

Új típusú, zárt edényzetű, hazai mikrohullámú roncsolóberendezés biológiai minták feltárására

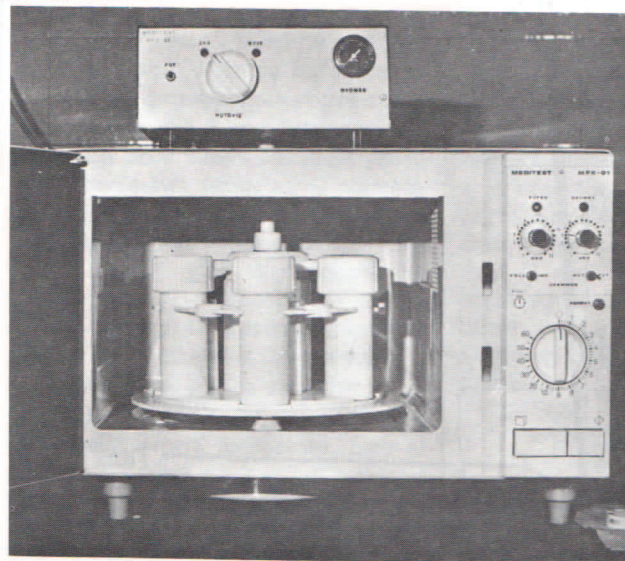
Dr. Heltai György* – Percsich Kálmán*

A kémiai (elemi) összetétel meghatározására szolgáló elemzési módszerek alkalmazásához általában szükség van a minta feloldására. Különösen fontos ez olyan esetekben, amikor az elemzéshez szükséges standard minták nem állnak rendelkezésre, vagy nem is állíthatók elő mesterségesen. Kőzetek, talajok, biológiai és élelmiszer minták vizsgálatakor gyakran az oldatba vitel jelenti az egyedüli lehetséges utját a megbízható elemzésnek. Oldatok elemi összetételének meghatározására az analitikai atomspektroszkópia módszereinek ma széles skálája áll rendelkezésre monoelemes (atomabszorpciós technikák) és sokelemes (plazmaemissziós technikák) változatokban. E nagy teljesítőképességű módszerek alkalmazásának előfeltétele a hatékony mintaelőkészítés, a minták gyors és kontamináció mentes feltárása!

Szervesanyagtartalmú minták feltárásának hagyományos módja a roncsolás oxidatív tömény savakban (savkeverékekben) magas hőmérsékleten. A nyitott edényekben végzett roncsolásnál mindig fennáll a kontamináció és az anyagvesztés veszélye. Zárt teflonedényeket, nyomástartó acélköpenyben hevítve, már hosszabb ideje alkalmaznak ilyen célra. Ezek kezelése azonban nehézkes és nagy mintasorozatok feltárására nem alkalmasak.

Az utóbbi években egyre jobban elterjedt a nyomásálló teflonedényekben zárt minták hevítése mikrohullámú besugárzással, mivel a mikrohullámabszorpció következtében fellépő melegedés és az anyag/sugárzás közvetlen kölcsönhatása következtében lerövidül a roncsolási idő. Az ilyen típusú berendezések már jól alkalmazhatók nagy mintasorozatok feltárására is.

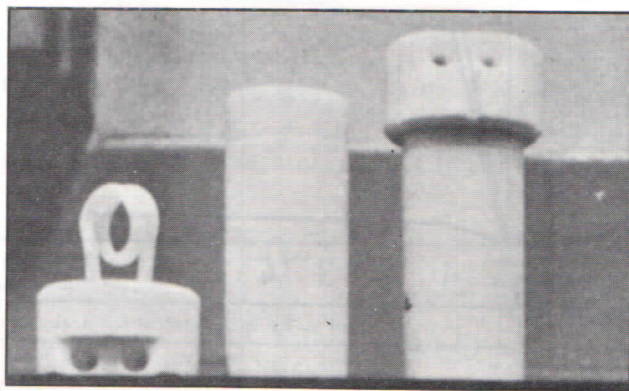
Néhány éve Magyarországon is megjelentek a legnagyobb gyártók, akik (pl. MILESTONE, CEM) a 2,45 GHz tartományban működő 800–1200 W teljesítményű készülékeket kínálnak a felhasználóknak. Ezek a berendezések mikroprocesszorral vezérelt, jól automatizált eszközök, amelyek többcélú szabályozó berendezéssel vannak felszerelve, tekintettel a rendszerre jellemző 80–120 bar üzemi nyomásra. Ez a felszereltség és a nyomásálló edényzet az oka a magas árnak: 1,2–1,6 millió Ft.



