



ICP-MS ALKALMAZÁSA KÜLÖNBÖZŐ TÍPUSÚ MINTÁK
EREDETMEGHATÁROZÁSÁHOZ

KATONA RÓBERT
Doktori (PhD) tézisei

Készült:
Budapesti Corvinus Egyetem
Alkalmazott Kémia Tanszék

Budapest, 2013

A doktori iskola

megnevezése: Élelmiszertudományi Doktori Iskola

tudományága: Élelmiszertudományok

vezetője: Dr. Fodor Péter
egyetemi tanár, DSc
Budapesti Corvinus Egyetem

Témavezető: Dr. Stefánka Zsolt
Országos Atomenergia Hivatal,
Nukleáris Védettségi, Non-proliferációs és Veszélyhelyzet-
kezelési Főosztály

A doktori iskola- és a témavezető jóváhagyó aláírása:

A jelölt a Budapesti Corvinus Egyetem Doktori Szabályzatában előírt valamennyi feltételnek eleget tett, az értekezés műhelyvitájában elhangzott észrevételeket és javaslatokat az értekezés átdolgozásakor figyelembe vette, azért az értekezés nyilvános vitára bocsátható.

.....
Az iskolavezető jóváhagyása

.....
A témavezető jóváhagyása

A Budapesti Corvinus Egyetem Élettudományi Területi Doktori Tanács 2013. június 4-i határozatában a nyilvános vita lefolytatására az alábbi bíráló Bizottságot jelölte ki:

BÍRÁLÓ BIZOTTSÁG:

Elnöke

Fodor Péter, DSc

Tagjai

Hoschke Ágoston, CSc

Mihucz Viktor, PhD

Posta József, DSc

Vincze Árpád, PhD

Opponensek

Bartha András, PhD

Heltai György, DSc

Titkár

Fodor Marietta, PhD

1 Bevezetés

Az eredetmeghatározás manapság igen elterjedt és igen sűrűn használt kifejezés. Eredetmeghatározásról beszélhetünk egy szó, vagy éppen egy népcsoport esetében is, de az eredetmeghatározás témakörébe tartozik az igazságszolgáltatási eljárás során vett ujjlenyomat vagy DNS minta, melyeknek segítségével az elkövető személyét szeretnék meghatározni. Eredetmeghatározást hívnak segítségül régészeti feltárások során talált eszközök, anyagok, tárgyak esetében is. Az élelmiszeriparban alkalmazott HACCP (Veszélyelemzés a Kritikus Ellenőrzési Pontokon) rendszer egyik fő előnye többek között az, hogy minden egyes élelmiszert, annak termelőjét, gyártóját, feldolgozóját, azaz eredetét vissza lehet követni.

Az imént felsorolt példákon keresztül belátható, hogy milyen hatalmas területet is fed le az „eredetmeghatározás” kifejezés. Használják a törvényszéki tudományokban éppúgy, mint a geológiában, régészetben, élelmiszeriparban, vagy éppen a történelemtudományokban és a bűnmegelőzésben, illetve felderítésben. A felsorolásból számos esetben az eredetmeghatározás sok egyéb mellett analitikai problémát is felvet az eredet bizonyítására. Dolgozatomban arra törekedtem, hogy ennek az analitikai alkalmazási lehetőségnek széles területét mutassam be azáltal, hogy egymástól igen távol álló területek, illetve tudományágak esetében keresek megoldást az ott felmerülő eredetmeghatározásban tapasztalt nehézségekre.

Az egyik ilyen általam választott terület az élelmiszeripar. Ha az elmúlt évek élelmiszerekkel kapcsolatos botrányaira gondolunk úgy, mint a Brazíliából származó, a megengedett határértéket nagy mértékben meghaladóan aflatoxint tartalmazó paprikára, vagy ha elképzeljük milyen károkat okozhat például egy tisztességes bortermelőnek, ha az üzletek polcain a jelölés szerint az ő termékével megegyező minőségű, olcsóbb, ám valójában kétes eredetű, rossz minőségű, a jelöléstől eltérő eredetű borokat forgalmaznak, beláthatjuk, hogy az eredetmeghatározás milyen fontos szerepet tölthet be az egyes élelmiszeripari ágazatok esetében.

