp: 35 perc; Hőmérséklet: 200 °C; hold: 50 perc; energia: 1700 W

A feltárt mintát 25 ml-re töltjük és 5*-ös hígítás után mérjük 1 mg/l Y belső standard alkalmazása mellett Perkin Elmer Optima 8300 ICP-OES készülékkel. Méréshez: 2 ml minta+8 ml desztillált víz +0.1ml 100 mg/l-es Y oldat.

Mért komponensek: Ca, K, Mg, Na, P, S, Cu, Zn, Mn. A kén mérése (181.975 nm) miatt az optikát öblíteni kell.



Analitikai módszer főbb paramétere

Elem	Vonal nm	Megfigyelés (rad/ax)	Kalibráció tartomány mg/l
Ca	317.929	rad	0-100
K	766.483	rad	0-200
Mg	279.074	rad	0-100
Na	589.574	rad	0-200
P	213.614	ax	0-25
S	181.973	ax	0-166
Cu	327.392	ax	0-5
Zn	213.854	ax	0-5
Mn	257.605	ax	0-5
Y (Int std)	371.025	ax	
Y (Int std)	360.071	rad	



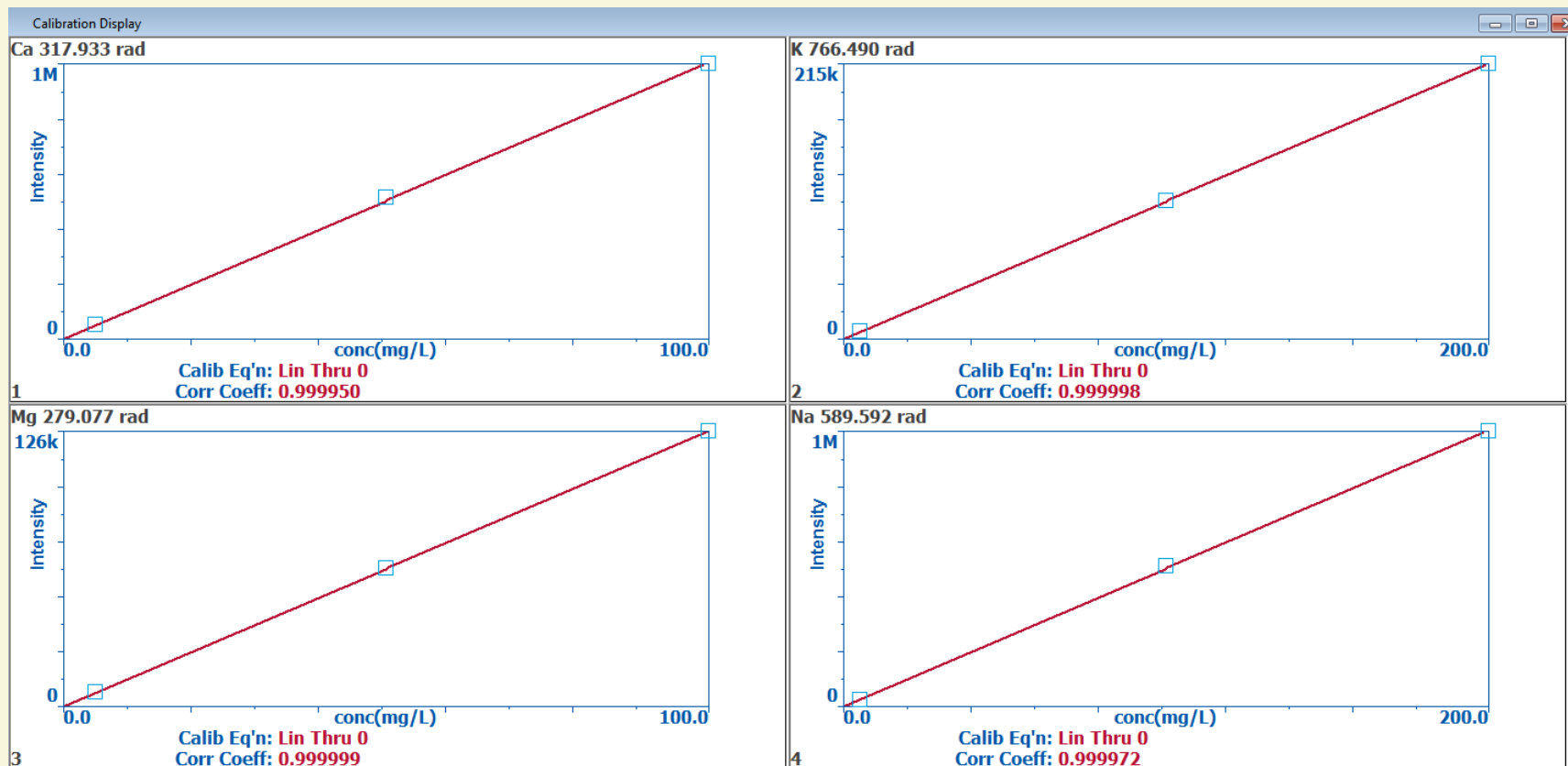
Módszer	resolution	Read	Delay	plazmagáz l/perc	Aux l/perc	Nebu l/prc	Power Watt
Takarmányfő	High	Auto 1-5 sec	40 sec	12	0.2	0,7	1300

Kalibráció	porlasztó	ködkamra	párhuzamosok száma	argon nedvesítő	Peak algoritmus
Lin thru 0	Burgener PEEK MIRA MIST	ciklon	3	igen	Area