1. ábra Új típusú mikrohullámú roncsolóberendezés

Az általunk kifejlesztett új típusú roncsolóedény konstrukció segítségével sikerült egy lényegesen olcsóbb mikrohullámú feltáró berendezést megvalósítani. Ennek teljesítőképessége a forgalomban levő készülékével gyakorlatilag azonos. Berendezésünket biológiai minták roncsolására fejlesztettük ki, mivel laboratóriumunk profilja ezt igényelte elsősorban. (1. ábra)

A megoldás újszerűsége az edénybe benyúló hűtőspirál alkalmazásában van (2. ábra), melynek hatására a forráskor keletkező víz- és savgőz kondenzál, folyamatos reflux alakul ki az edény belsejében.



2. ábra Új típusú roncsolóedény

Ez elősegíti a keletkező gázok részleges elnyelődését is. Mindezek következtében, méréseink szerint, zárt edényben 2–3 bar túlnyomás alakul ki. A LeChatelier-Brown törvényt figyelembe véve ez a csekély túlnyomás a roncsolás során kedvező lehet a bomlási folyamatokra.

A roncsoláshoz salétromsav-hidrogénperoxid elegyet használnak. A légszáraz, őrölt mintából max. 0,5 g-ot teszünk a feltáróedénybe és 5–10 ml roncsoló elegyet adunk hozzá (a végtérfogatra történő hígítás mértéke szerint). Az edényeket lezárjuk és a készülékbe helyezzük. A roncsolási idő általában 5–10 perc. A roncsolási időt a különböző mátrixokra a feltárási idő és a nyitott oldatban mérhető elem koncentrációjának grafikus ábrázolása alapján állapíthatjuk meg (3., 4. ábra). A grafikonok „telítési” jellegét mutatnak.