Az eredet meghatározása azonban nem csak az élelmiszerek esetében fontos. Az élelmiszeripartól igen távol álló területen is legalább annyira indokolt az előbbiekkal azonos alapokon nyugvó vizsgálatok elvégzése, ez pedig a nukleáris terület. Az utóbbi években a nukleáris és más radioaktív anyagok csempészete előtérbe került. Elsősorban a Szovjetunió felbomlása után ezeknek az anyagoknak egy része kikerült az ellenőrzés alól, ami igen komoly veszélyt jelenthet. Az ilyen anyagok nem várt helyen történő felbukkanása, valamint lefoglalása után felmerülő kérdések megválaszolására a tudomány egy új ága alakult ki, amelyet „nuclear forensics”-nek, azaz magyarul nukleáris, törvényszéki analitikának neveztek

el. E tudományág feladata a lefoglalt anyag korára, veszélyességére, felhasználásának lehetséges céljára, valamint természetesen az eredetére vonatkozó kérdések megválaszolása.

Dolgozatomban az élelmiszereken belül a paprika és a bor, a nukleáris területen belül pedig a lefoglalt urán-oxid üzemanyagtabletták eredetének meghatározásához kíséreltem meg olyan analitikai megoldásokat kidolgozni, amelyek a minták elem összetételének és izotóparányának elemzésén alapulnak.

Az elemanalízis szerepe az eredetek meghatározásában igen jelentős, mivel a meghatározandó anyagban jelenlévő elemek eloszlása információt hordozhat az anyag földrajzi, illetve technológiai származási helyére vonatkozóan. A nyomelem-ujjlenyomat meghatározás alkalmas lehet mezőgazdasági-, illetve nukleáris minták eredetének meghatározására. A mikroelemek vizsgálatával lehetőség nyílik a változatos mátrixszal rendelkező élelmiszer-, környezeti- és nukleáris minták elemujjlenyomatának felvételére. A fő cél azon alkalmas elemek – főként nehézfémek és ritkaföldfémek – azonosítása, melyek koncentrációja az élelmiszerek esetében egyes földrajzi régiók függvényében szignifikánsan változik, de lehetőleg nem változnak az élelmiszer feldolgozási folyamatában. Nukleáris minták, elsősorban urán-oxid tabletták esetében a földrajzi eredetű, valamint az előállítási technológia során bekövetkezett jellemző szennyeződések együttes hatásának vizsgálata releváns lehet az eredetmeghatározás szempontjából.

A természetben előforduló természetes, stabil izotópok egymáshoz viszonyított arányainak vizsgálatával például a csapadék körforgását, rovarok migrációját valamint számos más természeti folyamatot követhetünk nyomon. A természetes eltéréseken alapuló stabil izotóparányok segítségével következtethetünk az élelmiszerek esetében az eredetre, nukleáris eredetű minták esetében pedig a mesterségesen megváltoztatott izotóparányok (pl. $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$) segítségével a felhasználásuk céljára, vagy gyártási idejére (pl. $^{234}\text{U}/^{230}\text{Th}$).

A földrajzi eredet meghatározására elsősorban mezőgazdasági minták esetében egyre elterjedtebben alkalmazzák az úgynevezett nehéz elemek stabil izotóparányainak meghatározását. Ezen elemek közé tartozik a stroncium (Sr) is, melynek $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ izotóparánya a geológiai viszonyoktól függően az egyes területeken más és más. Sajnos az egymástól alig eltérő tulajdonságú, egymáshoz térben közel elhelyezkedő geológiai helyekről származó minták eredetének meghatározása ezzel a módszerrel nem mindig vezet tökéletes eredményre. Azonban ha a $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ izotóparány méréseket kiegészítjük egy másik, független módszerrel, például egy elemujjlenyomat meghatározással az adott régió belül, az eredet megjelölése biztosabbá válhat.

Az egyes minták elemösszetételének meghatározásához természetesen rendelkezésre állnak megfelelő analitikai technikák. Az egyik, erre a feladatra alkalmas módszer a tömegspektrometria, amely a koncentrációk, valamint az izotóparányok pontos, precíz meghatározásához a legcélravezetőbb és napjainkban leginkább alkalmazott. Ezen belül is a legdinamikusabban fejlődik az induktív csatolású plazma tömegspektrometria (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS), melyre jellemző a kiemelkedően nagy érzékenység, precizitás és pontosság.