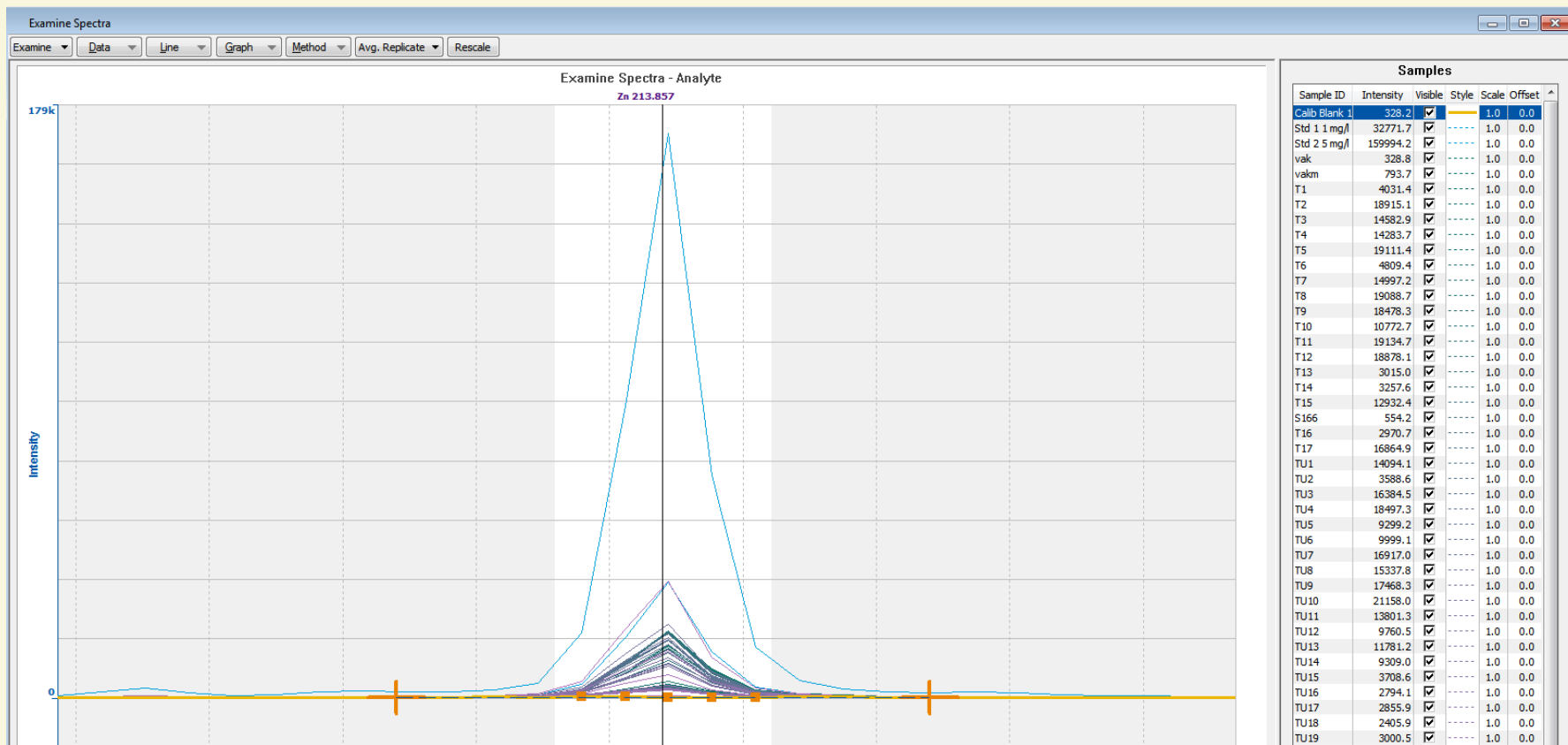
Adatkinyerés a Syngistix szoftverrel

Data Viewer																																					
Corrected Intensities		Conc. in Calib. Units		Conc. in Sample Units		Internal Standards		QC																													
☐ Show RSDs																																					
	Sample Id	Y 371.029...	Y 371.029...	Y 360.073...	S 181.975 (ppm)																																
6	Std S 167	106.6%	105.6%	106.5%																																	
	Sample Id	Y 371.029...	Y 371.029...	Y 360.073...	Ca 317.93... (ppm)	K 766.490... (ppm)	Mg 279.0... (ppm)	Na 589.5... (ppm)	P 213.617 (ppm)	Na 330.2... (ppm)	Na 330.237 (ppm)	K 404.721 (ppm)																									
7	Std Ca 50	93.4%	87.9%	93.4%																																	
8	Std Ca100	93.8%	83.8%	93.8%																																	
	Sample Id	Y 371.029...	Y 371.029...	Y 360.073...	C 193.030 (mg/L)																																
9	C1000	102.1%	99.5%	102.3%																																	
	Sample Id	Hg 253.652 (mg/L)																																			
10	Hg_ReAlign																																				
	Sample Id	Y 371.029...	Y 371.029...	Y 360.073...	Al 396.15... (ppm)	B 249.677 (ppm)	Ca 317.93... (ppm)	Cd 228.802 (ppm)	Co 228.616 (ppm)	Cr 267.716 (ppm)	Cr 205.560 (ppm)	Cu 324.752 (ppm)	Fe 259.93... (ppm)	K 766.490... (ppm)	Mg 279.0... (ppm)	Mn 257.610 (ppm)	Mo 202.031 (ppm)	Na (ppm)																			
11	vak	100.9%	99.5%	101.1%	0.139	0.145	0.142	-0.018	0.004	0.004	0.009	0.064	0.116	13.320	0.836	0.010	0.011	230																			
12	vakm	96.1%	94.7%	96.2%	0.471	0.079	26.389	0.031	0.004	0.046	0.008	1.680	18.730	11.312	1.708	0.156	-4.536E-4	6.27																			
13	Sz1	95.6%	92.8%	95.6%	2.158	2.677	5588.906	0.074	-0.051	0.199	0.236	15.961	11.180	571.047	839.654	2.456	0.225	234																			
14	Sz2	94.6%	91.7%	94.8%	3.142	2.446	5738.306	0.079	-0.032	0.027	0.123	21.691	18.659	452.557	874.610	3.082	0.173	213																			
15	Sz3	92.4%	90.7%	92.8%	3.345	2.313	6303.231	0.060	-0.039	0.069	0.037	24.380	14.582	365.966	882.691	2.981	0.207	152																			
16	Sz4	92.6%	90.6%	92.6%	4.366	2.768	6041.125	0.109	-0.049	0.061	0.102	22.686	11.193	367.227	811.582	2.718	0.242	135																			
17	Sz5	95.5%	93.0%	95.5%	4.900	2.207	6055.789	0.074	-0.014	0.057	0.042	18.502	14.684	258.115	784.842	3.075	0.148	82.8																			
18	Sz6	94.2%	91.8%	94.2%	21.206	4.356	5036.241	0.059	-0.030	0.066	0.086	14.214	12.043	1304.350	790.580	2.906	0.108	462																			
19	Sz7	94.5%	91.1%	94.5%	2.675	4.296	7230.833	0.060	-0.045	0.064	0.111	17.049	10.848	856.558	1143.612	2.590	0.212	254																			

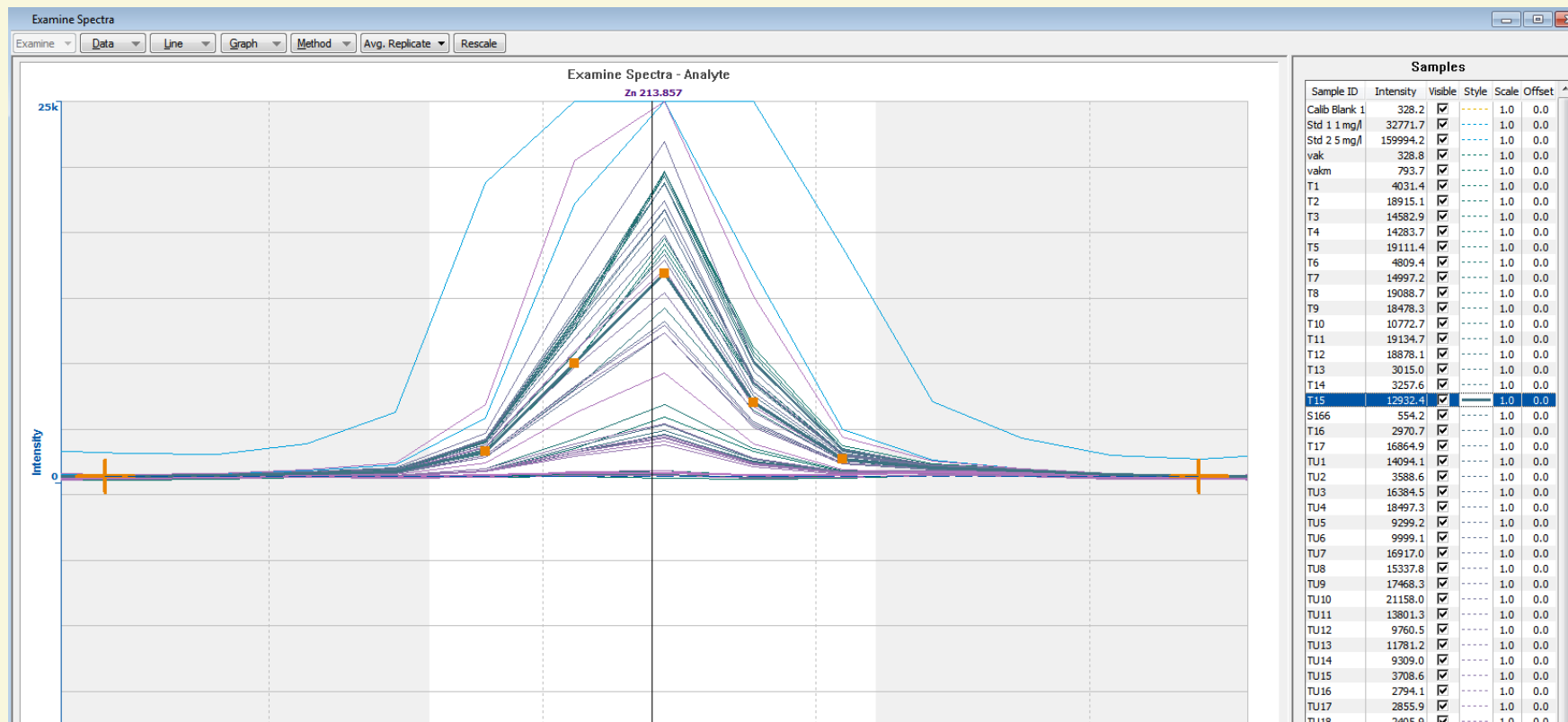
Kalibrációs görbék



Zn 213.854 nm-es vonalának spektruma



Zn 213.854 nm-es vonalának spektruma nagyítás után

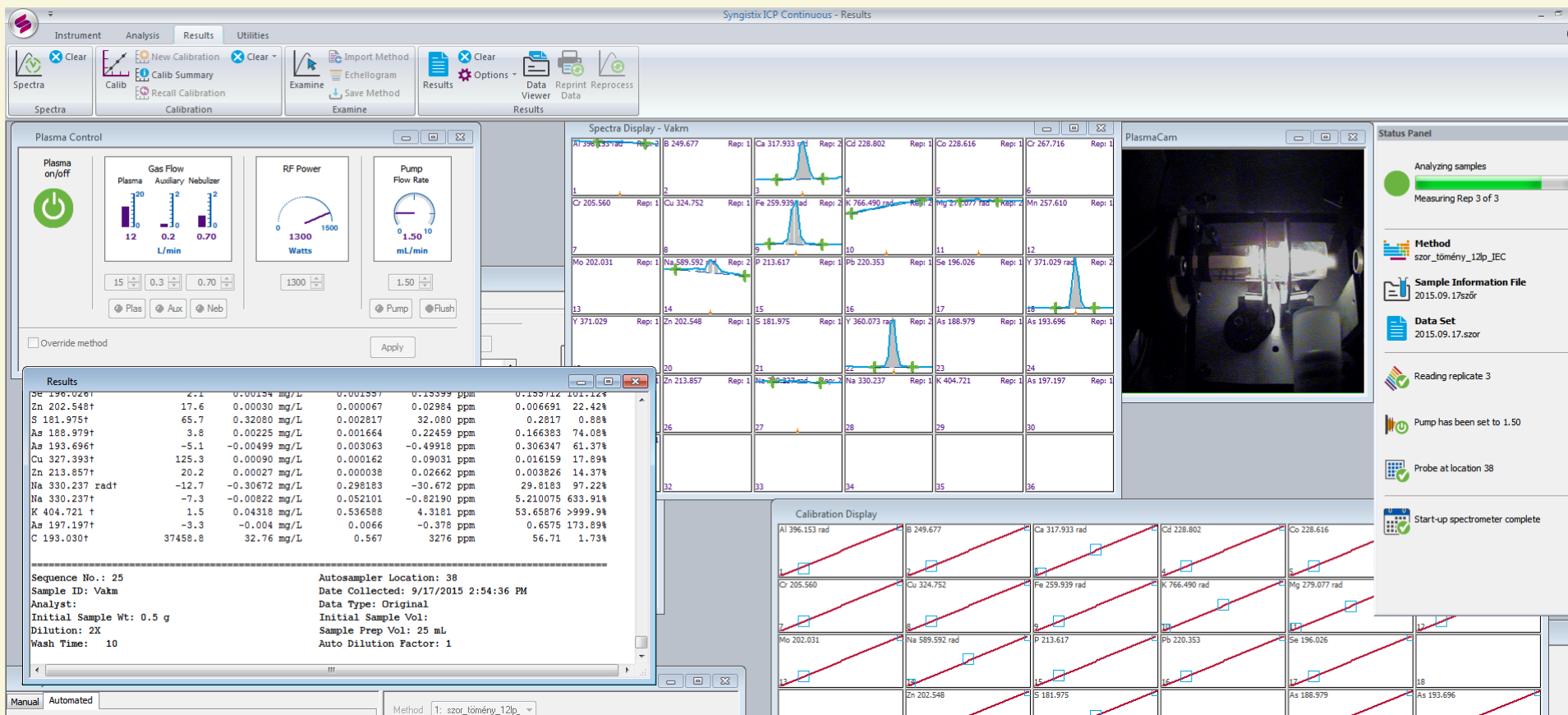


Összemérés eredménye külső laboratóriummal

		Ca	K	Mg	Na	P	S
		g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg
15 átlag	Minta1	16.06	17.77	3.07	1.24	2.89	2.34
Külső kontrol	Minta1	16.30	17.80	3.07	1.33	2.66	
15 átlag	Minta2	7.32	12.17	2.91	1.89	3.58	2.17
Külső kontrol	Minta2	7.00	11.40	2.73	1.70	3.37	

