

# MEGHÍVÓ

A BUDAPESTI CORVINUS EGYETEM

ÉLELMISZERTUDOMÁNYI

DOKTORI ISKOLÁJA

meghívja Önt

**SCHÄFFER RICHÁRD**

**CSATOLT TECHNIKÁK FEJLESZTÉSE ÉS ALKALMAZÁSA  
ARZÉN MÓDOSULATOK MEGHATÁROZÁSÁRA**

című PhD értekezésének

**2007. október 29-én du. 13.00 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**

**Kovács Béla, PhD**

**Rácz László, CSc**

**Stefánka Zsolt, PhD**

**Opponensek:**

**Bartha András, PhD**

**Szabó Pál, PhD**

**Titkár: Stefánka Zsolt, PhD**

**Az értekezés megtekinthető**

**a Budapesti Corvinus Egyetem Budai Entz Ferenc Könyvtárában és Levéltárban  
(Budapest, XI., Villányi út 35-43. K. ép. I. em.),**

**elektronikus változata a <http://phd.lib.uni-corvinus.hu/227/>  
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 különböző elválasztástechnikai és detektálási eljárásokon alapuló csatolt módszereket dolgoztam ki a környezetben leggyakrabban előforduló arzénkomponensek meghatározására különféle környezeti mintákból. A komponensek elválasztását ioncserés kromatográfiával (HPLC) végeztem el, melyhez detektorként atomfluoreszcens spektrométert (AFS), induktív-csatolású-plazma-tömegspektrométert illetve elektroporlasztásos-tandem-tömeg-spektrométert kapcsoltam.

Munkám első felében a hidridképzésen alapuló HPLC-HG-AFS technika alkalmazhatóságát terjesztettem ki a többszörösen metilált kationos arzénkomponensekre és oxo-arzenocukrokra. Megvizsgáltam az eluensben alkalmazott piridin és a módosulatok oxidációjának elősegítésére használt  $K_2S_2O_8$  jelképzésére gyakorolt hatását. A módszert alkalmazva meghatároztam, hogy az Égei-tengerből származó kagylók és halak 5-30 ppm mennyiségben képesek az arzént felhalmozni, melynek több mint 70-90 %-a nem toxikus arzenobetain formájában van jelen. A kagylóminták az arzenobetain (AB) mellett nagyobb mennyiségben oxo-arzenocukor módosulatosokat is tartalmaztak. A görög lakosság táplálkozási szokásait és az elviselhető napi arzénbevittelt figyelembe véve elmondható, hogy ezen tengeri élelmiszerek fogyasztása nem jár egészségkárosító hatással.

A HPLC-ICPMS vizsgálatok során az oxo-arzenocukrok mellett a tio-arzén komponensek elválasztását is megoldottam, mely során a meglévő ioncserés módszerek mellett egy további anioncserés elválasztást is alkalmaztam. A kapcsolt technikával édesvízi tápláléklánc egyedeinek arzénspeciációs vizsgálatát végeztem el. A tengeri szervezetekkel összehasonlítva az édesvízi algák és kagylók hasonló mértékben, míg a halak kisebb mértékben képesek az arzént akkumulálni. Az algák fő arzénkomponensei az oxo-arzenocukrok voltak. Azonban a tengeri környezetben domináns AB csak nyomokban volt megtalálható a vizsgált édesvízi kagyló- és halmintákban. Ebben az esetben a fő arzénkomponensek szintén az oxo- és tio-arzenocukrok voltak.

Az elemszelektív detektálás mellett, egy új, molekulaszzelektív detektáláson alapuló módosulatanalitikai módszert (HPLC-ESMS/MS) dolgoztam ki az arzénkomponensek meghatározására. A módszerkidolgozás során az ionforrás paramétereit és komponensfüggő paramétereit egyaránt optimalám. Az elektroporlasztásos ionizáció miatt a kromatográfiához eddig alkalmazott puffereket illékony pufferekkel váltottam fel és megoldottam az oxo- és tio-arzenocukrok egy módszerrel történő elválasztását. Az elem szelektív detektáláson alapuló módszerekkel összehasonlítva egy nagyságrenddel jobb kimutatási határt sikerült elérnem. A módszer alkalmazhatóságát néhány korábban, HPLC-ICPMS-sel vizsgált tengeri és édesvízi minták meghatározásával bizonyítottam, mely során ICPMS-sel nem detektált komponensek jelenlétét is sikerült kimutatnom. A mennyiségi meghatározások során bebizonyosodott, hogy a korán eluálódó komponensek esetében fellépő mátrixhatás többdimenziós kromatográfiás módszerekkel nem kiküszöbölhető. Az egyetlen megoldásnak a standard addíciós kalibráció bizonyult.

Elvégeztem egy AB-re hitelesített CRM (BCR-710) jellemzését. Összehasonlítottam a különböző metanoltartalmú oldószerrel végzett extrakciók hatásfokát, továbbá meghatároztam a mintában található arzénkomponensek minőségét és mennyiségét. A mintában 12 azonosított és 2 azonosítatlan komponenset detektáltam, továbbá kimutattam, hogy az oxo- és tio-arzenocukrok aránya a mintában az extrahálószer metanoltartalmának függvénye. A módosulatanalitikai eredményeket felhasználva, standard oldatok hiányában a CRM alkalmas lehet az oxo- és tio-arzenocukrok vizsgálatára környezeti mintákban.

A munkám során nagy figyelmet fordítottam a méréseim minőségbiztosítására. Ehhez minden esetben a mintákkal együtt teljes arzéntartalomra és AB-re hitelesített CRM-et használtam, továbbá minden esetben elkészítettem a teljes anyagmérleget. A HPLC-ESMS/MS vizsgálatok esetén két átmenet egyidejű monitorozásával és azok arányának figyelembevételével győződtem meg a minőségi vizsgálatok helyességéről. Az édesvízi minták esetében az alacsony kinyerési hatásfok mellett a kinyert arzénnek csak egy részét tudtam kromatográfiásan meghatározni. Ez bizonyítja, hogy az extrakciós hatásfok és az oszlopviszanyerési hatásfok nem azonos, ugyanis a kromatográfiásan meghatározott komponensek összegének aránya a teljes arzéntartalomhoz képest nem feltétlenül egyenlő a kinyerés hatásfokával. A két különböző érték meghatározása során körültekintően kell eljárni.