Az ICP-MS eredetmeghatározásra történő alkalmazásához azonban elengedhetetlen a megfelelő mintaelőkészítési eljárás. Bár bizonyos esetben (pl. lézerablációs, „kvázi” roncsolásmentes ICP-MS módszert alkalmazva) a mintaelőkészítési lépés elmaradhat, a doktori munka keretében kifejlesztett eljárások nem roncsolásmentes eljárások voltak. Ennek oka, hogy bizonyos feladatokhoz (pl.: élelmiszervizsgálat) nem, vagy csak korlátozottan állnak rendelkezésre a koncentráció meghatározáshoz alkalmazható szilárd etalonok, valamint számos esetben a minta sem alkalmas az ilyen jellegű mintabevitelre. Ezért a minták előkészítése során az irodalomban jól ismert előkészítési lépések kombinációját alkalmaztam. E műveletek után az előkészített, feltárt mintákat, illetve a célunk eléréséhez szükséges komponenseit folyadék halmazállapotban juttatják az ICP-MS készülékbe.

2 Célkitűzés

Doktori munkám célja egyrészt a szervetlen tömegspektrometriai elemzés egyik legfontosabb lépésének, a mintaelőkészítési lépés fejlesztése mind elemujjlenyomat mind az eredet szempontjából releváns izotópok meghatározásának pontosabb, a zavaró hatásoktól kevésbé terhelt elvégzése céljából. A kidolgozott módszerek validálása neuralgikus pontja a módszer jövőbeni sikeres alkalmazásának, ezért erre nagy hangsúlyt fektettem, mind hiteles anyagmintákat, mind független analitikai módszerekkel történő méréseket alkalmaztam a validálás során. A kidolgozott és validált módszerekkel ismert eredetű minták elemzését végeztem el, annak érdekében, hogy tesztelni lehessen a módszerek megbízhatóságát.

A doktori disszertációm célkitűzéseit a vizsgált mintatípusok szerint csoportosítottam. Ennek megfelelően:

Célkitűzések élelmiszerek eredetmeghatározására alkalmazható módszerek esetében

- Módszerfejlesztés

- Olyan elemujjlenyomat meghatározásához szükséges mintaelőkészítési módszer kidolgozása, amely az irodalomban megtalálható módszerek kritikáján alapul, azok továbbfejlesztése, és a módszerfejlesztések során alpmódszerek használható.
- Olyan az eredet szempontjából releváns izotópok meghatározására alkalmas mintaelőkészítési módszer és a hozzá kapcsolódó elemzési eljárás kidolgozása, amely képes az elemzést zavaró hatások minimalizálására.
- Validálás
 - A kidolgozott módszerek analitikai teljesítményjellemzőinek meghatározása után a módszer validálása hiteles anyagminták és független analitikai módszerek alkalmazásával.
- Valódi minták elemzése
 - Különböző feldolgozottságú élelmiszerek (fűszerpaprika, bor) eredetének meghatározására kidolgozott módszerekkel ismert eredetű élelmiszerek elemzése a módszerek alkalmazhatóságának tesztelése céljából.

Célkitűzések nukleáris minták eredetmeghatározására alkalmazható módszerek esetében

- Módszerfejlesztés
 - Ritkaföldfém elemujjlenyomat meghatározásához szükséges mintaelőkészítési módszer kidolgozása
 - Nyomelem ujjlenyomat meghatározásához szükséges mintaelőkészítési módszer kidolgozása
- Validálás
 - A kidolgozott módszerek analitikai teljesítményjellemzőinek meghatározása után a módszer validálása hiteles anyagminták és független analitikai módszerek alkalmazásával.
- Valódi minták elemzése
 - A validált módszer alkalmazása valódi törvényszéki minták eredetmeghatározásának céljából