Tipikus eredmények takarmányminták esetében

	Ca	K	Mg	Na	P	S	Cu	Zn	Mn
Takarmány	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
TMR-NT	6.48	18.4	2.66	1.41	3.25	1.79	43.7	97.6	109
TMR-EK	15.1	16.9	2.43	0.34	2.31	1.46	63.9	193	183
Lucernaszenázs	24.0	10.5	3.35	2.55	5.16	1.96	26.4	102	100
koncentrátum	17.1	11.7	3.90	0.80	2.34	2.25	52.3	183	165
kukoricadara	13.6	19.3	2.59	0.40	2.55	1.99	23.3	98.7	109
Lucernaszenázs	11.7	34.7	3.21	0.43	2.65	2.15	26.5	103	125



Plazmaminta elemtartalmának meghatározása ICP-OES módszerrel

Előkészítés: 50 µl heparint tartalmazó kémcsőbe vesznek mintegy 20 ml vérmintát (véralvadás megakadályozása). A mintát 4000-es fordulaton 10 percig centrifugáljuk. Így kapjuk meg a vérplazmát.

Előkészítés roncsolással:

2 ml plazmát+ 2.5 ml HNO₃+2.5 ml H₂O₂-ot bemérünk a CEM MARS 6 mikrohullámú feltáró Express edényeibe. Elindítjuk a feltáró programot.

Feltáró program:

Ramp: 35 perc; Hőmérséklet : 200 °C; hold: 50 perc; energia: 1700 W

A feltárás befejezése után 3 ml desztillált vizet pipetázunk a feltáró edényekbe, és összerázzuk. (10 ml végtérfogat; 5-szörös hígítás a plazmából).

1 mg/l Y belső standard alkalmazása mellett Perkin Elmer Optima 8300 ICP-OES készülékkel mérjük.

Előkészítés tritonos hígítással:

1 ml plazma+4 ml tritonos hígító. Végtérfogat: 5 ml.

Tritonos hígító: 0.0 5% triton+0.5% HNO₃. Készítése: 0.7 ml HNO₃ és 50 µl Triton/100 ml!

1 mg/l Y belső standard alkalmazása mellett Perkin Elmer Optima 8300 ICP-OES készülékkel mérjük.

Analitikai módszer főbb paramétere

Elem	Vonal nm	Megfigyelés (rad/ax)	Kalibráció tartomány mg/l
Ca	317.929	rad	0-100
K	766.483	rad	0-200
Mg	279.074	rad	0-100
Na	589.574	rad	0-500
P	213.614	ax	0-25
S	181.973	ax	0-166
Cu	327.392	ax	0-5
Zn	213.854	ax	0-5
Mn	257.605	ax	0-5
Cr	205.557	ax	0-5
Fe	259.936	ax	0-5
Mo	202.029	ax	0-5
As	188.978	ax	0-5
Cd	228.802	ax	0-5
Pb	220.35	ax	0-5
Y (Int std)	371.025	ax	
Y (Int std)	360.071	rad	



Módszer	resolution	Read	Delay	Plazmagáz l/perc	Aux l/perc	Nebu l/prc	Power Watt
Vérplazma	High	Auto 1-5 sec	40 sec	12	0.2	0,7	1300

Kalibráció	porlasztó	ködkamra	párhuzamosok száma	argon nedvesítő	Peak algoritmus
Lin thru 0	Burgener PEEK MIRA MIST	ciklon	3	igen	Area

Mutató	Mértékegység	Kutya	Macska	Ló	Szarvas-marha	Sertés	Juh	Kecske
Lipáz	U/l	< 800	< 800	40-80	Nincs adat	Nincs adat	Nincs adat	Nincs adat
Lipid, összes (TL)	g/l	5-7	1-4	3-7	2-4	3-5,5	1-2	1,5-2,5
Magnézium	mmol/l	0,8-1,2	0,9-1,3	0,8-1,2	0,7-1,1	0,6-1,3	0,8-1,5	0,9-1,7
Nátrium	mmol/l	135-155	140-155	130-155	135-155	130-150	145-155	145-155
Ozmolalitás	mozmol/kg	290-320	290-320	270-300	280-300	300-310	Nincs adat	Nincs adat
Sav-bázis egyensúly								
■ vénás vér								
pH		7,35-7,45	7,35-7,40	7,3-7,45	7,35-7,5	7,35-7,5	7,35-7,5	7,35-7,5
$p_{CO_2}^*$	Hgmm	32-50	35-40	40-45	35-45	40-45	40-45	40-45
	kPa	4,3-6,7	4,7-5,3	5,3-5,9	4,7-5,9	5,3-5,9	5,3-5,9	5,3-5,9
$p_{O_2}^*$	Hgmm	25-50	35-45	35-45	35-40	40-45	35-45	40-50
	kPa	3,3-6,7	4,7-5,9	4,7-5,9	4,7-5,3	5,3-5,9	4,7-5,9	5,3-6,7
TCO_2	mmol/l	20-30	25-35	25-30	25-30	25-30	25-30	25-30
HCO_3^-	mmol/l	20-25	18-20	25-35	20-30	20-25	20-30	20-30
BE	mmol/l	±3,5	±3,5	±2,5	±3,5	±3,5	±4	±5
■ artériás vér								
pH		7,35-7,45	7,36-7,44	7,38-7,45	7,3-7,5	7,4-7,5	7,4-7,5	7,4-7,5
$p_{CO_2}^*$	Hgmm	30-45	28-32	35-45	35-45	30-40	35-40	35-40
	kPa	4-5,9	3,7-4,3	4,7-5,9	4,7-5,9	4-5,3	4,7-5,9	4,7-5,9
$p_{O_2}^*$	Hgmm	90-100	90-100	70-95	70-95	80-95	80-95	85-95
	kPa	11,9-13,3	11,9-11,3	9,3-12,6	10,6-12,6	10,6-12,6	10,6-12,6	11,3-12,6
TCO_2	mmol/l	25-27	20-25	23-28	23-28	23-28	23-28	23-28
HCO_3^-	mmol/l	24-26	20-22	22-26	22-28	20-30	20-30	20-30
BE	mmol/l	±3,5	±3,5	±2,5	±3,5	±3,5	±3,5	±3,5
Réz	μmol/l	12-18	10-20	20-28	7-20	15-40	10-25	10-20

Referencia értékek vérplazmából

Állatorvosi klinikai
laboratóriumi diagnosztika
Dr. Gaál Tibor 1999, SÍK kiadó

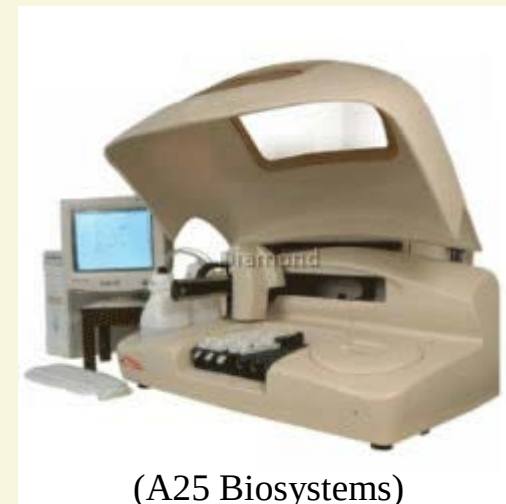
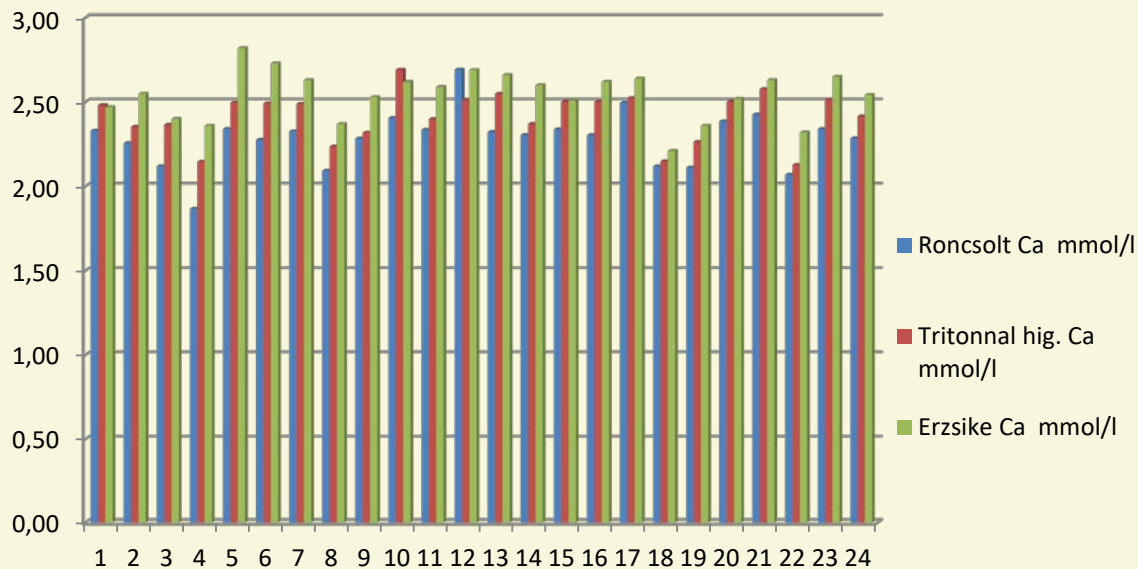
Perkin Elmer
Atomspektroszkópiai
Szeminárium, Budapest, 2016.
okt. 17.

