

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

Journal of Food
Investigations

Бюллетень исследований
пищевых продуктов

Mitteilungen über Lebens-
mitteluntersuchungen

A MEGYEI ÉS FŐVÁROSI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

Szerkeszti a szerkesztőbizottság

Holló János (Budapest), a szerkesztőbizottság elnöke

Molnár Pál (Budapest), szerkesztő

Bartuczné Kovács Olga (Budapest)

Biacs Péter (Budapest)

Gasztonyi Kálmán (Budapest)

Horváth György (Kecskemét)

Kocsisné Horváth Ilona (Budapest)

Kovács Sándor (Budapest)

Lásztity Radomir (Budapest)

Rácz Endre (Budapest)

Simon Dezsőné (Budapest)

Shóhár Pálné (Budapest)

szerkesztőbizottsági tagok

*A folyóirat kiadását a következő kiváló minőségbiztosító
rendszerrel működtető élelmiszer-előállítók támogatják:*

BB Élelmiszeripari Kft.

Bácskai Húsipari Közös Vállalat

Békéscsabai Baromfifeldolgozó Vállalat

Budapesti Baromfifeldolgozó Vállalat

Budapest Csokoládégyár

COMPACK

Csongrád megyei ZÖLDÉRT

Egri Dohánygyár

Fejér megyei Gabona- és Malomipari Vállalat

Győri Hűtőipari Vállalat

Hajdúsági Cukorgyár

Hatvani Cukorgyár

Kecskeméti Konzervgyár

Rákospalotai Növényolajgyár

„Nyírség” Konzervipari Vállalat

Petőházi Cukorgyár

Pécsi Dohánygyár

Sárvári Cukorgyár

Szerencsi Édesipari Vállalat

Szolnoki Cukorgyár

XXXVI. kötet

1990.

1. füzet

EMKZÁH 31/1/1-64
HU ISSN 0422-9576

Report on the XXXV the Volume of Journal of Food Investigation (Molnár, P.).....	2
Cserhádi, T.: Application of High Performance-Liquid Chromatographic Separation in Food Analitics	5
Nguyen, H., Siska, E., Adányi - Kisbocksói, N., Molnár, P.: Use of Ion-selective Electrodes in Food Analitics III. Determination of Fluorine-ion	27
Szabó, S. A., Borbély - Kiss, I., Kispéter, J., and Koltay, E.: Activation Analysis in Food Analitics. VIII. Particle (proton) Induced X-ray Emission Analysis (PIXE).....	39
Special Scientific Session of National Institute of Nutrition on the Occasion of the 40 th Anniversary of Its Existence (Bíró, Gy. - Gergely, A.).....	51

СОДЕРЖАНИЕ

Отчет о XXXV томе бюллетеня „Известия об исследовании пищевых продуктов“ (П. Молнар)	2
<i>T. Черхати:</i> Применение высокоэффективной жидкостной хроматографии в аналитике пищевых продуктов	5
<i>X. Нгуен, Э. Шишка, Н. Адаинэ Кишбочкаи, П. Молнар:</i> Применение ион-селективных электродов в аналитике пищевых продуктов III. Определение фторид-ионов	27
<i>III. Сабо и сотрудники:</i> Активационный анализ в аналитике пищевых прдуктов VIII. Рентгеновский анализ (PIXE) индуктивных частиц (протонов)	39
Торжественное научное заседание, организованное Государственным Научным Институтом питания по сличаю 40-летия Института. (Г. Биро — А. Гергей)	51

INHALT

Bericht über den XXXV. Band der Zeitschrift „Mitteilungen über Lebensmitteluntersuchungen“ (Molnár, P.).....	2
<i>Cserhádi, T.:</i> Anwendung der Hochleistungs-Flüssigkeits-Chromatographie in der Lebensmittelanalytik.....	5
<i>Nguyen Hung und Mitarb.:</i> Anwendung der ionselektiven Elektroden in der Lebensmittelanalytik III. Bestimmung des Fluorid-ions.....	27
<i>Szabó, S. A. und Mitarb.:</i> Aktivationsanalyse in der Lebensmittelanalytik VIII. Teilchen-(Proton-) induzierte Röntgenemissionanalyse (PIXE).....	39
Das Landesinstitut für Ernährungswissenschaft begeht seinen 40. Jahrestag mit einem wissenschaftlichen Festkolloquium (Bíró, Gy. - Gergely, A.).....	51

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

A MEGYEI ÉS FŐVÁROSI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI
ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

TARTALOM

Beszámoló az Élelmiszervizsgálati Közlemények XXXV. kötetéről (<i>Molnár Pál</i>).....	2
<i>Cserhádi Tibor</i> : Nagyteljesítményű folyadékkromatográfia alkalmazása az élelmiszeralitikában	5
<i>Nguyen Hung, Siska Elemér, Adányiné Kisbocskói Nóra és Molnár Pál</i> : Ionszelektív elektródok alkalmazása az élelmiszeralitikában III. Fluorid-ion meghatározása	27
<i>Szabó S. András, Borbély-Kiss Ildikó, Kispéter József és Koltay Ede</i> : Aktivációs analízis az élelmiszeralitikában. VIII. Részecske (proton) indukált röntgenemissziós analízis (PIXE)	39
Az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet (OÉTI) ünnepi tudományos ülése az intézet fennállásának 40. évfordulója alkalmából (<i>Bíró György – Gergely Anna</i>).....	51
Külföldi lapszemle.....	4
Szakmai hírek	57
Hazai lapszemle	60
Könyvismertetés.....	61
1989. évi tartalomjegyzék.....	62

A dolgozatokat lektorálták: Dr. Molnár Pál, Dr. Váradi Mária, Dr. Nedelkovits János

BESZÁMOLÓ AZ ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK XXXV. KÖTETÉRŐL

1989-ben a folyóirat XXXV. kötete időbeli csúszásokkal, de a szerkesztési tervnek megfelelően 4 füzetben összesen 256 oldalon jelent meg. A folyóiratban 14 eredeti szakmai anyagot közöltünk le, ami nem éri el az 1988. évi füzetekben közölték számát, de megfelelő elmúlt évek gyakorlatának. Növekedett viszont azon anyagok száma, amelyek a minőségellenőrző szakemberek gyakorlati munkáját segítik és tájékoztatást adnak az élelmiszerelőállítók minőséfejlesztési eredményeiről. Kiemelt helyen érdemel említést az a tájékoztatás, ami a „Kiváló minőségbiztosító rendszert működtető élelmiszerelőállítók” tevékenységéről és a besorolás feltételeiről szól. Továbbra is számot adtunk az MTA-MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottság Élelmiszeralitikai Munkabizottságának rendezvényeiről. A korábbi évek gyakorlatának megfelelően helyet kapnak az élelmiszeralitikai tudományok ankétokról készített ismertetőik is.

Az eredeti dolgozatok és beszámolók szerzőinek megoszlása munkahely szerint:

MÉM ellenőrző intézmények	35,7%
Kutatóintézetek.....	0,0%
Egyetemek, főiskolák	42,9%
Vállalatok	7,1%
Más tárcához tartozó intézmények	14,3%

A szerzők munkahely szerinti megoszlásából kitűnik, hogy az egyetemek és főiskolák továbbra is tartják elért számszerű pozíciójukat és eredeti dolgozataikkal meghatározó szerepet játszanak a szakfolyóirat arculatának kialakításában. A MÉM ellenőrző intézmények publikációinak részaránya gyakorlatilag azonos az elmúlt évvel. A kutatóintézetek 1989-ben az ÉVIKÉ-ben csak társszerzőként publikáltak. Egy közleményt a Hűtőipari Fejlesztési és Minőségvizsgáló Intézet jelentetett meg, melyet a vállalati működési forma következtében nem a kutatóintézeti kategóriába soroltunk be. Az OKKFT G-8/1 Alprogram „A minőségmérés objektív módszerei” témakörben csak az „Egyetemek, főiskolák” részéről készített dolgozat jelent meg. Más tárcához tartozó ellenőrző intézmények ismét 2 közleménnyel szerepeltek, míg egy dolgozatot 1989-ben is egy osztrák folyóiratból vettünk át.