3 Anyag és módszer

A kísérletek három különböző laboratóriumban folytak. A borok roncsolásának kiválasztásához szükséges vizsgálatok a Budapesti Corvinus Egyetem, Élelmiszertudományi Kar Alkalmazott Kémia Tanszék laboratóriumában egy kvadrupól ICP-CC-QMS készülékkel, valamint a Magyar Tudományos Akadémia Izotópkutató Intézetében működő ICP-MS laboratóriumban egy nagyfelbontású ICP-SF-MS műszerrel történtek. Ez utóbbi laboratóriumban folyt még az élelmiszermintákon belül a borminták elemujjlenyomatának analízise, a paprikaminták előkészítése, elemujjlenyomatának analízise valamint a nukleáris törvényszéki minták előkészítése és elemzése. A borminták előkészítése, valamint mind a paprika-, mind a borminták Sr izotóparány vizsgálata a Bécsi Agrártudományi Egyetem Kémia Tanszékének Analitikai Kémia Csoportjában, a VIRIS Laboratóriumban (Universität für Bodenkultur Wien, Department für Chemie, Abteilung für Analytische Chemie, VIRIS Labor) történt egy multikollektoros MC-ICP-MS készülékkel.

A vizsgálataim során minden esetben nagy tisztaságú vegyszereket használtam, azonban mivel ezek a vizsgálatok különböző helyeken történtek, ezért az említett vegyszerek típusukban, tisztasági fokukban, illetve márkájukban elértek, eltérhettek egymástól.

Az ICP működtetéséhez nagy tisztaságú (99,996 %) argongázt használtam. A tömény salétromsav Suprapur[®] tisztaságú 65%-os volt. A víz Milli-Q nagy tisztaságú víz volt 18,2 M Ω ellenállással. A minta előkészítések során alkalmazott 30%-os H₂O₂ analitikai tisztaságú volt. A sósav Suprapur[®] tisztaságú volt. A standard oldatokat Merck IV többelemes ICP standard, valamint 10 mg l⁻¹ koncentrációban tartalmazó Claritas PPT I., II és IV többelemes standardok, valamint 1000 mg l⁻¹ koncentrációjú As, Rb, U, Zr és Mo monoelemes standardok felhasználásával készítettem. A ródiium belső standard 10 mg l⁻¹ koncentrációjú monoelemes standardból készült.

Az élelmiszerminták mintaelőkészítésének validálására két különböző hitelesített referenciaminta, BCR 679 (porított fejes káposzta) és NIST 1573a (porított paradicsom levél) is rendelkezésünkre állt.

Az urán elválasztásához TRU[®], illetve UTEVA[®] gyantát alkalmaztam. A módszer validálásához Morille (kucsmagomba), illetve BCR-2 (Bazalt) hitelesített referencia mintát használtam.

A stroncium elválasztásra 100-150 μ m szemcseátmérőjű stroncium specifikus gyantát, a mérés validálásához NIST SRM 987 referenciaanyagot használtam.

4 Eredmények

4.1 Élelmiszeranalitika (bor és paprika vizsgálata)

Összefoglaltam a borminták elemzésénél alkalmazott mintaelőkészítési eljárásokat, amelyek – kis eltéréssel – alkalmazhatóak a paprika mintákra is. Ez alapján a salétromsavas mikrohullámú roncsolás alkalmazása a leginkább célravezető.

Mind a paprika, mind a bor esetében sikerült kidolgozni egy eljárást, amely alkalmas a minták elemujjlenyomatának meghatározására, az eredmények statisztikai kiértékelésére. A kísérletekhez 98 auszriai borvidékről származó bormintát, valamint 30 darab, különböző területekről származó paprikamintát használtam fel. Mindkét mintatípus esetében végeztem $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ izotóparány meghatározást, extrakciós kromatográfiás elválasztást alkalmazva mintaelőkészítésként, amely kiegészítő módszerként nagy segítség lehet az eredet meghatározásában. A Sr izotóparányok mérésére MC-ICP-MS készüléket használtam.

Kiderült, hogy az egymáshoz földrajzilag nagyon közel álló minták esetében az ilyen típusú eredetmeghatározás csak kis hatásfokkal alkalmazható, de számos esetben a kombinált módszer még így is kielégítő eredményre vezetett, azonban távolabbi minták esetében az eredmények teljes mértékben megbízhatóak.

A módszereket hitelesített referenciaminták és laboratóriumi összemérések segítségével validáltam, alkalmazhatóságukat valós mintákon teszteltem. A kapott eredmények, valamint a meghatározott teljesítményjellemzők alapján kijelenthető, hogy a módszer alkalmas eltérő földrajzi területekről származó élelmiszerminták elkülönítésére, adatbázis segítségével pedig az eredetük meghatározására.