Vérplazma értékek

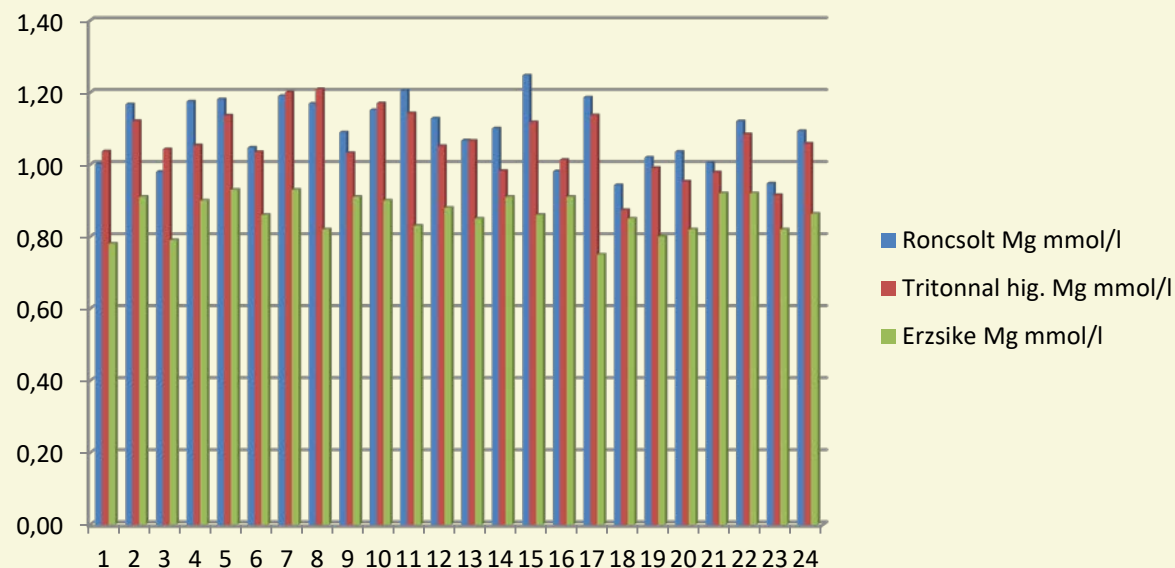
vérplazma	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Na	P	Pb	S	Zn
	mmol/l	μmol/l	μmol/l	μmol/l	μmol/l	μmol/l	mmol/l	mmol/l	μmol/l	μmol/l	mmol/l	mmol/l	μmol/l	mmol/l	μmol/l
1	2.28	0.037	<0.2	<0.2	18.0	20.7	5.58	0.98	0.046	<0.2	122	3.12	<0.1	25.6	13.9
2	2.24	0.041	<0.2	<0.2	12.0	22.6	6.13	0.94	0.051	<0.2	124	3.38	<0.1	28.8	13.6
3	2.20	0.048	<0.2	<0.2	19.1	17.7	6.53	0.94	0.046	<0.2	125	3.12	<0.1	26.4	13.7
4	2.30	0.061	<0.2	<0.2	21.0	10.1	5.89	0.91	0.047	<0.2	122	3.57	<0.1	28.9	14.7
5	2.38	0.051	<0.2	<0.2	15.8	25.8	6.29	0.97	0.061	<0.2	134	3.70	<0.1	26.5	15.9
6	2.09	0.046	<0.2	<0.2	18.5	11.4	4.98	0.92	0.053	<0.2	122	3.13	<0.1	26.8	15.2

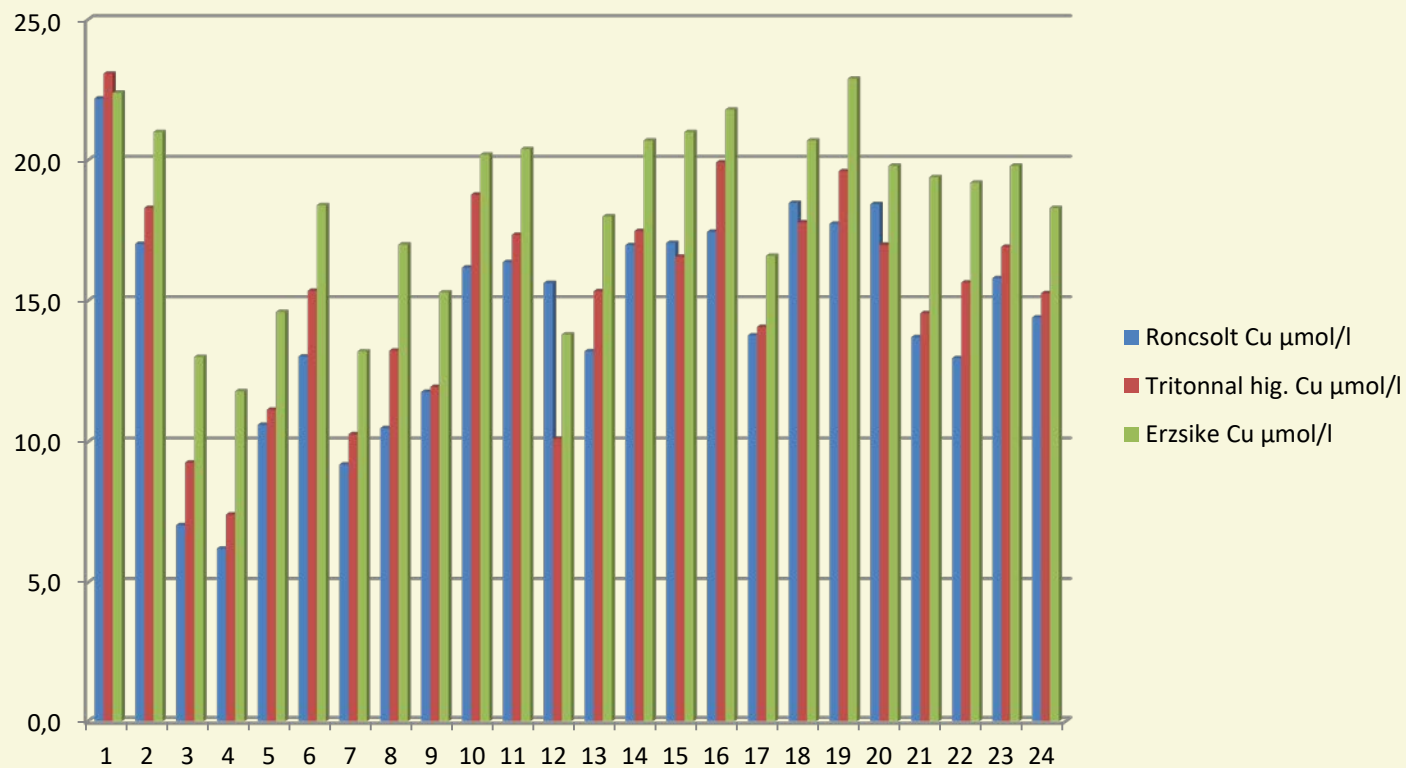
vérplazma	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Na	P	Pb	S	Zn
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L
1	20.1	0.0015	<0.002	<0.002	0.192	0.335	40.1	3.74	0.0004	<0.002	583	23.4	<0.002	188	0.231
2	19.3	0.0011	<0.002	<0.002	0.237	0.281	54.9	3.77	0.0004	<0.002	562	22.1	<0.002	173	0.173
3	18.5	0.0011	<0.002	<0.002	0.201	0.260	52.3	3.29	0.0004	<0.002	565	20.5	<0.002	163	0.172
4	19.8	0.0011	<0.002	<0.002	0.165	0.252	67.3	3.65	0.0003	<0.002	594	24.9	<0.002	177	0.184
5	17.8	0.0013	<0.002	<0.002	0.184	0.184	50.7	3.91	0.0004	<0.002	570	24.2	<0.002	177	0.126
6	18.8	0.0012	<0.002	<0.002	0.193	0.255	61.6	3.84	0.0004	<0.002	547	22.3	<0.002	171	0.194

Eredmények összehasonlítása: Mérések roncsolt mintából; tritonos higítást követően és spektrofotometriásan



(A25 Biosystems)





Szőr és Csülökszaru minták meghatározása

Előkészítés:

Szörmintánál: a minta mosása forró csapvízben többszöri öblítéssel (habzás elmúltáig)
50 térfogat %-os etanolban (200 ml etanol+200 ml desztillált víz) áztatjuk a szőrt (zsírtalanítás)
85 °C-on szárítjuk 1 órán át
5 súly %-os EDTA (Na só) oldattal áztatjuk 1 órán át.
2-szeres öblítés desztillált vízben, majd szárítás 85 °C -on.

Roncsolás:

A kiszárított mintából 0.5 g-ot bemérünk a CEM MARS 6 mikrohullámú feltáró Express edényeibe. Adunk hozzá 5 ml cc HNO_3 - at, 5 ml H_2O_2 -ot és elindítjuk a feltáró programot

Feltáró program:

Ramp: 35 perc; Hőmérséklet: 200 °C; hold: 50 perc; energia: 1700 W

A feltárt mintát 25 ml-re töltjük és 2*-es hígítás után mérjük 1 mg/l Y belső standard alkalmazása mellett Perkin Elmer Optima 8300 ICP-OES készülékkel. Méréshez: 5 ml minta+5 ml desztillált víz +0.1ml 100 mg/l-es Y oldat.

Mért komponensek : Al, As, Ca, Cd,Co,Cr, Cu,Fe,K, Mg, Mn, Mo, Na, P, Pb, S, Se, Zn. A kén mérése 181.975 nm) miatt az optikát öblíteni kell.