- Élelmiszereink 1988. évi minőség-alakulását országosan és iparáganként a hatósági élelmiszer-minőségellenőrzés adatai és megállapításai alapján – az eddigi gyakorlat szerint – egy átfogó jellegű közlemény mutatta be (1).
- Az élelmiszerellenőrzés és minőség szabályozás külföldi gyakorlatáról, valamint az élelmiszerek minősítésének aktuális kérdéseiről egy-egy cikk számolt be (2, 3).
- Egy közleményben adtunk tájékoztatást a hatósági élelmiszerfelügyelet egységesítésének irányelveiről a Közös Piacon belül, amelyek iránymutatásul szolgálnak a hazai szervezet munkájának továbbfejlesztéséhez (4).
- Figyelemre méltó publikációs aktivitásról tettek tanúbizonyságot az enzimes analitikával foglalkozó kutatók. Élelmiszerek glükóztartalmának meghatározásával és a gyümölcsökben található pektinbontó enzimek vizsgálatának módszertani kérdéseivel foglalkozik egy-egy közleményük (5, 6).

- Élelmiszerek rosttartalmának meghatározására szolgáló TECATOR Fibertec System I. készülék sikeres alkalmazásáról számolt be egy szerzőkollektíva (7).
- Tájékoztató módszer kidolgozásáról adtunk számot egy másik közleményben, amely alkalmas a nyerskondenzátum és összalkaloid-tartalom meghatározására cigaretták főfüstjében (8).
- A nagynyomású folyadékkromatográfia élelmiszeralitikai hasznosításának bemutatására ismét egy osztrák szakfolyóiratból fordítottunk le és tettünk közzé egy dolgozatot (9).
- Folytattuk az ioncserés-oszlopkromatográfiával végzett aminosav-elválasztásról és meghatározásról szóló cikkek sorozatát két újabb közlemény megjelentetésével (10, 11).
- „Az aktivációs analízis alkalmazásáról az élelmiszeralitikában” és az „Ion-szelektív elektródok alkalmazásáról az élelmiszeralitikában” című cikksorozatok egy-egy része szintén megjelent (12, 13).

A szakcikkeken túlmenően kiadtuk az egyes élelmiszerek NSZK-ban érvényes mikrobiológiai irány- és figyelmeztető értékeit, valamint az összefoglalók közlésével adtunk tájékoztatást az „Élelmiszereológiai Módszerek” témakörben rendezett tudományos ankétról (14). Az eddigieknek megfelelően folytattuk az új és a módosított élelmiszeripari szabványokról, valamint a szabványok felülvizsgálatáról készített jegyzékek publikálását. A KÁF jelet viselő élelmiszeripari termékek 1988. november 30-i állapot szerinti jegyzékét megjelentettük. Ugyancsak kinyomtattuk az élelmiszerek fogyaszthatósági határideje és minőségmegőrzési időtartama jegyzékének 3. kiegészítését.

A külföldi társ-szakfolyóiratokban megjelent módszertani dolgozatokról az elmúlt évhez hasonló számban készítettünk referátumokat. A hazai szakfolyóiratokban közölt módszertani és az élelmiszermínőségről szóló cikkek címéből összeállítottuk a hazai lap-szemlélt.

A „Szakmai Hírek” rovatban a következő aktuális szakmai eseményekről adtunk tájékoztatást:

- Coduro professzornak, a Délbajor Egészségügyi Hivatal elnökének 1988. október 5. és 9. között Magyarországon tett látogatásáról;
- A FAO/WHO Codex Alimentarius Analitikai és Mintavételi Módszerek Bizottságának 1988. november 14 – 18. között Budapesten tartott üléséről;
- Az 1989. óta a „Kiváló minőségbiztosító rendszert működtető vállalatok” kategóriába sorolt élelmiszer-előállítókról és a besorolás feltételeiről;
- Az MTA – MÉM ÉKB Élelmiszeralitikai Munkabizottságának Kecskeméten és az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézetben tartott üléséről;
- A svájci Élelmiszertörvény tervezetének főbb elveiről.

Az ÉVIKE további megjelentetése – az állami támogatás hirtelen csökkentése, majd megvonása következtében – kérdésessé vált. Ezért a szerkesztőség – a kiváló minőségbiztosító rendszert működtető élelmiszer-előállítók támogatását kérte. A szponzorokat a folyóirat fedőlapján felsoroljuk, akiknek ezúton köszönjük hozzájárulásukat a szakfolyóirat kissé szebb köntösben való megjelentetéséhez.

Molnár Pál

Irodalom

- (1) Molnár P.: ÉVIKE 35 (1989) 2, 66–112
- (2) Szabó S. A.: ÉVIKE 35 (1989) 1, 13–19
- (3) Gönczi Á.: ÉVIKE 35 (1989) 1, 20–24
- (4) Molnár P.: ÉVIKE 35 (1989) 3, 130–134
- (5) Bogdán J.-né és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 1, 5–12
- (6) Al-Hindani A. és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 3, 153–166
- (7) Tekes L.-né és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 3, 135–139
- (8) Wütmann J.: ÉVIKE 35 (1989) 3, 167–171
- (9) Scheuer, F.: ÉVIKE 35 (1989) 4, 194–200
- (10) Csapó, J. és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 3, 140–152
- (11) Csapó, J. és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 4, 201–208
- (12) Szabó S. A. és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 1, 25–29
- (13) Nguyen Hung és mtársai: ÉVIKE 35 (1989) 4, 209–220
- (14) Sebők, A.: ÉVIKE 35 (1989) 1, 34–42

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

JUNGEN. H. P.: *Komputerrel segített minőségtervezés.* (Computergestützte Qualitätsplanung /CAQ/)

Zeitschrift für industrielle Qualitätssicherung 33 (1988) 5, 267–268.

A szerző a cikkben a téma aktualitásának szokásos méltatásán túl, rövid, de alapos áttekintést nyújt a CAQ rendszerek alapvető felépítéséről, és mindenképp az IBM QUASI rendszer szolgáltatásairól.

Az említett program négy alapeleme: statisztikai számítások, mintavételi tervek, minőség szabályozó kártyák és kiértékelő eljárások. Ezek bővebb ismertetését táblázatokban adják meg. A hardverfeltétel egy IBMAPL/PC. 2.0, amelyen a szoftver a felhasználó igényei szerint maximálisan flexibilis és probléma orientált felhasználása lehetséges. A vevő egy olyan COQ szoftvert ajánl, melynek szolgáltatásai elvileg tartalmazzák az összes szokásos statisztikai vizsgálati és értékelő eljárást, ugyanakkor nagyrészt a felhasználó szakmai és matematikai ismeretein múlik, hogy mennyire tudja transzformálni ezeket a lehetőségeket az adott folyamat vizsgálatához.

Fabinyi F. (Győr)

NAGYTELJESÍTMENYŰ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN

Cserhádi Tibor

Magyar Tudományos Akadémia Központi Kémiai Kutató Intézete, Budapest

Érkezett: 1989. június 27.

A nagyteljesítményű folyadékkromatográfia az analitikai eljárások egyik leggyorsabban fejlődő ágazata. Kétségtelen népszerűségét és széles körű alkalmazását leginkább annak köszönheti, hogy igen sok vegyület gyors elválasztására és egymás melletti mennyiségi meghatározására alkalmas. Mivel a nagyteljesítményű folyadékkromatográfia elméleti alapjairól és gyakorlati alkalmazásáról nagyon jó magyar nyelvű szakkönyvek jelentek meg (1, 2), ezek ismertetése nem képezi a jelen összefoglaló tárgyát.

A nagyteljesítményű folyadékkromatográfia élelmiszeripari alkalmazása azonban felvet néhány olyan problémát, amely csaknem kizárólag az élelmiszeriparra jellemzők.

Majdnem minden élelmiszerben a meghatározni kívánt vegyület vagy vegyületek egyéb anyagokkal együtt vannak jelen, amelyek mennyisége némely esetben nagyságrendekkel nagyobb lehet, mint a meghatározandó vegyületeké. Ez feltétlenül szükségessé teszi a kísérő anyagok mennyiségének csökkentését. Ezt általában valamilyen extrakciós eljárással érik el. A legtöbb esetben azonban az extraktum sem elég tiszta, a kromatográfiai oszlopokra juttatva nemcsak az oszlop élettartamát rövidíti meg, hanem az elemzés eredményét is bizonytalanná teszi. Azért gyakori az egyéb előtisztítási eljárások alkalmazása, amely a legtöbb esetben szintén kromatográfiai módszer (elválasztás rövidebb oszlopon vagy vékonyréteggromatográfiai módszerrel stb.).

Rendkívül ajánlatos továbbá az analitikai oszlop védelme előtt oszlop alkalmazásával.