4.2 Törvényszéki analitika

Két extrakciós kromatográfiás elválasztással kombinált módszert fejlesztettem UTEVA és TRU kromatográfiás gyanta segítségével nagy urántartalmú (lefoglalt urán-oxid illetve urán koncentrátum) minták ritkaföldfém-, illetve egyéb nyomelem-ujjlenyomatának meghatározására. Az urán elválasztására az ionizációs hatások csökkenésének, valamint a készülék uránnal történő elszennyeződésének minimalizálása érdekében került sor. A módszereket validáltam referenciaanyagok elemzésével és laboratóriumok közötti összemérésekkel, valamint valós minták (uránérc, urán koncentrátum, valamint urán-oxid) elemzésével teszteltem alkalmazhatóságukat.

A kidolgozott módszereknek megfelelően kicsi a kimutatási határa és alkalmasak az említett minták elem-ujjlenyomatának meghatározására, valamint a készülék uránnal történő

elszennyezését is megakadályozzák. A módszerek alkalmazása során az uránra számolt dekontaminációs (elválasztási) tényező mindkét esetben 10^6 , ami az urán jó elválaszthatóságát jelöli a mérendő komponensektől. Az egyéb teljesítményjellemzők, mint visszanyerés, valamint ismételhetség is jónak bizonyultak. A kidolgozott módszerek visszanyerése 92-105 % között alakult.

A kapott eredmények, valamint az elért teljesítményjellemzők mutatják, hogy a módszerek jól alkalmazhatóak ismert, illetve ismeretlen eredetű minták egymástól történő elkülönítésére. A megfelelő számú eredmény adatbázisban történő tárolása pedig lehetővé teszi a minta eredetének azonosítását is.

5 Új tudományos eredmények (tézisek)

1. Összehasonlítottam az irodalomban ismertetett magas feldolgozottsági fokú élelmiszerminták (borok) eredet meghatározásának céljára kidolgozott, nyomelem tartalom tömegspektrometriás analízisére szolgáló mintaelőkészítési eljárásokat és kiválasztottam a legegyszerűbb eljárást, amely különböző feldolgozottsági fokú élelmiszerek vizsgálatához is alkalmazható, úgymint a magas feldolgozottsági fokú borokra és az alacsonyabb feldolgozottsági fokú fűszerpaprikára. A módszert 5 különböző fajtájú bor elemzésével teszteltem, 2 független mérési technikával (ICP-SFMS és ICP-CC-QMS). Megállapítottam, hogy a módszer 22 elem meghatározására alkalmas (Al, As, B, Ba, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Sr, Tl, U, Zn, Zr), kimutatási határa elemtől függően ICP-SFMS technikával $0,0004 \text{ ng g}^{-1}$ és $0,49 \text{ ng g}^{-1}$ közötti.

Ezt a nyomelem analízisen alapuló tömegspektrometriás módszert továbbfejlesztve, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ izotóparány meghatározására alkalmas eljárással kombináltam. Különböző feldolgozottsági fokú élelmiszerek vizsgálatával megállapította:

- a. a fűszerpaprika példáján, hogy a technológiai folyamat nem befolyásolja az analitikai eljárás megbízhatóságát (nem változik az eredeti elemujjlenyomat), valamint a kombinált elem-ujjlenyomaton és $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ izotóparány meghatározáson alapuló módszer alkalmas különböző országból származó kis feldolgozottsági fokú élelmiszerek egymástól történő elkülönítésére.
- b. a borok elemzése alapján, hogy a stroncium izotóparány az elemujjlenyomat meghatározással kombinálva alkalmas lehet földrajzilag akár igen közeli helyről származó borok elkülönítésére is feltéve, ha az egyes termőtalajok genetikája

megfelelőképpen eltér egymástól. A termőterület mellett a geokémiai viszonyokat is vizsgálva az eredmények további pontosítása várható.