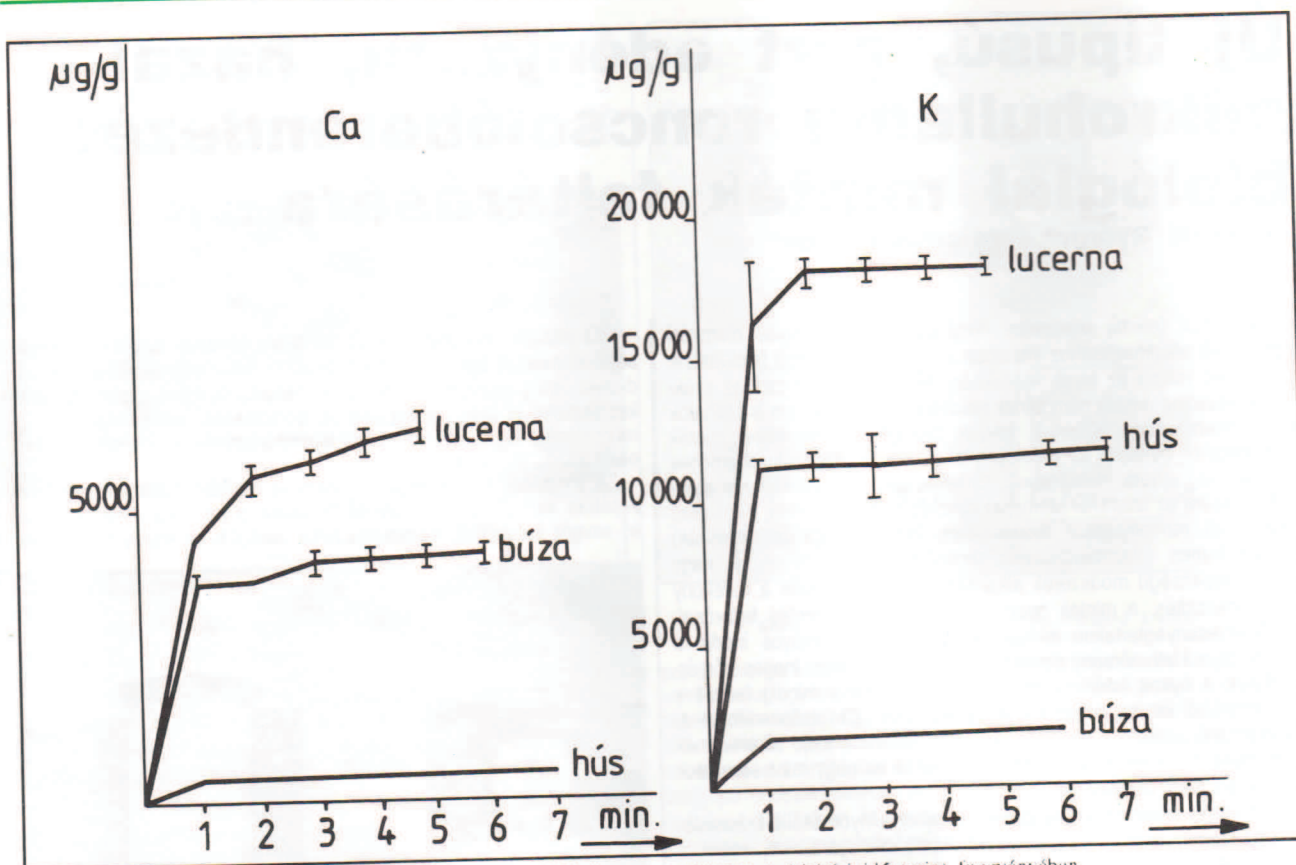
Az 1. táblázatban a hagyományos teflonbombás feltárással és az általunk kifejlesztett berendezésben végzett feltárással kapott elemzési eredményeket mutatjuk be. Megállapítható: az elemzési eredmények jól egyeznek.