Az élelmiszeranalitikai gyakorlatban az adszorpciós elven elválasztó szilikagél oszlopok és a vegyületek különböző lipofilitását elválasztási célra használó fordított fázisú oszlopok a leginkább elterjedtek. A fordított fázis általában a szilikagél felületére kovalensen kötött oktil (C-8) vagy oktadecil (C-18) alkil lánc. Az alumínium-oxid alapú oszlopok használatra (3-5) még nem terjedt el az élelmiszeranalitikában.

Detektorként ultraibolya és látható tartományban működő spektrofotometriás detektor a leggyakoribb. A refraktométeres detektort (RI detektor) főleg a szénhidrátok, a fluoreszcenciás detektort főleg a mikotoxinok elemzésében alkalmazzák. A Magyarországon kifejlesztett elektrokémiai detektor (6-8) még nem terjedt el az élelmiszeranalitikában.

Szénhidrátok meghatározása

A szénhidrátok elemzésére gyakorlatilag minden kromatográfiai módszert felhasználtak. A hagyományos papír és vékonyréteggromatográfiai eljárások ma már jelentékeny szórásuk miatt nem tekinthetők korszerűnek. A gázkromatográfiai módszerek (9) nagyobb érzékenységük miatt kis mintamennyiség illetve kis koncentráció esetén kétségtelenül előnyösebbek, mint a HPLC. A mintaelőkészítés (illő származékok készítése) időigényessége miatt azonban a gázkromatográfiai módszerek nem váltak egyszálkódóvá a

szénhidrátok analitikájában. Ehhez még hozzájárult az is, hogy a nagyobb molekulásúlyú szénhidrát oligomerek és polimerek elemzése a GC módszerekkel sohasem volt megoldható. A szénhidrátok elemzésére a közönséges adszorpció (szilikagél és alumínium-oxid) és fordított (C-8, C-18 stb.) fázisok általában nem váltak be. Peracetylzett glükóz származékok azonban sikeresen elválaszthatók voltak fordított fázisú oszlopon acetonitril-víz gradiens elúcióval (10). A poláris módosított szilikagélek mint ciano és amino fázisok megjelenése jelentős mértékben elősegítette a HPLC alkalmazását a szénhidrátok elemzésében (11, 12).

A szénhidrátok HPLC elemzésének egyik legnagyobb akadály a detektálás nehézsége. A szénhidrátok nem UV aktívak, így az igen érzékeny UV detektorok kimutatásukra nem alkalmasak.

A refraktométeres detektorok jelenleg egyeduralkodók a szénhidrátok HPLC analitikájában, bár érzékenységük lényegesen kisebb. A refraktométeres detektor előnye, hogy a csúcs alatti terület és az injektált anyagmennyiség aránya közel azonos minden glükózszármazék esetében, ami a kalibrálást és a mennyiségi értékelést lényegesen megkönnyíti (13).

Az alacsonyabb molekulásúlyú (tetraszacharidokig) származékokat általában vizes extrakcióval nyerik ki, a nagyobb molekulásúlyú szennyezőket esetleg acetonitril hozzáadásával csapják ki. Az esetek jelentős részében az analitikai oszlop elszennyeződésének megállítására vagy lassítására előtét oszlopot alkalmaznak. Módszert dolgoztak ki a szénhidrátok meghatározására cukrászipari termékekben (14), tejcsokoládéban (15), szójában (16), üdítőitalokban (17), tejben és fagyaltban (18) stb. Belső standardként az elválasztandó szénhidrátok típusától függően β -ciklodextrint (19), ribózt (20) vagy xilózt (21) alkalmaztak.

Az utóbbi években a kis molekulásúlyú szacharidok elemzése területén jelentős áttörés nem történt. A bab szénhidrátjait vizes etanollal extrahálták, elválasztásukhoz Waters Bondapak/carbohydrate oszlopot (acetonitril:víz 3:1) és LiChrosorb-NH₂ oszlopot (acetonitril:víz 7:3) alkalmaztak, a detektálás itt is RI detektorral történt (22). Gyümölcsle koncentrátumok szénhidrátjait (glükóz, galaktóz és fruktóz) LiChrosorb NH₂ oszlopon választották el acetonitril:víz 3:1 elegyében. A szerves savak meghatározására LiChrosorb C-18 oszlopot és vizes foszfát puffer futtatószerrel alkalmaztak. A detektálás mindkét esetben RI detektorral történt (23).

Bambuszshajtások monoszacharidjainak elválasztására Shimidzu NH₂-10 oszlopot, acetonitril:víz 85:15 eluenst és RI detektálást alkalmaztak (24). Az alma ivólevekek szacharóz, glükóz és fruktóz tartalmát μ -Bonda-pak szénhidrát oszlopon határozták meg acetonitril:víz 80:20 térfogatarányú elegyében RI detektor segítségével (25).

Az oligoszacharidok elemzéséről lényegesen kevesebb adat áll rendelkezésre. Ezt az indokolja, hogy a molekulásúly növekedésével a hagyományos tölteteken végrehajtott HPLC elválasztások hatékonysága romlik, a polimerek elválasztásához különleges és meglehetősen drága töltetek szükségesek.

A különböző magvak oligoszacharidjainak elválasztását LiChrosorb RP-18 oszlopon oldották meg, a futtatószer desztillált víz volt (26). A szójabab oligoszacharidjainak meghatározásához a mintákat liofilezték, zsírmentesítették és etanollal extrahálták. Az extraktumot ólomacetáttal derítették, majd C-18 Sep-Pak-on előtisztították. Az elemzést Bondapak/carbohydrate oszlopon végezték acetonitril:víz 4:1 arányú elegyével (RI detektor)

(27). A rizskeményítő enzim bomlástermékeit vizsgálták 5 μ -os töltetű RESOLVE oszlopon víz futtatószerrel és RI detektálással (28).

Lipidek meghatározása

A szabad zsírsavak elemzéséhez a savakat általában származék alakjában viszik fel az oszlopra, azonban a C₂ - C₄ zsírsavak elválasztását származék képzés nélkül is megoldották C-18 oszlopon UV detektálással (210 nm) (29). A származékképzés célja nemcsak a zsírsavak kromatográfiai tulajdonságainak, hanem kimutathatóságának javítása is. Erre a célra fenacil észtert (30), p-bróm-fenacilésztert (31) stb. használtak. A kétszer telítetlen oktadekánsavak izomerjeit metilészterek formájában választották el Spherisorb ODS 2 oszlopon víz:acetonitril 1:4 elegyében (detektálás 215 nm) (32). A linolénsav különböző oxidációs termékeit szilika oszlopon választották szét hexán:etanol illetve hexán:2-propanol:ecetsav elegyekben (detektálás 206 nm) (33). A mangó lipidjeinek zsírsavösszetételét hidrolízis, majd metilészter képzés után C-18-as oszlopon határozták meg metanol:víz 90:10 arányú elegyében RI detektorral (34).

A trigliceridek elválasztásával az első kísérletek (35) óta igen sokan foglalkoztak (36-38), megállapították, hogy a C-18 állófázis jobb elválasztást eredményez, mint a C-8, a borítottság növekedése szintén kedvez a trigliceridek elválasztásának (39). Az oszlop termosztálása szintén jelentős teljesítmény növelést okozott (40). Természetes zsírok és olajok trigliceridjeit 10% ezüstnitráttal impregnált 3 μ szemcseméretű szilikagél ikeroszlopon (mindkettő 150 cmx4,6 mm) választották el benzol futtatószerrel. Infravörös detektort alkalmaztak. Az egyes frakciókat Hitachi gel 3057 3 μ szemcseméretű C-18 oszlopra vitték és etanol:acetonitril 60:40 elegyével tovább frakcionálták. A detektálás oszlop után glicerid szelektív detektorral történt (41). A tejszír trigliceridjeit két sorba kötött oszlopon (Nucleosil C-18 5 μ , 15 cm + Microspher C-18 3 μ , 10 cm) választották el aceton:acetonitril 35-65 térfogatarányú elegyében refraktométeres detektor segítségével (42). Olajok triglicerid tartalmának meghatározására hasonló módszert alkalmaztak, a két 8 cmx6,2 mm méretű fordított fázisú oszlopot sorba kötötték, a futtatószer acetonitril:etanol 30-76 volt (detektálás 210 nm) (43). A pálmaolaj trigliceridjeinek elválasztását ezüstnitráttal impregnált Nucleosil 5SA oszlopon oldották meg (44).

Különböző növények szteroljait extrakció után vékonyréteg-kromatográfiai módszerrel előfrakcionálták, majd a frakciókat acilezték, az acilezett származékokat Partisil ODS (oktadecilszilika) oszlopon, metanollal választották el (UV detektálás) (45-47).