Tipikus értékek szőrmintákban

	fűlszám	As	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Na	P	Pb	S	Zn
Szőrminták		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
1	3082	<0.2	2604	<0.05	<0.05	<0.05	21.5	18.5	14.5	253	13.7	<0.5	6.75	158	<0.1	38966	138
2	9705	<0.2	2341	<0.05	<0.05	<0.05	28.2	15.0	14.8	246	13.1	<0.5	9.58	155	<0.1	38913	131
3	9300	<0.2	1964	<0.05	<0.05	<0.05	23.5	4.85	10.3	204	8.56	<0.5	5.52	133	<0.1	36852	116
4	3703	<0.2	2038	<0.05	<0.05	<0.05	43.4	17.5	7.3	210	12.8	<0.5	4.88	130	<0.1	37252	134
5	3646	<0.2	2930	<0.05	<0.05	<0.05	38.0	12.1	19.8	370	23.8	<0.5	10.8	156	<0.1	38515	139
6	7377	<0.2	1979	<0.05	<0.05	<0.05	40.5	25.0	19.7	232	8.10	<0.5	8.35	168	<0.1	34586	132
7	8406	<0.2	2494	<0.05	<0.05	<0.05	30.0	15.4	17.8	375	17.5	<0.5	11.2	139	<0.1	33327	119
8	1859	<0.2	2723	<0.05	<0.05	<0.05	26.3	16.1	20.7	297	12.4	<0.5	14.3	118	<0.1	36174	132
9	5180	<0.2	2276	<0.05	<0.05	<0.05	56.0	41.2	19.5	239	16.3	<0.5	5.44	135	<0.1	35729	135
10	3953	<0.2	2387	<0.05	<0.05	<0.05	50.0	30.6	17.2	265	17.7	<0.5	9.08	133	<0.1	35380	139

Hús, hal ill. madártoll minták meghatározása

0.5 g minta +5 ml cc HNO_3 + 5 ml H_2O_2 . Bemérjük a CEM MARS Express mikrohullámú feltáró edényeibe. Elindítjuk a programot. Ramp=35 perc; hőmérséklet=200 C; hold: 50 perc; 1700 watt. Feltárás után 25 ml-re töltjük, majd 2-szeres hígításból mérünk PE Optima 8300 ICP-OES-sel. 1 ppm Y belső standard és 0.25 ppm Au stabilizátor alkalmazásával.

Minta azonosító		As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Zn
Húsminták		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
1/vese		<0.2	<0.5	0.83	0.059	0.034	9.84	<0.2	1.440	<0.5	<0.2	0.95	69.4
1/izom		<0.2	<0.5	<0.02	<0.05	<0.05	2.31	<0.2	0.289	<0.5	<0.2	<0.1	11.2
1/máj		<0.2	<0.5	0.09	0.05	0.043	3.06	<0.2	3.292	0.911	<0.2	0.205	27.9
1/zsír		<0.2	<0.5	<0.02	<0.05	<0.05	<0.05	<0.2	<0.05	<0.5	<0.2	0.979	0.6
Kimutatási határ		0.20	0.50	0.02	0.05	0.05	0.05	0.2	0.050	0.5	0.2	0.1	0.05

Minta azonosító		As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Zn
Tengeri minták		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Feketekagyló-Dán		2.14	<0.5	0.450	0.137	0.099	2.02	<0.2	3.80	<0.5	<0.2	<0.1	16.1
Feketekagyló-Dán		2.02	<0.5	0.438	0.155	<0.05	1.44	<0.2	2.31	<0.5	<0.2	<0.1	22.6
Feketekagyló		1.33	<0.5	0.327	<0.05	<0.05	1.10	<0.2	0.68	<0.5	<0.2	<0.1	49.6
Feketekagyló		1.50	<0.5	0.440	0.05	<0.05	1.28	<0.2	0.58	<0.5	<0.2	<0.1	92.1
Osztriga-Francia		2.64	<0.5	0.421	<0.05	<0.05	22.1	<0.2	6.15	<0.5	<0.2	<0.1	264
Osztriga-Francia		2.65	<0.5	0.365	<0.05	<0.05	35.3	<0.2	6.14	<0.5	<0.2	<0.1	266
Osztriga-Francia		3.59	<0.5	0.308	<0.05	<0.05	14.8	<0.2	2.43	<0.5	<0.2	<0.1	154
Kimutatási határ		0.2	0.5	0.02	0.05	0.05	0.05	0.2	0.05	0.5	0.2	0.1	0.05

Tipikus értékek madártoll mintákban

Minta azonosító	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Zn
Madártoll minták	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Erdei fülesbagoly	0.516	4.62	0.061	<0.05	0.501	39.2	0.64	6.93	<0.5	0.385	1.16	156
Erdei fülesbagoly	<0.2	5.58	0.085	<0.05	0.791	76.8	1.09	1.53	<0.5	0.519	1.63	131
Karvaly	<0.2	1.39	0.105	<0.05	0.476	67.0	2.45	1.58	<0.5	0.348	1.05	133
Karvaly	<0.2	4.16	0.092	0.135	1.9	49.8	4.53	5.55	<0.5	0.582	1.89	109
Egerészölyv	<0.2	3.96	0.076	<0.05	0.531	36.8	<0.2	3.34	<0.5	0.446	1.89	178
Egerészölyv	<0.2	1.32	0.098	<0.05	0.275	52.3	0.54	0.49	<0.5	0.458	0.53	67.6
Vetési varjú	0.665	5.74	0.089	<0.05	0.361	40.3	<0.2	7.17	0.55	0.252	0.94	143
Vetési varjú	0.630	12.7	0.120	0.342	1.7	32.4	<0.2	26.0	<0.5	0.949	2.18	115
Vetési varjú	0.411	4.21	0.113	<0.05	0.578	57.6	<0.2	2.76	<0.5	0.397	0.96	119
Kormos varjú	0.799	2.67	0.098	0.071	0.67	59.2	0.76	3.39	<0.5	0.581	1.22	117
Dolmányos varjú	<0.2	2.82	0.099	<0.05	0.767	62.8	0.51	9.01	<0.5	0.493	1.56	136
Kimutatási határ	0.2	0.5	0.02	0.05	0.05	0.05	0.2	0.05	0.5	0.2	0.1	0.05

„Bovine liver NIST 1577 C” SRM visszamért értékek 3 feltárásból

	Hiteles érték	Mért érték 1	Mért érték 2	Mért érték 3
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
As	0.019	<0.2	<0.2	<0.2
Cd	0.097	0.099	0.089	0.098
Co	0.300	0.297	0.281	0.292
Cr	0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Cu	275	268	267	267
Mn	10.46	9.98	9.86	9.95
Mo	3.30	3.36	3.29	3.40
Ni	0.044	<0.2	<0.2	<0.2
Pb	0.063	<0.2	<0.2	<0.2
Se*	2.031	2.05*	2.05*	2.05*
Zn	181	173	172	171
Hg	0.005	<0.2	<0.2	<0.2

* ETA AAS

Perkin Elmer Atomspektroszkópai Szeminárium, Budapest, 2016. okt. 17.

Plazmaminta ill. teljesvér minta Se tartalmának meghatározása

A szelén az emberi szervezet (és az emlősök) számára esszenciális nyomelem. Szelénhiány több betegség kialakulásában is szerepet játszhat .

Kardiovaszkuláris betegségek gyakoriak.

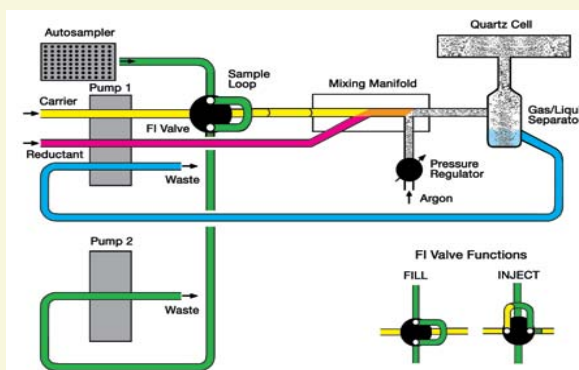
A glutation peroxidáz fő funkciója a szervezetben lévő peroxidok redukciójának elősegítése, antioxidáns, sejtvédő hatás.

A rák és a szelén közötti kapcsolat is kutatás tárgya.

Tanszékünkön fontos kutatási téma a tejhasznú tehenek szelén ellátottságának vizsgálata. Vér és pigmentált szőrminták , valamint a mintázott állatok napi takarmányadagjának szeléntartalmára kellett módszert fejlesztenünk figyelembe véve a laboratórium meglévő műszerállományát.

Vérminták esetében cél volt, hogy lehetőleg roncsolásmentes módszert használjunk. Ez lehetséges volna hígítást követően ICP-OES-sel, ICP-MS-sel ill. AAS-ETA módszerrel. Az AAS-hidrid vagy ICP-OES-hidrid mindenképpen roncsolást igényelne.