1. táblázat
Paradicsom gyümölcs összehasonlító roncsolási eredményei

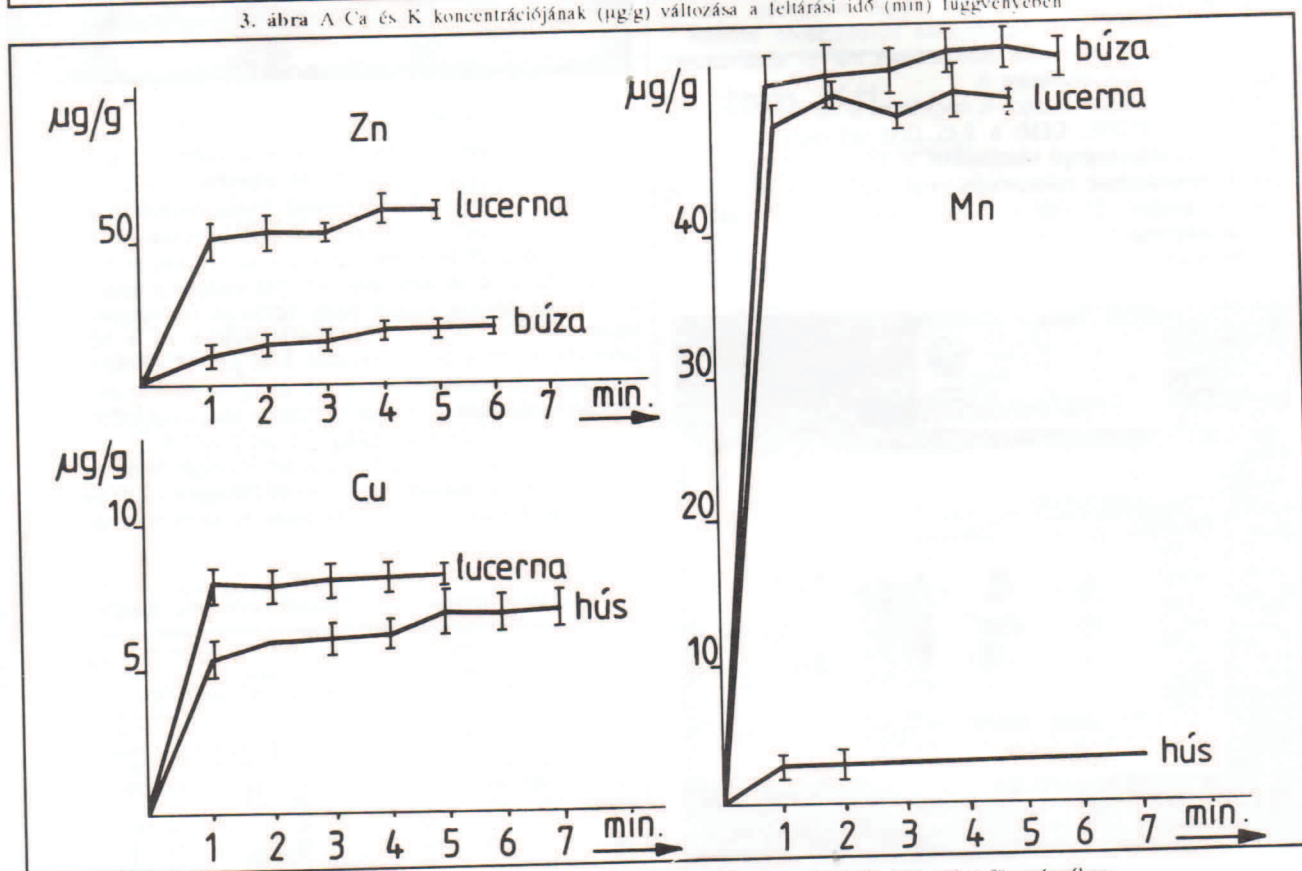
Mg		Ca		Fe		Cu		Zn	
mg/kg									
t.	m.	t.	m.	t.	m.	t.	m.	t.	m.
2345	2586	2669	2708	90	91	70	72	29	28
2450	2398	2342	2460	65	62	62	65	26	26
1899	2085	2400	2505	60	60	62	65	39	38
1800	1733	1907	2505	90	92	101	98	27	30
1588	1753	1333	1425	53	57	54	59	19	21
1609	1683	1577	1613	61	60	40	44	15	18
2009	1933	1870	1940	68	66	50	52	18	18
2289	2378	2200	2118	62	66	63	67	22	23
1800	1875	1140	1370	66	69	62	60	33	33
1800	2000	1907	2090	35	39	49	51	23	22

t = teflonbombás feltárás; m = mikrohullámú feltárás

* Gödöllői Agrártudományi Egyetem Kémiai és Biokémiai Tanszék, Központi Laboratórium



3. ábra A Ca és K koncentrációjának (µg/g) változása a feltárási idő (min) függvényében



4. ábra A Zn, Cu és Mn koncentrációjának (µg/g) változása a feltárási idő (min) függvényében

Jelenleg a berendezéshez tartozó „receptkönyv” részletes kidolgozása folyik. További célunk az újszerű megoldásra alapozott, savas fehérjehidrolizáló berendezés kifejlesztése is, amellyel a hidrolízis ideje a töredékére csökkenthető, s így a biológiai minták aminosav ösz-

szetételének megállapításához szükséges idő is jelentősen csökkenthető.

924 111 082-83