Az élelmiszerekben általában kis mennyiségben jelen levő foszfolipidek elválasztására először szilika oszlopokat alkalmaztak (48, 49). Ezek a módszerek azonban nem voltak elég hatékonyak, bár a csokoládé lecitintartalmának meghatározására sikeresen alkalmazhatók voltak (50). A módosított szilikagélek megjelenésével ezeket is alkalmazni próbálták a foszfolipidek elválasztására. Több módszert dolgoztak ki foszfolipidek amino szilika oszlopon történő meghatározására (51, 52) is. Futtatószerként hexán:2-propanol (11:16) és hexán:2-propanol:metanol:víz (11:16:2:3) grádiens elúciót alkalmaztak ultraibolya detektálással (206 nm) (53).

Az anion cserélő gyanták nem kerültek széles körű felhasználásra (54), míg a fordított fázisú rendszerek egyre jobban terjednek főleg a különböző foszfolipid csoportokon belül

az egyedi foszfolipidek zsírsavlánc hossz szerinti elválasztására (55, 56). A foszfolipidek a poláris fejcsoport töltése szerint szilika, amino szilika és diol oszlopon egyaránt elválaszthatók voltak acetonnitril:metanol:foszforsav:trifluorecetsav elegyekben.

Az elúció sorrendje (foszfatidilkolin, foszfatidilinozitol, foszfatidiletanolamin, foszfatidilszerin) más volt a diol, mint a szilika és az amino szilika oszlopon (foszfatidilinozitol, foszfatidilszerin, foszfatidiletanolamin, foszfatidilkolin) (57). A különböző foszfolipidek diol oszlopon acetonnitril:víz grádienssel is elválaszthatók (detektálás 201 nm) (58).

A HPLC tömegspektrométer összekapcsolása nemrég került alkalmazásra a foszfolipidek analitikájában (59).

Vitaminok meghatározása

A vitaminok általában igen kis mennyiségben (mikrogramm/100 g) fordulnak elő élelmiszereinkben. Meghatározásukat megnehezíti, hogy igen nagy feleslegben vannak jelen olyan kísérő anyagok (fehérjék, zsírok), amelyek a kimutatást és az elválasztást erősen zavarhatják. A hagyományos vékonyrétegekromatográfias vitamin meghatározási eljárások jelentős hátránya volt, hogy az oxigén jelenlétében és fényhatásra bekövetkező vitamin oxidációt megnyugtató módon nem tudta kiküszöbölni. A HPLC módszerek – közzismert előnyein kívül – azért is különösen alkalmasak a vitaminok meghatározására, mivel a meghatározás során könnyen biztosítható az oxigén illetve fény kizárása, ami nagymértékben növeli a meghatározás biztonságát.

Zsírolható vitaminok

Az A-vitamin hatású anyagok az élelmiszerekben szabad retinol és észterei formájában vannak jelen (60), ezért az elemzés megkönnyítése céljából az A-vitamin hatású anyagokat először általában elszappanosítják (61), majd dietiléterrel, n-hexánnal vagy petroléterrel extrahálják. A meghatározás egyaránt történhet adszorpció vagy fordított fázisú rendszerben.

A margarin retinil palmitát tartalmát heptános extrakció után szilika oszlopon határozák meg heptán:di-izopropil-éter 95:5 térfogatarányú elegyében 325 nm-en történő detektálással (62).

A tej és margarin retinil palmitát tartalmát hexánnal extrahálták, szilikagél oszlopon határozták meg hexán:dietiléter 2:98 elegyében (detektálás 325 nm) (63). A retinil palmitát meghatározásához kloroform-etanolos extrakciót, szilikagél oszlopot és hexán:kloroform 85:15 eluenst is alkalmaztak UV (313 nm) és fluoreszcenciás detektálással (gerjesztés 360 nm, mérés 415 nm) (64).

A tej és a sajtok retinol tartalmát elszappanosítás és extrakció után C-18 oszlopon határozták meg acetonnitril:víz 95:5 eluenssel 328 nm hullámhosszon (65).

A 13-cisz-retinol adszorpció és fordított fázison is elválasztható a transz-retinoltól (66), szilika oszlopon a 11-cisz és a 9-cisz izomer is elválasztható az előzőektől. Az A-vitamin detektálására a fluoreszcencia detektorok érzékenyebbnek bizonyultak, mint az ultraibolya detektálás.

Az A-vitamin provitaminjaként tekintett karotinoidokból jelenleg több, mint 300 eltérő kémiai szerkezetű ismert (67, 68). Extrakciójukhoz száraz mintáknál vízzel nem elegendő szerves oldószert, nedves mintáknál vízzel elegyedtőt (aceton, metanol) használnak (69). A vizes extraktumból a karotinoidok kloroformba vagy hexánba vihetők, gyümölcslevekből magnézium-oxidon kiszűrhetők (70).

A margarin β -karotén-tartalmát szilika oszlopon határozták meg dietiléter:hexán 2:98 elegyében (detektálás 453 nm) (63). Ugyanezt a meghatározást fordított fázisú oszloponon is elvégezték metilénklorid:acetonitril 30:70 (71) vagy metanol:víz 99:1 elegyében (61). Az α - és β -karotének elválasztását narancsléből fordított fázisú oszlopon oldották meg metanol:víz 100:6 elegyében (detektálás 450 nm) (72).

Az élelmiszerekben a D-vitamin igen kis koncentrációban van jelen, ezért meghatározása csak gondos mintaelőkezelés után lehetséges. A D-vitamin-tartalmú mintákat először elszappanosítják (pl. nátrium-etiláttal), majd hagyományos oszlopkromatográfias eljárással előtisztítják (73, 74, 75).

A HPLC módszerek alkalmasak a D₂ és D₃-vitamin (76), a D₃-vitamin és prekurzorai (77) valamint metabolitjaik elválasztására (78).

A D-vitamin csoport analizésére adszorpciós és fordított fázisú rendszereket egyaránt kipróbáltak, de a fordított fázisok általában jobb elválasztást biztosítottak.

A tejtermékekben a D₂ és a D₃-vitamint együtt szilika oszlopon határozták meg 2-propanol:hexán 1:99 elegyében (detektálás 265 nm) (79). A csukamájolaj D-vitamin-tartalmát is adszorpciós körülmények között határozták meg kloroform:hexán:ecetsav 70:30:1 elegyében 268 nm hullámhosszon (75). Halkonzervekben a meghatározást fordított fázison (C-18) végezték metanol:víz 95:5 elegyében 263 nm-en (80).

A D₂ és a D₃-vitamint tejben és csokoládés tejben C-18 oszlopon elemezték acetonitril:metanol 90:10 elegyében (81). A sovány tejből a D₃-vitamint amino oszlopon határozták meg diklórmétán:hexán:2-propanol 50:50:0,2 (82) eluensben.

A vaj, illetve a margarin D-vitaminjait C-18 oszlopon metanol:víz 95:5 eluenssel választották el (83), a tojássárgájából a 25-hidroxivitamin D₃ meghatározására szintén C-18 oszlopot és acetonitril:metanol:víz 94:3:3 elegyet alkalmaztak (84).

Az E-vitamin hatását több rokon szerkezetű vegyület mutatja, ezek elválasztására és egymás meletti mennyiségi meghatározására a HPLC módszerek kiválóan alkalmasak.

Növényi magvakból és olajokból valamint tejből az α -, β -, Γ - és δ tokoferol valamint az α -, β - és Γ -tokotrienol elválasztását és meghatározását 2-propanol-aceton-hexán-víz keverékben történő extrakció és megoszlás után szilika oszlopon végezték dietiléter:hexán 5:95 vagy 2-propanol:hexán 0,2:99,8 elegyével. A detektáláshoz fluoreszcencia (gerjesztés 290 nm, mérés 330 nm) vagy ultraibolya detektort alkalmaztak (295 nm) (85). A fenti meghatározás növényi olajokban az extrakciós lépés kihagyásával is végrehajtható, a mintát előkezelés nélkül oldják az eluensben. Az elválasztáshoz szintén szilika oszlopot használtak, az eluens etilacetát:hexán 3:97 volt (fluoreszcencia detektor, gerjesztés 303, mérés 328 nm) (86).

Az α -tokoferol acetátot kloroform-etanol eleggyel extrahálták magvakból, az elválasztást szilikagél oszlopon végezték kloroform:hexán 15:85 elegyével (detektálás 280 nm) (64).