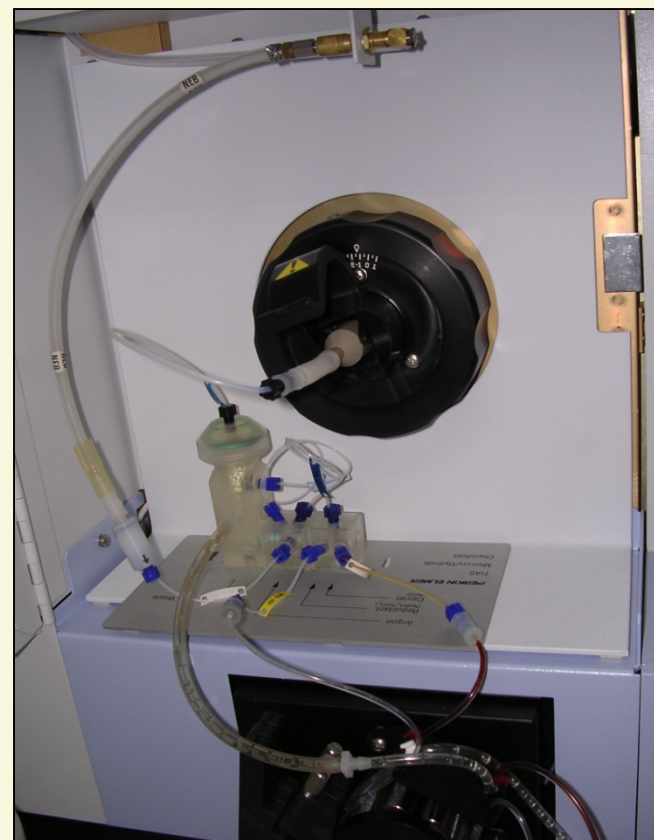
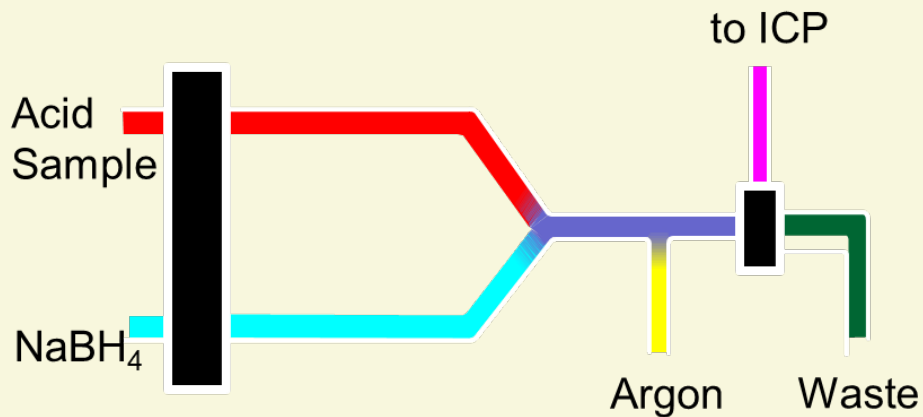
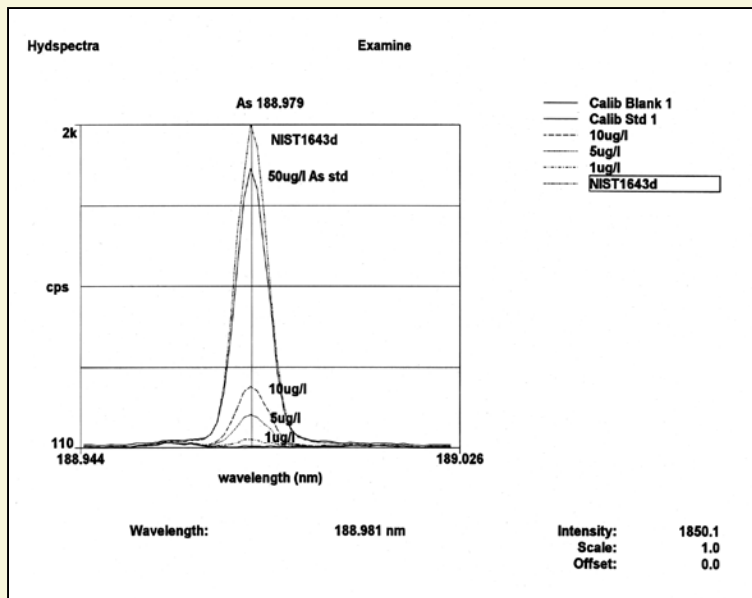
Hidridképző elemek meghatározása FIAS AAS rendszerrel



Schematic diagram of FIAS-400 system for automated hydride generation

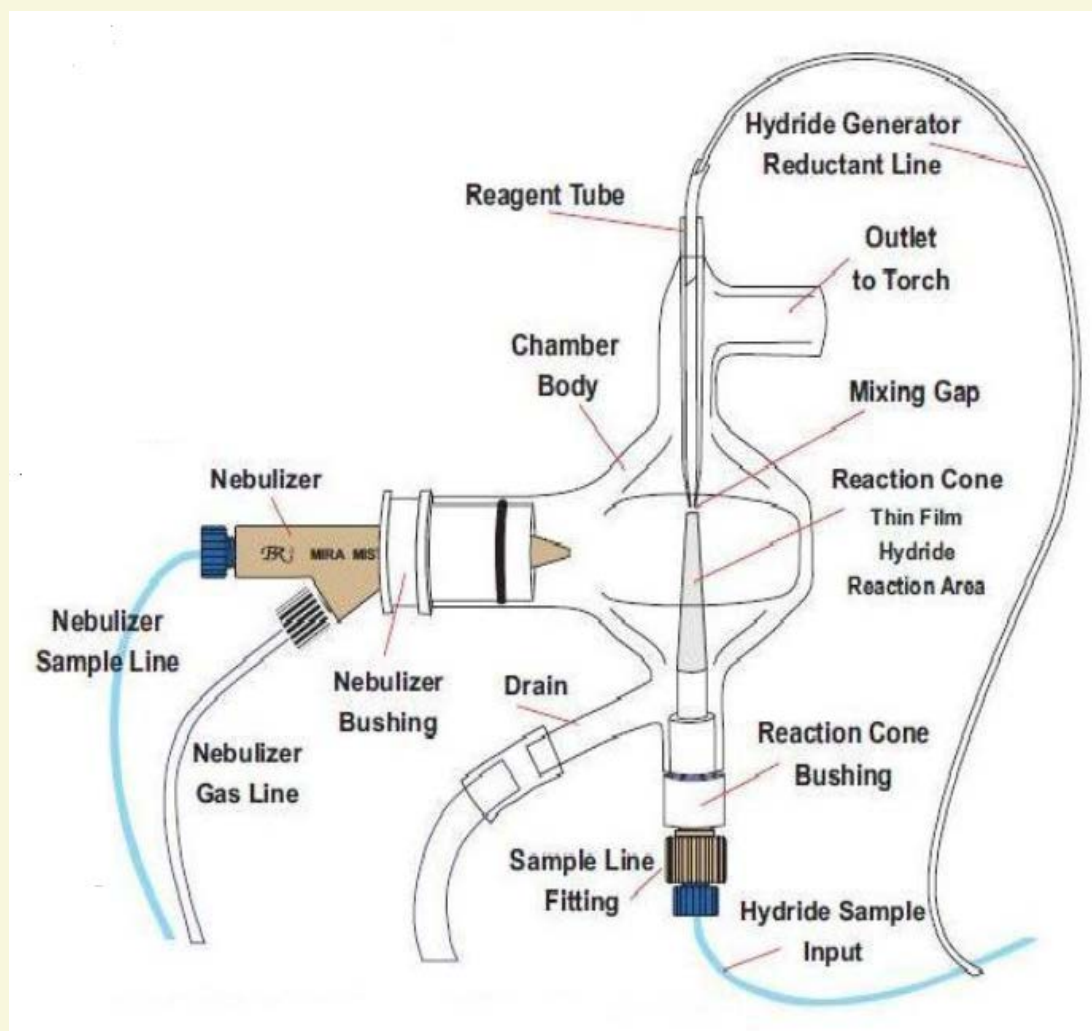


Folyamatos hidridfejlesztő ICP-OES készülékhez (As)

