

MEGHÍVÓ

A BUDAPESTI CORVINUS EGYETEM

ÉLELMISZERTUDOMÁNYI

DOKTORI ISKOLÁJA

meghívja Önt

JÓKAINÉ SZATURA ZSUZSANNA

A higanyspeciáció lehetőségei

című PhD értekezésének

2007. november 20-án 12.00 órakor

tartandó nyilvános vitájára.

Témavezető: Fodor Péter, DSc

Helyszín: Budapesti Corvinus Egyetem,

1118 Bp., Villányi út 35-43. „K” épület III. em., KLUBTEREM

A Bíráló Bizottság összetétele:

Elnöke: Biacs Péter, DSc

Tagjai:

Hoschke Ágoston, CSc

Hegedús Attila, PhD

Posta József, DSc

Borszéki János, CSc

Opponensek:

Bartha András, PhD

Heltai György, CSc

Titkár: Hegedús Attila, PhD

Az értekezés megtekinthető

a Budapesti Corvinus Egyetem Budai Entz Ferenc Könyvtárban és Levéltárban

(Budapest, XI., Villányi út 35-43. K. ép. I. em.),

elektronikus változata a <http://phd.lib.uni-corvinus.hu/249/> címen

*A nyilvános vitában minden jelenlévő részt vehet
és írásban előzetesen is észrevételt tehet*

*Dr. Fodor Péter sk
egyetemi tanár
Doktori Iskola Vezetője*

ÖSSZEFOGLALÁS

Doktori munkám során a higanyspeciáció lehetőségeit vizsgáltam két egymástól független analitikai módszer kidolgozása, tanulmányozása, illetve minőségbiztosítása kapcsán.

Az egyik, általam tanulmányozott módszer savas ultrahangos feltáráson, szerves oldószeres extrakción, származékképzésen és GC-MS mérésen alapul.

Ezen igen összetett és sok lépésből álló folyamat egyes részlépéseinek hatásfokát, illetve a lépések közti higany „átvitel” mértékét, az eljárás teljes folyamatára kiterjedő anyagmérleg felállításával határoztam meg. A kísérletek eredményei alapján megállapítottam, hogy a higanyspeciációs gyakorlatban igen népszerűnek számító sósavas feltárás, az általam alkalmazott körülmények között nem elég hatékony a metil-higany kinyerésére, csupán 50-60%-os hatásfokkal jellemezhető. Ugyanakkor az eljárás egyéb lépései (zsírtalanítás, oldószeres extrakció, származékképzés,..stb) során jelentős mértékű veszteséget nem tapasztaltam. Kísérleteim során megvizsgáltam továbbá a higany egy másik szerves módosulatának, az etil-higanynak a stabilitását. Arra voltam kíváncsi, hogy ez, a biológiai mintákban nem található módosulat, melyet éppen ez okból gyakran használnak belső standardnak metil-higany mérésekhez, milyen hatásfokkal „vihető keresztül” a mintaelőkészítés folyamatán. Az eredmények alapján megállapítást nyert, hogy az alkalmazott savas feltárás körülményei között az etil-higany nem stabilis, vagyis belső standardként való alkalmazása helytelen, vagy éppen helytelenül helyesnek ítélt eredményekhez vezethet.

A másik, általam kidolgozott módszer során lúgos-metanolos feltárást és szilárd fázisú mikroextrakciót megvalósító mintaelőkészítést, gázkromatográfiás elválasztást és atomfluoreszcens detektálást alkalmaztam. A detektálás higanyspecifikus jellege, valamint az SPME által megvalósított dúsítás és nagyhatékonyságú mintabevitel eredményeképpen szelektív, és az előzőhöz képest alacsonyabb kimutatási határral rendelkező technikát sikerült fejleszteni, mely néhány tíz ppt koncentráció tartományban is nagy biztonsággal használható. A módszer további előnye, hogy gőztéri SPME-t alkalmazva szelektív metil-higanyra nézve, gyorsabb mint az előző, olcsó, ezáltal rutinszerűen is alkalmazható élelmiszerminták elemzésére. A módszervalidálás során bizonyítottam, hogy ellentétben a savas feltárással a lúgos-metanolos hidrolízis hatásfoka gyakorlatilag 100 %. Ugyanakkor viszont a szerves módosulatok stabilitását vizsgálva, megállapítható, hogy a metil-higanyhoz képest az etil-higany ezen lúgos körülmények között is jóval kevésbé tolerálja a feltárás során alkalmazott energiabehatást. Ezek alapján már általános érvényűnek tekinthető az a tapasztalat, hogy az etil-higany belső standardként való alkalmazása meglehetősen kérdéses.

A fejlesztett módszer minőségbiztosítása céljából részt vettem nemzetközi körelemzéseken, az eredmények azt bizonyítják, hogy az eljárás nemzetközi szinten is megállja a helyét.

Manapság a minőségbiztosítás kapcsán egyre gyakoribb elvárás az alkalmazott mérési technikák bizonytalanságbecslésének elvégzése. Ebből adódóan aktuális, — mivel összetett, sok lépésből álló módszerről lévén szó — különösen hasznos és tanulságos vizsgálatnak bizonyult annak a meghatározása, hogy az egyes részfolyamatok bizonytalansága milyen mértékben járul hozzá a mérési folyamat eredő bizonytalanságához. A kísérletsorozat eredményeképp megállapítást nyert, hogy az ultrahangos feltárás folyamata és a kalibráció a legkitikusabb, és a továbbiakban a legnagyobb körültekintést igénylő lépések az eredmények precizitása szempontjából. A derivatizáció, az SPME, és főleg a mintaelőkészítés során alkalmazott térfogat,- és tömegmérések bizonytalansága ebből a szempontból kevésbé lényeges paraméterek.

Végül a vizsgálatok alapján valódi minták mérésére alkalmasabbnak bizonyult, lúgos feltáráson alapuló SPME-GC-AFS módszer segítségével elvégeztem a Magyarországon kereskedelmi forgalomban lévő tengeri halak és hal tartalmú termékek, illetve hazai tenyésztésű édesvízi halak higanyspeciációs elemzését. Az eredmények ismeretében megállapítottam, hogy a vizsgált minták metil-higany és összes higany tartalma jóval az előírt határérték alatt van, vagyis hazánkban a halfogyasztáshoz köthető egészségügyi kockázat elhanyagolható.