A gyermektápszer α -tokoferol és α -tokoferol-acetát tartalmának meghatározásához a mintákban enzimatikusan hidrolizálták a lipideket, majd pentános extrakció után C-18

oszlopon metanol-etilacetát-acetonitril grádienssel végezték a meghatározást (detektálás 265 nm) (87). A HPLC módszerek a különböző vitaminok egymás melletti meghatározására is alkalmas (88). Az E és A-vitamint fordított fázisú oszlopon választották el metanol:0,05 M nátrium perklorát 94:6 arányú elegyében ultraibolya (313 nm) és amperometriás (+0,6V) detektálással (89).

A K₁-vitamint és a K₁-vitamin 2,3-epoxidját májból acetonnal extrahálták, a meghatározást C-18 oszlopon végezték hexán:acetonitril 99,73:0,23 vagy diklórmetán:acetonitril 12,5:87,5 elegyével (90).

Vízoldható vitaminok

Az élelmiszerek B₁-vitamin (tiamin) tartalmának meghatározására számos módszert dolgoztak ki. Húsban és húskészítményekből a tiamint 0,1 M sósavval vagy kénsavval autoklávban extrahálják, majd C-8 oszlopon 5 mM nátrium-hexánszulfonát: 5% ecetsav:tetrahidrofurán 16:79:5 elegyében 254 nm-en történő detektálással (91) vagy szilika oszlopon kloroform:metanol 90:10 elegyében fluorometriás detektorral határozzák meg (92). Rizsből és rizskészítményekből a tiamint 0,05 M kénsavval extrahálják, C-18 oszlopon határozzák meg metanol:ecetsav:víz 39:1:60 elegyében (detektálás 254 nm) (93). Lisztes termékekből extrakció után szintén C-18 oszlopon választják el a tiamint acetonitril:0,01 M foszfát puffer (pH 7) elegyében, amely 5 mM nátrium-heptánszulfonátot tartalmazott (detektálás 254 nm) (94). A vitamin B₆ (riboflavin) meghatározására a fordított fázisú módszerek terjedtek el. Mivel a riboflavin erősen fluoreszkál, a detektáláshoz rendszerint fluorometriás detektort alkalmaznak 450 nm körüli gerjesztéssel és 510–520 nm-es detektálással. Futtatószerként 2-propanolacetát puffer (pH 4) grádiens (95), metanol:acétát puffer (pH 5,8) 30:70 (96) vagy acetonitril:víz 6:94 elegyet (97) alkalmaztak.

A B₆-vitamin az élelmiszerekben főleg piridoxin, piridoxál és piridoxamin valamint foszfátészterek alakjában fordul elő.

A sovány tejek B₆-vitamin tartalmát extrakció után C-18 oszlopon határozták meg 0,033 M foszfát puffer (pH 2,2) és acetonitril 99:1 arányú elegyében, a detektálás 280 nm hullámhosszon történt (98). Különböző szárított élelmiszerekből 0,2 M nátrium-acetáttal ultrahangos kezeléssel vonták ki a B₆-vitamint, majd savas foszfátú enzimmel kezelték, az enzimet triklórecetsavval csapták ki és centrifugálással távolították el. Az elválasztáshoz C-18 oszlopot 0,033 M foszfát puffert (pH 2,2) és fluometriás detektort (gerjesztés 295, mérés 370 nm) alkalmaztak (99).

Igen sok élelmiszer mintából szulfoszalicilsavval extrahálták a B₆-vitamint, metilénklóriddel keverték, centrifugálták, majd a vizes fázist ioncserélő oszlopon előtisztították. A meghatározás Bio-Rad A-25 oszlopon történt 0,04 M NaCl, 0,01 M glicin, 0,005 M semikarbazid elegyében, melynek pH értékét nátriumhidroxiddal 10-re állították (detektálás fluometriás detektorral) (100).

A különböző B-vitaminok egymás melletti meghatározására is több módszert dolgoztak ki. A különböző magvak riboflavin, tiamin és niacin tartalmának meghatározásához vizes futtatószer elegyet (2,72 g nátriumacetát trihidrát és 1,2 g jégecet egy liter vízben) és szilikagél oszlopot alkalmaztak. Fluoreszcencia detektort használtak, 435 nm gerjesztéssel és 545 nm detektálással (101). Egy másik módszer szerint a B₁, B₂, B₆ és B₁₂-vitamin elvá-

lasztását C-18 oszlopon oldják meg metanol:víz 80:20, illetve 50:50 arányú elegyével, 254 nm-en történő detektálással (102).

A különböző élelmiszerek nikotinsav tartalmának meghatározásához a mintákat autoklavokban 0,125 M kénsavval tártják fel, takadiasztálzával inkubálják, majd papainnal kezelik. A nagy molekulású anyagokat triklórecetsavval csapják le és centrifugálással távolítják el. Az elválasztást szilika oszlopon végzik 2,72% nátrium-acetát és 1,2% ecetsav oldatával, a detektáláshoz fluoreszcencia detektort alkalmaznak p-acetofenonnal történő származékképzés után (gerjesztés 435, mérés 500 nm) (103).

Rizsből hasonló módon vonják ki és tisztítják a nikotinsavat, de a meghatározáshoz C-18 oszlopot, metanol:ecetsav:víz 39:1:60 elegyet és UV detektálást (254 nm) alkalmaznak (93). Növényi magvakból kalcium-hidroxid oldattal extrahálják a nikotinsavat, majd anion-cserélőn előtisztítják. Az elválasztó oszlop szintén fordított fázisú (C-18), a detektálás 254 nm-en történik (104). A folsav származékok elválasztására általában a fordított fázisú oszlopok a kedvezőbbek (105), az eluenshez ion-pár képzőként tetrabutil-ammónium-foszfátot adnak (106).

Mivel az aszkorbinsav lúgok jelenlétére és oxidációra érzékeny, extrakciójához metafoszforsavat alkalmaznak 3 (107) vagy 6% (108) töménységben. A metafoszforsav hatósebbséggel gátolja meg az aszkorbinsav réz illetve vas ionokkal katalizált oxidációját, mint az oxálsav. Az aszkorbinsav és a dehidroaszkorbinsav elválasztására számos HPLC módszer ismert (109-111). Az elválasztás C-18 vagy C-8 oszlopon egyaránt elvégezhető, az eluens 0,25% metafoszforsavas víz, a detektáláshoz elektrokémiai detektort (400 mV) alkalmaznak (112). Mivel mind az elektrokémiai mind az UV detektor alkalmazása esetén zavaró csúcsok léphetnek fel (113, 114), eljárást dolgoztak ki fluorometriás detektálásra. Az aszkorbinsavat ASAHIPAK GS-320 hidrophil oszlopon választják el 30 °C hőmérsékleten 2 l vízben oldott 4,5 g borkősav, 1,5 g dinátrium-etiléndiamin-tetraacetát, 1 g β -tioglikol elegyében, melynek pH értékét nátrium-hidroxiddal 3,00-3,03-ra állítják be. Az elválasztás után az aszkorbinsavat benzamidinnel reagáltatják, a detektáláshoz 325 nm-en gerjesztik, az emittált fényt 400 nm-en mérik (115).

A sörök aszkorbinsav tartalmát C-18 oszlopon határozták meg vizes citrát pufferben (pH 4,4), amely 0,5 mM EDTA-t és 1 mM N-metil dodecylamint tartalmazott. Amperometriás detektort használtak +0,60 V feszültségen (116).

Élelmiszer-adalékok meghatározása

A különböző élelmiszerek szerves savainak meghatározására először ioncserélő módszereket alkalmaztak. A borok galakturonsav, tejsav, malonsav, borkősav és borostyánkősav tartalmát Aminex A-25 oszlopon választották el 0,9 M nátrium formiát oldattal (pH 7,5) refraktométeres detektor segítségével (117). A mustok és borok cukor, glicerin, etanol és szerves sav tartalmát Aminex A-8 vagy Beckman M-72 ioncserélő oszlopon határozták meg víz:metanol 4:1 elegyével, refraktometriás detektorral (118). Az utóbbi években a fordított fázisú oszlopok alkalmazása terjedt el a szerves savak elemzésében. A gyümölcslevek szerves savait C-18 oszlopon választották el vizes 2,0%-os kálium-dihidrogénfoszfát oldattal, amelynek pH értékét foszforsavval 2,4-re állították be (119). Hasonló módszert alkalmaztak almalevek malonsav és citromsav tartalmának meghatározására (120). A malonsav, borkősav és citromsav elválasztását 3 perc alatt oldották meg C-18 oszlopon vizes foszforsav futtatószerrel (pH 2,2) (121). Az oxálsav meghatározására szín-

tén fordított fázisú oszlopot használtak, a futtatószer 0,5% kálium-dihidrogén-foszfát volt, amely 5 mM tetrabutil-ammonium-szulfátot tartalmazott (pH 2,0-ra állítva foszforsavval) (122). Sajtokból a szorbinsavat, a dehidroecetsavat és a propionsavat vízgőzdesztillációval nyerték ki, a savakat C-18 oszlopon választották el metanol:0,02 M foszfát puffer (pH 7,2) 30:70 elegyével, a detektálás 235 nm-en történt. A kimutatási határ szorbinsavra 0,2 mg/kg, dehidroecetsavra 5 mg/kg volt (123).