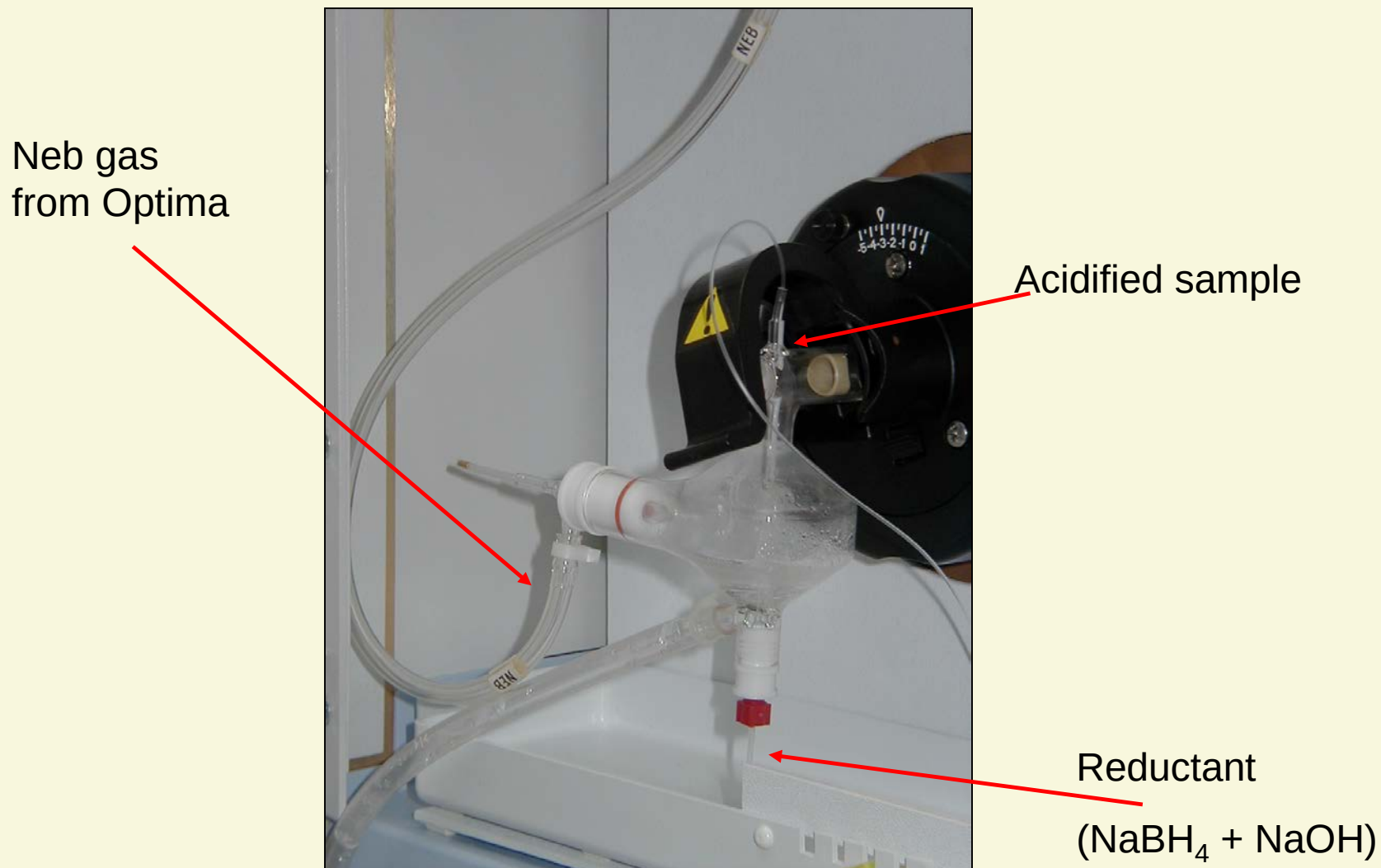


PE Hydride Kit

MSIS or Multimode Sample Introduction System



MSIS or Multimode Sample Introduction System



Plazmaminta ill. teljesvér minta Se tartalmának meghatározása AAS-ETA módszerrel

Előkészítés: 50 µl heparint tartalmazó kémcsőbe vesznek mintegy 20 ml vérmintát (véralvadás megakadályozása). A mintát 4000-es fordulaton 10 percig centrifugáljuk. Így kapjuk meg a vérplazmát.

Előkészítés roncsolással:

1 ml plazmát (vagy teljesvér mintát)+ 2.0 ml HNO₃+2.0 ml H₂O₂-ot bemérünk a CEM MARS 6 mikrohullámú feltáró Express edényeibe. Elindítjuk a feltáró programot.

Feltáró program:

Ramp: 35 perc; Hőmérséklet : 200 °C; hold: 50 perc; energia: 1700 W

A feltárás befejezése után 5 ml desztillált vizet pipetázunk a feltáró edényekbe, és összerázzuk.

A mérést 5 µl mátrixmódosító alkalmazása mellett hajtjuk végre az AAS-el.

Injektált térfogat: 5 ill.10 µl.

A meghatározást elvégezzük roncsolás nélkül, csak a plazma ill teljesvér minta 10-szeres hígítását követően is. (Hígítás: 0.3% HNO₃-al).

Mátrix módosító: 0.1 % Pd és 0.06% Mg(NO₃)₂ Készítése: 1 ml Pd törzsoldat és 0.1 ml Mg(NO₃)₂törzsoldatot 10 ml-re töltünk.

Vérminta Se tartalmának meghatározása ETA-AAS módszerrel

Plazma (roncsolt és roncsolatlan) ill.
teljesvér (roncsolt és roncsolatlan)
tartalom meghatározása

Perkin Elmer PinAAcle 900ZTHGA AAS
módszerrel

THGA grafitcső
Longitudinális Zeeman háttérkorrekció
EDL Se lámpa 193.06 nm
Rész: 2.0 nm
Read time: 5 sec; BOC time: 5 sec

Mátrixmódosító és roncsolási görbék
vizsgálata, összehasonlítása.

Mátrix matching: külső kalibráló
alkalmazása, Seronorm Trace Elements
whole blood I-3 hiteles vérmintára (Se=272
 $\mu\text{g/l}$) „illesztve”.



Perkin Elmer PinAAcle 900Z THGA AAS

Method Editor : Szelén_teljevérből2 (Read Only)

Spectrometer | **Sampler** | Calibration | Checks | QC | Options

Furnace program

Read step: 6 (Default program)

Injection temperature: 20 °C

☐ Extra furnace cleanout (Set...)

Step #	Temp (°C)	Ramp Time (sec)	Hold Time (sec)	Internal Flow (mL/min)	GasType
1	100	10	30	250	Normal
2	130	10	30	250	Normal
3	450	5	30	250	Normal
4	450	1	35	250	Normal
5	1150	5	35	250	Normal
->6	2200	0	5	0	Normal
7	2450	1	3	250	Normal
8					

Furnace Program | Autosampler | Sequence

Method Editor : Szelén_teljevérből2

Spectrometer | **Sampler** | Calibration | Checks | QC | Options

Sample

Volume: 10 µL Diluent volume: 10 µL Diluent location: 141

Matrix modifiers

#1 volume: 5 µL Location: 121

☒ Add to calibration blank and standards

☒ Add to reagent blank and samples

#2 volume: 0 µL Location: 1

☒ Add to calibration blank and standards

☒ Add to reagent blank and samples

Furnace Program | Autosampler | Sequence

Method Editor : Szelén_teljevérből2

Spectrometer | **Sampler** | Calibration | Checks | QC | Options

Autosampler and furnace sequence

Step	Actions and Parameters
A	Pipet diluent + modifier 1 + spike + sample/std
B	Run furnace steps 1 to end
C	
D	
E	
F	
G	
H	
I	

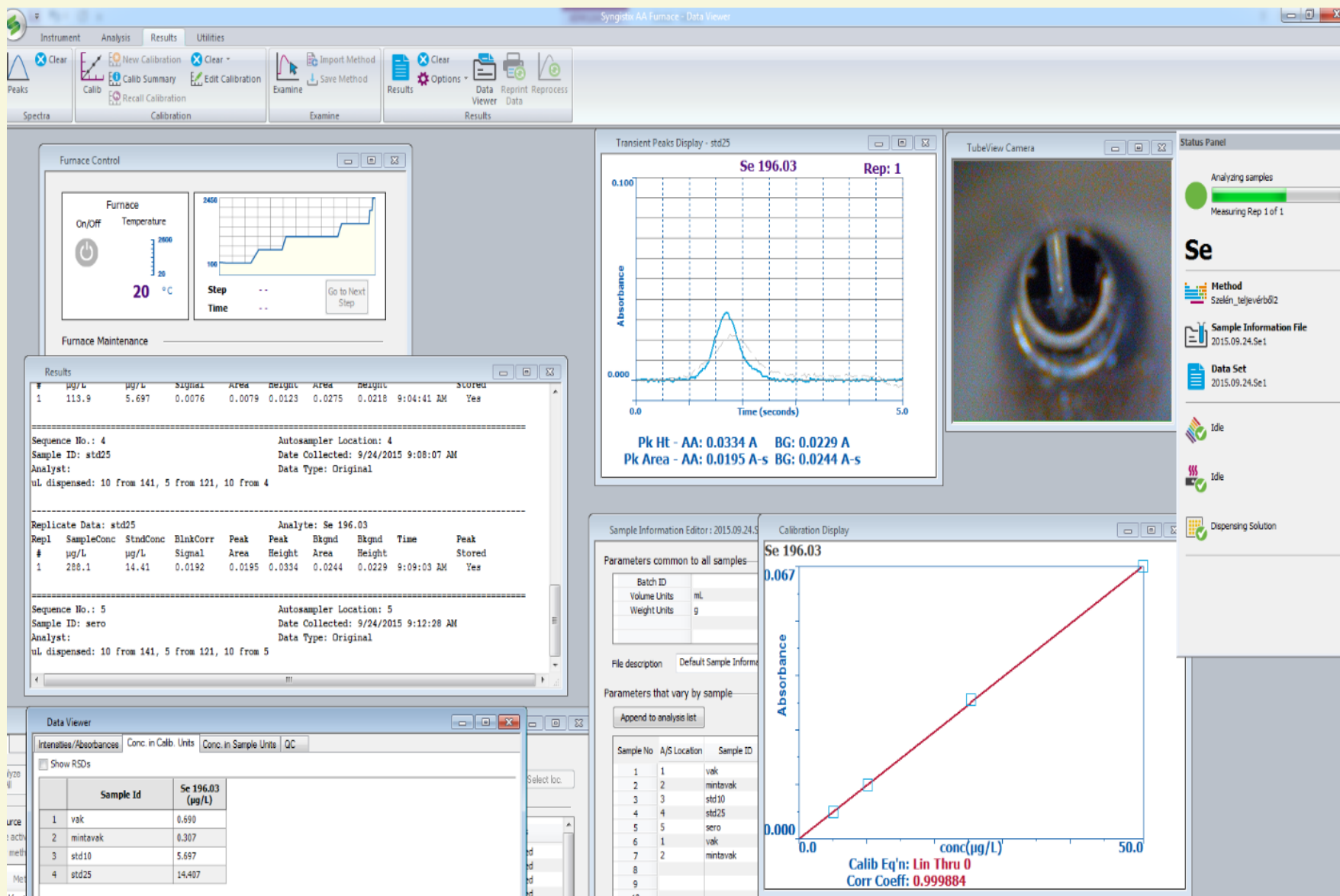
Change sequence: Simple... Custom...