2. Nukleáris törvényszéki analitikai alkalmazás céljára két olyan új mintaelőkészítési módszert dolgoztam ki, amelyekben az urán mátrixot extrakciós kromatográfiával elválasztom, ezáltal egyrészt csökken az urán mátrixból eredő jelszupresszió és jobb kimutatási határ érhető el, másrészt csökken a készülék elszennyeződésének és a minták okozta keresztszennyeződésének a lehetősége.

a. Az első módszer, amelyben az uránt TRU gyantán választjuk el 14 db ritkaföldfém (Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Tm, Yb) kimutatására alkalmas elemtől függően $0,0024 \text{ ng g}^{-1}$ és $0,2 \text{ ng g}^{-1}$ közötti kimutatási határral.

b. A másik módszer, melyben az uránt UTEVA gyantával választjuk el 26 db elem (Al, As, Ba, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Sr, Th, Ti, Tl, Zn, Zr) kimutatására alkalmas elemktől függően $0,0031 \text{ ng g}^{-1}$ és $12,3905 \text{ ng g}^{-1}$ közötti kimutatási határral.

A kidolgozott módszereket hiteles anyagmintákkal és független analitikai módszerekkel történő összeméréssel validáltam, valamint megmutattam, hogy a módszer alkalmas különböző lefoglalásból származó, eltérő eredetű nukleáris törvényszéki minták (urán fűtőelem pasztillák) egyértelmű megkülönböztetésére.

6 Publikációs tevékenység

Impakt faktoros folyóirat közlemények

2008 Zs. Stefánka, **R. Katona**, Zs. Varga: Laser ablation assisted ICP-MS as a tool for rapid categorization of seized uranium oxide materials based on isotopic composition determination JOURNAL OF ANALYTICAL ATOMIC SPECTROMETRY **23** (2008) 1030-1033 (IF: **4,028**)

A. Beck, A. Horváth, Gy. Stefler, **R. Katona**, O. Geszti, Gy. Tolnai, L.F. Liotta, L. Gucci: Formation and structure of Au/TiO₂ and Au/CeO₂ nanostructures in mesoporous SBA-15. CATAL. TODAY, **139** (2008) 180 (IF: 3,004)

2010 Varga Zs, **Katona R**, Stefánka Zs, Wallenius M, Mayer K, Nicholl A: Determination of Rare-earth Elements in Uranium-bearing Materials by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry TALANTA **80** (2010) 1744-1749 (IF: **3,29**)

Marion Brunner, **Róbert Katona**, Zsolt Stefánka and Thomas Prohaska: Determination of the geographical origin of processed spice using multielement and isotopic pattern on the example of Szegedi paprika EUROPEAN FOOD RESEARCH AND TECHNOLOGY, **231** (2010) 623-634 (IF: **1,585**)

Timea Benkó, Andrea Beck, Olga Geszti, **Róbert Katona**, Antal Tungler, Krisztina Frey, László Guzzi and Zoltán Schay: Selective oxidation of glucose versus CO oxidation over supported gold catalysts APPLIED CATALYSIS A: GENERAL, **388** (2010) 31-36 (IF: **3,83**)

2012 **R. Katona**, L. Abrankó, Zs. Stefánka: Comparison of sample preparation techniques for multielemental analysis of wine samples by ICP-MS ACTA ALIMENTARIA, Vol. 41, **Supplement 1** (2012) 83-91 (IF: **0,444**)

Nem impakt faktoros folyóirat közlemények

2008 **Katona Róbert**, Sörös Csilla, Fodor Péter: A szelénmódosulatok ismeretének, használatának fontossága élelmiszeripari szempontból. ÉLELMEZÉSI IPAR 61. ÉVF. 1.SZÁM (2008) 2-8

2009 Széles É, Varga Zs, **Katona R**, Stefánka Zs: Szervetlen tömegspektrometria alkalmazása nukleáris törvényszéki minták, valamint safeguards célú dörzsminták vizsgálatára, MAGYAR KÉMIAI FOLYÓIRAT 115: 98-106 (2009)

Idegen nyelvű könyv, jegyzet, könyvrészlet

2008 Brunner M., Swoboda S., Irrgeher J., Horacek M., Stefánka Z., Katona R., Abrankó L., Prohaska T. (2008): Echtheits- und Herkunftsbestimmung von Lebensmitteln mittels Multielement- und Isotopenfingerprints. Lebensmittelchemikertage, Einsenstadt, Austria. 37-39. o.