Almalevek főbb szerves savainak mennyiségi meghatározására a közelmúltban dolgoztak ki új módszert. A mintát Sep-Pak C-18 előoszlopon engedték át, majd az elemzést C-18 oszlopon végezték 0,2 M KH_2PO_4 (pH 2,4) futtatószerrel. A laboratóriumok közötti átlagok variációs koefficiense 2,9-14,7% között változott (124).

Az antioxidánsok meghatározására általában fordított fázisú oszlopot alkalmaznak, a detektálás 280 nm-en történik. A BHT, BHA és három gallát elválasztását vizes ecetsav-metanol oldószergrádienssel érték el (125). Az antioxidánsok extrakciójához az olajmintát hexánban oldják, majd acetonitrillel extrahálják, elválasztásukhoz vizes ecetsav-acetonitriles ecetsav grádiens alkalmaznak (126). Más eljárás szerint az antioxidánsokat metanol:0,1 M ammónium-acetát vagy 0,01 M foszfát puffer segítségével választják el és amperometrikusan detektálnak (127).

A mesterséges édesítőszernek közül a legtöbb módszer a szacharin meghatározásával foglalkozik. Különböző italokban a szacharint, nátrium-benzoátot és koffeint C-18 oszlopon választották szét víz:ecetsav 80:20 elegyben, melynek pH értékét 3,0-ra állították be telített nátrium-acetát oldattal (128). A szacharin szennyezéseit Zorbax CN oszlopon határozták meg víz:ecetsav 95:5 elegyében 268 nm-en (129). Különböző élelmiszeradalekokat (acetsulfám, szacharin, p-oxibenzoészav, koffein, vanillin, dulcin, benzoészav és aszpartám) extrakció után fordított fázisú oszlopon választották el metanol:ecetsav:víz 20:5:75 térfogatarányú elegyében (detektálás 254 nm-en) (130). Különböző italok és édességek szacharin tartalmát C-18 oszlopon határozták meg 1% ecetsav:metanol (950:50) vagy 1% ecetsav:metanol 30:70 arányú elegyében 254, 280, 207 vagy 214 nm-en történő detektálással (131).

A szorbitol meghatározására Aminex carbohydrate HPX-87 oszlopot 80 °C hőmérsékleten, víz eluent és refraktometriás detektort (132) vagy Waters μ -Bondapak/carbohydrate oszlopot és acetonitril:víz 85:15 eluent használnak (133, 134).

Az aszpartám meghatározására erős kation-cserélő gyantát, vizes 0,1 M citromsav és 0,5 M nátrium-perklorát eluent alkalmaztak, melynek pH értékét nátriumhidroxiddal 4,7-re állították (135).

Pudingporok, üdítőital porok béta-aszpartám tartalmát bomlásterméke (N-L- α -aszpartil-L-fenilalanin metilészter) alapján határozták meg C-18 oszlopon acetonitril:0,02 M nátrium-foszfát puffer (pH 4,0) elegyében, amely 5 mM nátrium heptánszulfonátot tartalmazott (detektálás 210 nm) (135).

Az íz- és aromaanyagok HPLC vizsgálata rendkívül széles terület. A gázkromatográfiai módszerekkel szemben a HPLC előnye, hogy a nem illó íz- és aromaanyagok is vizsgálhatók, a minta az elemzés során nincs olyan magas hőmérsékletnek kitéve, amely bomlását okozhatja.

A komló keserű anyagait először szilika oszlopon választották el petroléter (60-80 °C):kloroform 9:1 elegyével, amely 0,1 M di-n-butil-ammonium-acetátot tartalmazott (136). Megállapították, hogy az ioncserélő és a ciano oszlopok kevésbé alkalmasak az elválasztásra, mint a C-18 oszlopok, amelyekhez metanol:víz 59-41 elegyet használtak,

0,2 M-os, 7,0 pH értékű acetát pufferrel (detektálás 334 nm) (137). A sörök izohumulon és izokohumulon tartalmát C-18 oszlopon határozták meg metanol-víz grádiens elúcióval 5 mM terabutyl-ammónium-foszfát jelenlétében (138).

A sörök „ízprofilját” C-18 oszlopon határozták meg víz-metanol-ecetsav-tetrabutyl-ammónium-foszfát elegyekben 254 és 280 nm-en történő detektálással (139, 140).

A kávé, tea, kakaó és néhány üdítőital xantin alkaloid tartalmának meghatározására erős kation cserélő gyantát (141) is alkalmaztak, de a fordított fázisú rendszerek lényegesen nagyobb elterjedtségnek örvendenek. Ezeket használták kakaó és csokoládék (142), kakaóbab (143), tea, kávé és kóla (144) és egyéb alkaloid tartalmú minták elemzésére (145).

A citromlé keserű ízanyagainak elválasztására 40 °C hőmérsékleten tartott Zorbax CN oszlopot, 2-propanol:hexán:metanol 12:11:2 elegyet és UV detektálást (207 nm) alkalmaztak (146). Hasonló célra szintén ciano oszlopon metanol:víz 33:65 vagy 40:60 eluenst is használtak (147). Illóolajok összetételét adszorpciós rendszerben hexán-kloroform grádienssel határozták meg fluoreszcencia detektor segítségével (148). Ugyanerre a célra C-18 oszlopon metanol:víz 1:1 eluenst használtak 260 nm-es detektálással (149). Terpénalkoholok elválasztására Partisil 10-PXS oszlopot, hexán:etilacetát 9:1 vagy diklórmetán:etilacetát 39:1 elegyet és refraktométeres detektálást alkalmaztak (150). A β -azaron meghatározását 65 °C-on termosztált C-18 oszlopon metanol:víz 31:19 elegyben végezték (151).

A bors aromaanyagait adszorpciós rendszerben diklórmetán:metanol 200:9 elegyben választották szét (152), a piperin elválasztására külön módszert dolgoztak ki (153). Az elválasztást adszorpciós fázison etanol:hexán:ecetsav 4:95:1 elegyében is elvégezték (154).

A kapszaicinok elválasztására is több módszert dolgoztak ki (155). Az extrakcióhoz nátrium-acetáttal telített 95%-os etanolt használtak, az elválasztás C-18 oszlopon víz:acetonitril:dioxán:2 M perklorosav 500:30:20:4 eleggyel történt (detektálás fluoreszcencia detektorral, gerjesztés 288 nm, mérés 320 nm) (156). Számos egyéb íz- és aromaanyag elválasztását is megoldották HPLC módszerrel. Nukleozidokat, nukleotidokat és polifenolokat C-18 oszlopon választottak el különböző víz-metanol-ecetsav-tetrabutyl-ammónium-foszfát rendszerekben 254 és 280 nm-en történő detektálással (157). A paradicsompüré 5-hidroximetil-2-furaldehid tartalmát fordított fázisú rendszerben mérték metanol-víz grádiens elúcióval (158, 159).

A HPLC-t sherry típusú borok polialkohol és fenol tartalma érés során bekövetkező változásának nyomon követésére is alkalmazták. A mintákat dietiléterrel extrahálták, az extraktumot C-18 oszlopon programozással választották el: 5 percig 2%-os vizes ecetsavoldat majd 20 perc alatt oldószerváltás a 2:30:68 térfogatarányú ecetsav:metanol:víz futtatószer rendszerre. A detektálás 280 és 340 nm-en történt (160).

Az articsóka fenolos vegyületeit oldószerek extrakció, savas illetve lúgos előfrakcionálás után LiChrosorb RP-18 oszlopon választották el metanol és ecetsav:víz 5:95 különböző arányú elegyeivel. A detektáláshoz fluoreszcencia és diódasoros detektort használtak (161).

A kávék klorogénsavait szintén fordított fázisú oszlopon választották el oldószerek programozással, 0,5% vizes hangyasavról 60 perc alatt 0,5% hangyasav 30% acetonitrilben futtatószerig (detektálás 313 nm-en) (162). A sűrített mustok fenolos vegyületeit Bondapak Phenyl oszlopon választották el víz:metanol:ecetsav 80:18:2 elegyében (detektálás 280 nm-en) (163). A zeller ízanyagait extrahálás után szilikagél oszlopon előtisztították, majd Zor-

bax szilikagél oszlopon választották szét vízmentes diklórmetán futtatószerben (detektálás 265 nm-en) (164).