Pipet speed: Take up 100 % Dispensing 100 %

Furnace Program | Autosampler | Sequence

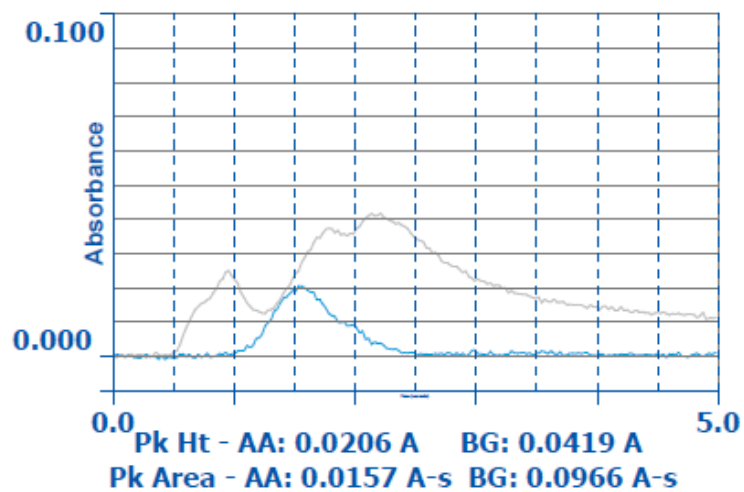
Időigény: 3.5 perc

Mátrix módosító: 5 ul
0.1% Pd és 0.06% Mg(NO₃)₂



Se 196.03

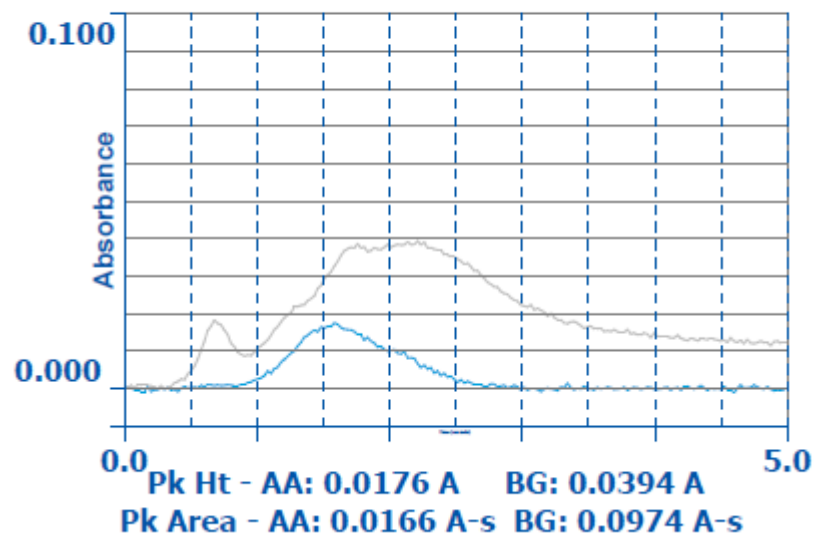
Rep: 1



10 μ l roncsolatlan vér

Se 196.03

Rep: 1



10 μ l roncsolt vér

Spike-olt minták 5 és 10 µl adagolás esetén

	Sample Id	Se 196.03 (µg/L)
7		10 ul adagolással matrix matching faktor_1.26
8	sero*10/10ul	272
9	sero2*10/10ul	274
10	sero*10+300/10ul	563
11	sero*10+600/10ul	862

	Sample Id	Se 196.03 (µg/L)
7		5 ul adagoláskor matrix matching faktor_1.10
8	sero*10/5ul	272
9	sero2*10/5ul	277
10	sero*10+300/5ul	565
11	sero*10+600/5ul	905

Kimutatási határ: DI: 0.59 µg/l; 5 µl adagolás esetén. Karakterisztikus tömeg: 16.9 pg.

A hígítást és az adagolást figyelembe véve ez megfelel 24 µg/l teljes vérre számolva.

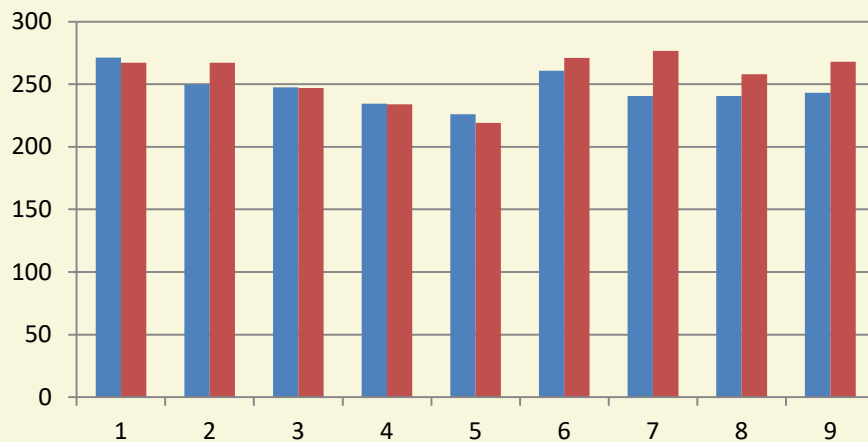
Ez 10 µl adagolás esetén és „end cap” grafitcsövet alkalmazva mintegy 6 µg/l-re csökkenthető.

Teljesvér Se tartalma általában 60-300 µg/l tartományba esik, 50 µg/l alatt erősen szelénhiányos az állomány.

Takarmányminta mérésekor az elroncsolt mintából (0.5 g minta 25 ml-re töltve) 5 µl-t adagolva a kimutatási határ 0.1 ppm-nek adódik.

Összehasonlítás: Se tartalom roncsolt és nem roncsolt teljesvér mintákból

	roncsolt	Nem roncsolt
	(µg/L)	(µg/L)
sero*/10	277	277
15118A/1	271	267
15118A/2	250	267
15118A/3	247	247
15118A/4	234	234
15118A/5	226	219
15118A/6	261	271
15118A/7	241	277
15118A/8	240	258
15118A/9	243	268



Hígított teljesvér minták



**10-szeres hígítás 0.3%-os
HNO₃-mal**

**10-szeres hígítás EDTA-ammónia
keverékkel
0.25 g triton+0.25 g EDTA*2
H₂O+2.75 ml 25% NH₃ oldatot
töltünk 500 ml-re.**



Mn tartalom meghatározása vérből

Furnace Program

Step	Temp (C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1300	10	30	250	Normal
4	2000	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature (C) : 20

No extra furnace cleanout.

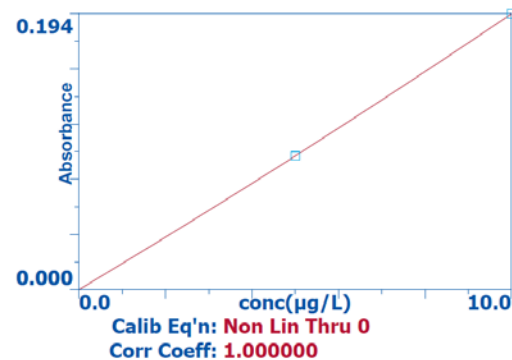
Furnace Autosampler

Sample
Volume : 20 uL Diluent Volume : 0 uL Diluent Location : 141

Method: Mn_vérből
Result: 2015.09.14.Mn5

Calib

Mn 279.48



Sample Id	Mn 279.48 (µg/L)	Mn 279.48 (µg/L)	Mn 257.610 (µg/L)	
	Teljesvér-AAS	Plazma-AAS	Plazma-ICP	Teljes/plazma
	ug/l	ug/l	ug/l	
15131/1	7.29	2.28	3.02	3.20
15131/2	6.50	3.60	2.49	1.81
15131/3	9.10	3.50	3.04	2.60
15131/4	8.55	4.20	3.63	2.04
15131/5	8.44	4.20	3.48	2.01
15131/6	5.15	2.60	4.23	1.98
15131/7	5.47	2.00	2.84	2.74
15131/8	9.12	2.30	4.43	3.97
15131/9	6.80	2.50	4.27	2.72
15131/10	5.70	2.40	2.91	2.38
Átlag	7.21	2.96	3.43	2.54

Élelmiszerek szervesetlen arzéntartalmára már van határérték. Pl. a rizs esetében ez kisebb kell legyen, mint átlagosan 0.2 ppm.

Determination of inorganic arsenic in food without hyphenated technique

A módszer azon alapul, hogy tömény sósavas kezeléssel elroncsoljuk a protein mátrixot, majd kloroformmal extraháljuk a szervesetlen arzént a savas oldatból.

Mérés előtt még egy visszaextrahálást is alkalmazunk tisztítási célból.

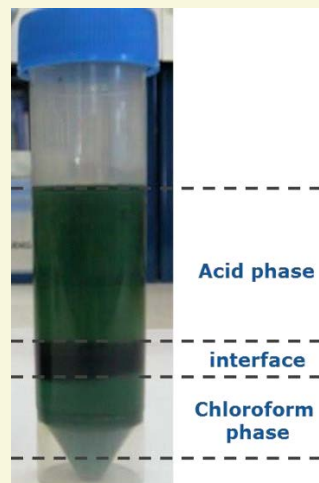
A meghatározást FI-HG-AAS módszerrel végzik.



Dernovics Mihály: MTA-KFKI 2015.12.04



1.Step : Hydrolysis overnight



2.Step : Extraction into chloroform



3.Step : Filtration of chloroform phase after centrifuation



4. Step : Back extraction, then mineralization with HNO_3



5.Step : FI-HG-AAS determinationiz

A BIZOTTSÁG (EU) 2015/1006 RENDELETE

(2015. június 25.)

az 1881/2006/EK rendeletnek az élelmiszerekben előforduló szerves arzén mennyiségének felső határértékei tekintetében történő módosításáról

1. A 3. szakasz 3.4. Ön (szerves) pontja után a melléklet a következő ponttal egészül ki:

„3.5.	Arzén (szerves) ⁽⁵⁰⁾ ⁽⁵¹⁾	
3.5.1.	Nem előfőzött hántolt rizs (fényezett vagy fehér rizs)	0,20
3.5.2.	Előfőzött rizs és előhántolt rizs	0,25
3.5.3.	Rizstallérok, rizsostya, rizskekszek és rizspogácsák	0,30
3.5.4.	Csecsemők és kisgyermek számára készülő ételek előállításához használt rizs ⁽³⁾	0,10”

2. A melléklet a következő (50) és (51) megjegyzésekkel egészül ki:

„⁽⁵⁰⁾ As(III) és As(V) összesen.

Dernovics Mihály: MTA-KFKI 2015.12.04



Köszönöm a figyelmet