Publikáció konferencia kiadványban

Magyar nyelvű teljes

2007 **Katona Róbert**, Varga Zsolt, Stefánka Zsolt: Módszer fejlesztése urán-oxid minták ritkaföldfém tartalmának meghatározására induktív csatolású plazma tömegspektrometria segítségével. Őszi Radiokémiai Napok pp.58-63 ISBN:978-963-9319-72-1, 2007 október 24-26, Sopron (előadás)

2008 **Katona Róbert**, Varga Zsolt, Stefánka Zsolt: Urán-oxid minták eredet-meghatározásának lehetséges módszerei elemanalízis segítségével, 51. Magyar Spektrokémiai Vándorgyűlés (Nyíregyháza) 2008, pp. 22 (előadás)

Stefánka Zsolt, **Katona Róbert**, Varga Zsolt, Dobosi Gábor, Molnár Ferenc, Gméling Katalin: Lézerabláció alkalmazási lehetőségei a nyomelemanalitikában: az MTA Izotópkutató Intézetében végzett törvényszéki és geológiai vizsgálatok bemutatása, 51. Magyar Spektrokémiai Vándorgyűlés (Nyíregyháza) 2008, pp. 20 (előadás)

Abrankó László, Marion Brunner, **Katona Róbert**, Lenhard Jaitz, Rak Gábor, Fodor Péter, Stephan Hann, Thomas Prohaska, Stefánka Zsolt: Élelmiszerek eredet-meghatározása tömegspektrometriás módszerekkel, 51. Magyar Spektrokémiai Vándorgyűlés (Nyíregyháza) 2008, pp. 32 (előadás)

Katona Róbert, Varga Zsolt, Stefánka Zsolt: Urán-oxid minták eredetének meghatározása nyomelem-ujjlenyomat alapján, Őszi Radiokémiai Napok pp. 36-40 ISBN 978-963-9319-89-9, 2008 október 29-31 (előadás)

Stefánka Zsolt, **Katona Róbert**, Varga Zsolt: Lézerablációs induktív csatolású plazma tömegspektrometria (LA-ICP-MS) alkalmazása nukleáris törvényszéki

minták gyors karakterizálására, Őszi Radiokémiai Napok pp. 71 ISBN 978-963-9319-89-9, 2008 október 29-31. (előadás)

2009 **Katona R.**, Varga Zs., Stefánka Zs., Maria Wallenius, Klaus Mayer: Ritkaföldfémek meghatározása urán-oxid mintából extrakciós kromatográfia alkalmazásával induktív csatolású plazma tömegspektrometriával, Őszi Radiokémiai Napok, Pécs, 2009. október 43-49. (előadás)

Magyar nyelvű összefoglaló

2007 **Katona Róbert**, Abrankó László, Fodor Péter, Stefánka Zsolt: Borok nyomelem-tartalmának meghatározása ICP-MS technikával: különböző mintaelőkészítések összehasonlítása, Centenáriumi Vegyészkonferencia, Sopron, 2007 május (előadás)

Katona Róbert, Varga Zsolt, Stefánka Zsolt: Módszerfejlesztés urán-oxid minták ritkaföldfém-tartalmának meghatározására induktív csatolású plazma tömegspektrometria segítségével, VI. Nukleáris Technikai Szimpózium, Budapest, 2007 december, pp.57 (előadás)

2009 Stefánka Zsolt, Varga Zsolt, Széles Éva, **Katona Róbert**: Nagyfelbontású ICP-MS alkalmazása környezeti és nukleáris minták elemzésére, Analitikai Ankét (Budapest) 2009 (előadás)

2010 Nagy Péter, Széles Éva, **Katona Róbert**, Groska Judit, Pátzay György, Vajda Nóra: Atomerőművi hulladékokban lévő radioizotópok meghatározása, XXXV. Sugárvédelmi továbbképző tanfolyam, Hajdúszoboszló 2010. április 27-29.

Nemzetközi konferencia összefoglaló

2007 Zs. Stefánka, **R. Katona**, Zs. Varga, T. Bíró: Investigation of uranium oxide samples using ICP-SFMS: determination of impurities and isotope ratios, 29th ESARDA (Aix en Provence, France) 2007 (előadás)

Zsolt Stefánka, **Róbert Katona**, Zsolt Varga, Tamás Bíró: Application of inductively coupled plasma mass spectrometry for the characterisation of uranium oxide materials seized in Hungary, IAEA International Conference on Illicit Nuclear Trafficking: Collective Experience and the Way Forward, pp. 44-45, 2007 19-22 (poszter)

2008 Thomas Prohaska, Marion Brunner, Patrick Galler, Sergei Boulyga, Gerhard Stinger, Laszlo Abranko, Peter Fodor, **Róbert Katona**, Zsolt Stefánka: Spectrochemical Fingerprints for Authenticity Studies of Botanical, Biological and Horticultural Materials, Winter Plasma Conference (Temecula, USA) January 7-12, 2008 (poszter.)