Élelmiszer-színezékek meghatározása

A szintetikus élelmiszer színezékek engedélyezett választéka és alkalmazási köre az utóbbi évtizedekben jelentősen csökkent, de alkalmazásukat még nem küszöbölték ki teljesen. A HPLC elválasztás előtt az ionos színezékeket szerves oldószerekbe viszik át ionpárpépző segítségével, pl. kloroformba vagy n-heptánba tri-n-oktilamin jelenlétében (165) vagy diklórmetánba 10–50 mM cetiltrimetil-ammóniumbromid jelenlétében (166).

Néhány esetben az enzimátikus előkezelés előnyösen befolyásolta a színezékek visszanyerését (167). A színezékek elválasztására gyakran alkalmaznak erős ioncserélő oszlopot (168) és futtatószer grádiens: a kiinduló futtatószer 0,01 M nátrium tetraborát, a végső ugyanez 0,2 M nátrium perkloráttal (detektálás 382 és 254 nm-en) (169).

Fordított fázisú rendszerek esetében a futtatószer általában pufferolja vagy ionpárpézt adnak hozzá. Különböző arányú víz:metanol elegyekkel 12 szintetikus színezéket választottak el, a futtatószer minden esetben 5 mM tetrabutil-ammónium-foszfátot tartalmazott, a detektálást 610 és 480 nm-en végezték (170).

Részletesen tanulmányozták a futtatószer összetételének hatását a különböző színezékek retenciós sajátosságaira (171). Erős elektrolitok jelenlétében a csúcsalak javul, 10 naftol-szulfonsav származékot 0,4 M nátriumsulfát - metanol:víz 40:60 grádienssel sikeresen elválasztottak (172). Az amino fázisok alkalmazása elég ritka, különböző élelmiszerek tartarazin tartalmának meghatározására használtak vizes 0,7 M nátrium-acetát puffert (pH 5,0) (173).

A természetes színezékek közül a klorofilokat grádiens elúcióval, fordított fázisú oszlopon választják el (174). A spenót klorofiljainak a feldolgozás hatására bekövetkező változásait szintén C-18 oszlopon tanulmányozták, az eluens összetétel metanol:víz 3:1 elegytől változott etilacetátra (175).

Antociánok félpreatatív elválasztására 10 mm belső átmérőjű Supelcosil LC-18 oszlopot alkalmaztak. Futtatószerként hangyasav:metanol:víz elegyeket és grádiens elúciót használtak (detektálás 515 nm-en) (176). Gyümölcsök és zöldségfélék cisz-transz karotén izomerjeit kalciumhidroxidos oszlopon választották el acetón:hexán 3:977 arányú elegyben (detektálás 436 és 340 nm-en) (177). Különböző zöldségfélék karotinjait 2:2:1 acetonitril:petroléter:kloroform eleggyel extrahálták, elválasztásukhoz 5 μ -os IBM C-18 oszlopot, acetonitril:kloroform 9:1 futtatószerrel és ultraibolya detektálást alkalmaztak (178).

A karotinoidok meghatározásához a mintákat megőrölték, diklórmetán:kloroform 2:1 elegyével extrahálták, az extraktumot elszappanosították és mosták. Az elválasztást C-18 oszlopon végezték etilacetát:acetonitril 25:75 arányú elegyben, amely 0,1% n-dekanolt tartalmazott (detektálás 450 nm) (179).

Alkoholtartalmú italok β -azaron, szafrol, izoszaflon és anetol tartalmát 3 μ -os C-18 oszlopon választották el acetonitril:víz 45:55 elegyben. A detektálás több hullámhosszon történt (290, 310, 325 és 355 nm) (180).

Az aminosavak HPLC meghatározására igen sok módszert dolgoztak ki. A korábbi módszerekről igen jó összefoglaló jelent meg (181), ezért ezek ismertetésétől eltekintünk. A HPLC meghatározást általában származékképzési lépés előzi meg, mivel az aminosavak a leggyakrabban alkalmazott ultraibolya detektorokkal nem érzékelhetők.

Különböző élelmiszerek aminosav tartalmának fenil-izotiocianát segítségével történő meghatározására dolgoztak ki egy gyors és érzékeny módszert. A fehérje hidrolizátumot fenil-izotiocianáttal kezelték, a származékokat Waters Pico-Tag oszlopon választották el nemlineáris grádiens elúció segítségével 38 °C hőmérsékleten. A két futtatószer 0,5 ml/l trietilamint tartalmazó 0,14 M nátrium-acetát (pH 6,4-re állítva) illetve acetonitril:víz 60:40 volt (182). Az előzőhöz hasonló módszert írnak le takarmányok aminosav összetételének meghatározására. A fenil-izotiocianát származékokat ugyanúgy fordított fázisú Pico-Tag oszlopon választották el hasonló futtatószer grádienssel. A detektálás 254 nm-en történt (183).

A származékkészítéshez gyakran orto-ftálaldehidet alkalmaznak (184), a származékkészítést teljesen automatizálták (185).

Az orto-ftálaldehid mellett α -naftil-karbamát származékokat is alkalmaztak. Elválasztásuk C-18 oszlopon történt 30 °C hőmérsékleten acetonitril-vizes 0,1 M nátrium-acetát (pH 6,3) grádienssel, a detektáláshoz fluoreszcencia detektort alkalmaztak (gerjesztés 290, mérés 370 nm) (186).

Az aminosavak elválasztás előtti danzilezése is igen gyakori. A danzil származékokat C-18 oszlopon választják el acetonitril-0,13 M ammónium-acetát (pH 6,8) grádienssel (187). A vizes fázis más esetben 28 mM foszfát puffer (pH 7,2) volt (188). Az L- és D-aminosavak danzil származékait szintén fordított fázisú oszlopon választották el 12,5 mM β -ciklodextrin jelenlétében (189).

Az enantiomerek elválasztásához L-prolint kovalensen kötött fázist is alkalmaztak acetonitril:0,1 M ammónium-acetát + 0,1 M réz (II) szulfát eluenssel, 220 nm-en történő detektálással (190). Egy másik eljárás szerint a p-brómfenil-karbamil származékokat választják el naftiletilkarbamát álló fázison (191). Az aminosav enantiomereket származékképzés nélkül is elválasztották koronaéterek segítségével. Az eluens 0,01 M perklorosav volt (detektálás 200 nm) (192).

Bár a peptidek és fehérjék elválasztása a HPLC kutatások egyik fő területe, kimondott élelmiszeripari alkalmazásuk jelenleg még csekély. A márványsajt foszforwolfrámsavban oldható peptidjeit Sephadex G-10 oszlopon vízzel előfrakcionálták, majd C-18 oszlopon vizsgálták (193). A szójabab tripszin inhibitor elválasztására C4 oszlopot (300 Å pórusátmérő) alkalmaztak acetonitril:10 mM foszforsav grádiens elúcióval. Amennyiben az oszlopot hemoglobinnal előkezelték, a tripszin inhibitor denaturálódása lényegesen lelassult (194). Savófehérje koncentrátumok β -laktoglobulin, α -laktalbumin és szérumalbumin tartalmát határozták meg 30 nm átlagos pórusátmérőjű, C-4-es oszlopon nemlineáris futtatószer grádiens programozással 30-45% acetonitril koncentráció között. A detektálás 210, 230, 250 és 280 nm-en történt (195). Savófehérje koncentrátumok fehérjét TSK-3000 SW oszlopon is elválasztották 0,1 M nátriumnitrát/0,1 M foszfát puffer (pH 6) elegyével (detektálás 280 nm) (196).

A mikotoxinok mennyiségi meghatározása jelentős toxicitásuk miatt igen fontos része a korszerű élelmiszer ellenőrzésnek. Meghatározásukat megnehezíti, hogy általában igen kis mennyiségben vannak jelen meglehetősen sok rokon jellegű vegyület kíséretében.