Zsolt Stefánka, **Róbert Katona**, Zsolt Varga: Application of laser ablation ICP-MS for nuclear forensic investigation NRC7 - SEVENTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUCLEAR AND RADIOCHEMISTRY (Budapest, Hungary) 2008 (poszter)

Zsolt Stefánka, **Róbert Katona**, Zsolt Varga: Characterization of nuclear materials by laser ablation ICP-MS for nuclear forensics purposes, European Symposium on Atomic Spectrometry (Weimar, Germany) 2008 (előadás)

Róbert Katona, Marion Brunner, Zsolt Stefánka, László Abrankó, Thomas Prohaska: Food authenticity studies via multielemental and isotopic pattern using inductively coupled plasma mass spectrometry, European Symposium on Atomic Spectrometry (Weimar, Germany) 2008 (poszter)

-
- 2009 **Róbert Katona**, Zsolt Stefánka: Determination of multielemental fingerprint in uranium oxide materials using inductively coupled plasma mass spectrometry in combination with extraction chromatography, European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (Graz, Austria) 2009, Book of Abstracts, 86. p. (poszter)
- Róbert Katona**, Marion Brunner, Zsolt Stefánka, László Abrankó, Thomas Prohaska: Food authenticity studies via multielemental and isotopic pattern using inductively coupled plasma mass spectrometry, European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (Graz, Austria) 2009, Book of Abstracts, 92. p (poszter)
-
- Zsolt Stefánka, **Róbert Katona**, Zsolt Varga: Characterization of nuclear materials by laser ablation ICP-SFMS for nuclear forensics purposes, European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (Graz, Austria) 2009 Book of Abstracts, 132. p. (poszter)
-
- Katona R**, Varga Zs, Stefánka Zs, Wallenius M, Mayer K: Determination of rare-earth elements in uranium-oxide materials using inductively coupled plasma mass spectrometry in combination with extraction chromatography, 8th International Sector Field ICP-MS Conference, Belgium, Gent, 14-17, September, 2009, abstract book: 56. p. (előadás)
- 2010 Éva Széles, **Róbert Katona**, Zsuzsanna Mácsik, Zsolt Varga, Zsolt Stefánka: Analysis of highly enriched uranium particles by LA-ICP-SFMS, 5th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry, Loen, Norway, June 6-9, 2010, abstract book: 47. p.
-
- Róbert Katona**, Zsolt Stefánka, Zsolt Varga: Determination of multi-element profil in uranium oxide materials using inductively coupled plasma mass spectrometry in combination with extraction chromatography, 5th Nordic Conference on Plasma Spectrochemistry, Loen, Norway, June 6-9, 2010, abstract book: 83. p. (poszter)
- 2011 **Róbert Katona**, Éva Széles: Determination of multi-elemental pattern in uranium ore and uranium ore concentrates using inductively coupled plasma mass spectrometry, European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (Zaragoza, Spain) 2011, Book of Abstracts, 418. p. (poszter)
-
- Éva Széles, **Róbert Katona**, Zsolt Stefánka: Analysis of nuclear material in environmental samples for safeguards purposes prior to and during the decommissioning of nuclear facilities, 33rd ESARDA (Budapest, Hungary) 2011, book of abstracts 24#5 (poszter)
-
- É. Széles, Z. Varga, M. Wallenius, K.Mayer, **R. Katona**: Nuclear Forensics cooperation in the European Union: Results of the joint analysis of natural uranium samples of Hungarian origin, 33rd ESARDA (Budapest, Hungary) 2011, book of abstracts 17#27 (előadás)
-
- 2012 G. Kis-Benedek, A. Törvényi, **R. Katona**: Radiochemical separation method for homogeneity testing of uranium isotopes in candidate reference materials by isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry and alpha spectrometry, 13th International Symposium on Biological and Environmental Reference Materials (BERM 13), Vienna, Austria 2012, Book of abstract 294p. IAEA-CN-195/193 (poszter)