A különböző aflatoxinokat a mintából először szerves oldószerrel (kloroform:víz 10:1 diatomaföld jelenlétében) extrahálják, majd szilika oszlopon, amelyre vízmentes nátrium szulfátot rétegeznek, előtisztítják (197). A direkt fázisú elválasztáshoz szilika oszlopot, vízzel telített kloroform:ecetsav 9:1 eluent és fluoreszcencia detektort (gerjesztés 360, mérés 425 nm) használtak. Fordított fázisú oszlopon az aflatoxinokat víz-metanol elegyekkel kromatografálják. A módszert borok (198), nyers kávé, földimogyoró, pisztácia (199) valamint hús- és tejtermékek (200) aflatoxin tartalmának meghatározására alkalmazták. Kísérletek történtek helium-kadmium lézer indukált fluoreszcenciás detektálás alkalmazására is (201). A B₁ aflatoxin bomlástermékének tekintett aflatoxin M₁ meghatározására is alkalmaztak adszorpciót (202) és fordított fázisú módszert (203). Szilárd és folyékony tejtermékek aflatoxin M₁ tartalmának meghatározásához az extraktumot először affinitás kromatográfiával előtisztítják, majd C-18 oszlopon választják el 35 °C-on acetonitril:metanol:víz 24:8:68 elegyében. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhossza 363 illetve 433 nm volt. A kimutatósi határt 50 pg/l-nek találták (204). A sajtok aflatoxin M₁ tartalmának meghatározásához az extraktumot szilika előoszlopon tisztították, majd C-18 oszlopon acetonitril:víz 30:70 elegyével határozták meg fluorometriás detektálással. A kimutatósi határ mintegy 10 ng/kg volt (205). Folyékony tejtermékekből az aflatoxin M₁ és M₂-t Sep-Pak C-18 oszlopon vonták ki, szilika oszlopon tisztították, trifluorecetsavval származékot képeztek, majd C-18 oszlopon elválasztották. A mozgó fázis víz:2-propánol:acetonitril 80:12:8 térfogatarányú elegye volt. Fluoreszcencia detektort alkalmaztak, a gerjesztési illetve a detektálási hullámhossz 365 ill. >400 nm volt (206).

Az ochratoxin A meghatározásához C-18 oszlopot, ecetsavval pH 4,5-re beállított metanol:víz 70:30 futtatószerrel és fluoreszcencia detektort (gerjesztés 340, mérés 470 nm) alkalmaztak (207). Az ochratoxin A szabad karboxil csoportjának metilezése megkönnyíti az azonosítást (208). Takarmányokból és különböző magvakból az ochratoxin A-t 5% ecetsavat tartalmazó kloroform:metanol (8:2) eleggyel extrahálták, az extraktumot szilika és ciano oszlopon előtisztították. A meghatározás 3 µ-os C-18 oszlopon történt kloroform:etanol:ecetsav 55:45:1 térfogatarányú elegyével. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhossza 330 és 460 nm volt. A szerzők állítása szerint a fenti módszerrel 0,005 ppm ochratoxin A meghatározható volt (209). Kávéból és kávé tartalmazó termékekből az ochratoxin A-t metanol:1% vizes nátrium-hidrogénkarbonát elegyével extrahálták, C-18 oszlopon előtisztították és a mérést is C-18 oszlopon végezték. A futtatószer acetonitril:víz:0,2 M foszfát puffer (pH 7,5) 50:47:3 arányú elegye volt. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhosszát 365 illetve 450 nm-nek választották. A termék fajtájától függően a kimutathatósági határ 0,2–5 µg/kg között változott (210).

A *Myrothecium* sp. mikotoxinjait, roridin A-t és verrucarin A-t Versapack szilikagél oszlopon választották el az alábbi program segítségével: 100% diklórmetán induló futtatószer, amely 16 perc alatt éri el a diklórmetán:metanol 9:1 végösszetételt. Detektálás 254 nm (211).

A takarmányokból s szemes terményekből a zearalenont és a zearalenolt kloroformmal extrahálták, C-18 oszlopon választották szét víz:metanol 70:30 elegyével. A fluoreszcencia detektor gerjesztési hullámhossza 236 nm, a detektálási 418 nm volt.

A kimutathatósági határt 10 ng/g-nak találták (212).

A rizsből extrahált ciklosporin A mikotoxint Sephadex oszlopon előtisztították, majd C-18 oszlopon határozták meg acetonitril:víz 80:20 elegyben 212 nm-nél (213).

Egyéb idegen anyagok meghatározása

Az eddig felsoroltakon kívül az élelmiszerekben igen sok természetes és mesterséges eredetű anyag fordul elő, amelyek kimutatása és mennyiségi meghatározása egészségügyi szempontból rendkívül jelentős. Ezek csoportosítása meglehetősen nehéz, ezért a továbbiakban – a teljesség igénye nélkül – csak néhány példát mutatunk be a HPLC ilyen irányú élelmiszeripari alkalmazásáról.

Egyszerű és pontos módszert dolgoztak ki a cisztein-klorid meghatározására kenyér adalékokban. A cisztein szulfhidrid csoportját aromás tioszulfonáttal reagáltatják, a keletkező, stabil diszulfid ultraibolya elnyelése alapján könnyen meghatározhatóvá válik. Az elemzést 10 μ szemcseméretű C-18 oszlopon végezték metanol:víz:ecetsav 30:70:1 arányú keverékével 1,5 ml/perc áramlási sebességgel. A detektálás 254 nm-en történt (214).

A sörök (alkoholtartalmúak és alkoholmentesek) tiramintartalmának meghatározására is dolgoztak ki módszert. A sört Amberlite CG50 oszlopon előtisztítják, majd az elemzést C-18 oszlopon végzik 0,07 mM foszfát-pufferrel (pH 4,9), amely 0,1 mM EDTA-t, 0,75 mM hexánszulfonsavat és 6% metanolt tartalmazott. A meghatározáshoz elektrokrómiai detektort alkalmaztak (215).

Különböző italféleségek melamin tartalmát kation- és anioncserélő gyantán történő előtisztítás után C-18 oszlopon határozták meg acetonitril:foszfát puffer (pH 3,0) elegyében, amely 0,005 M laurilszulfátot tartalmazott (detektálás 235 nm, kimutathatósági határ 2,5 μ g/50 ml) (216).

A *Lactobacillus bulgaricus* által termelt antimikrobiális hatású anyagokat a tenyészetből vízzel extrahálták, preparatív oszlopon (Lobar LiChroprep RC-8, grádiens elúció víz:metanol és víz:2-propanol elegyekkel) előtisztították, majd Bio-Rad ODS-5 oszlopon választották el programozott futtatószer grádienssel 0,05 M foszfát puffer (pH 4) mint kiindulási és 1:1 metanol:foszfát puffer mint végső futtatószer között (detektálás 210 nm-en) (217).

A halakból az ampicillint metanollal extrahálták, az extraktumot Florisil előoszlopon tisztították, majd a mennyiségi meghatározást Nucleosil C-18 oszlopon 30 °C hőmérsékleten végezték metanol:puffer pH=6,0 15:85 térfogatarányú elegyével. A detektálás 222 nm hullámhosszon történt. A kimutatási határt 0,03 ppm-ben adták meg (218). A csirkehúsból a spiramicint acetonitrillel vonták ki, majd puffer – hexán és puffer – dietiléter megoszlással tisztították, a HPLC vizsgálat előtt kloroformban vették fel. A meghatározást Zorbax BP-C-8 oszlopon végezték metanol: 0,4% H_3PO_4 7:3 elegyével, amely 0,2% 1 heptánszulfonsav nátriumot tartalmazott. Detektálás 231 nm. A kimutatási határt 0,05 ppm-nek találták (219). Takarmánykeverékekből a rotenont ecetsav-acetonitril eleggyel vonták ki, majd C-18 oszlopon elemezték acetonitril:víz 60:40 elegyével, detektálás 280 nm-en (220). A csirkéből metanollal vonták ki az amproliumot, folyadékextrakcióval tisztították, majd Hibar LiChrosorb RP-8 oszlopon határozták meg acetonitril:0,2 M KH_2PO_4

elegyével, amely 5 mM 1-hexánszulfonsav nátriumot tartalmazott. A detektálást 270 nm-nél illetve fluoreszcencia módban végezték (367 és 470 nm) (221).

Különböző élelmiszerek steviozid és rebaudiozid tartalmát Finepak SIL NH₂ oszlopon határozták meg víz:acetonitril 80:45 térfogatarányú elegyével, amely 0,17% tetrabutil-ammonium-foszfátot tartalmazott. A keresett vegyületeket 210 nm hullámhosszon detektálták (222).

Gabonafélék nivalenol és dezoxinivalenol tartalmát az extraktum alumínium-oxid, aktív szén és kationcserélő oszlopon történő előtisztítása után C-18 oszlopon határozták meg metanol:víz 14:86 és 10:90 arányú elegyében 222 nm hullámhossznál (223).

Élelmiszerek benzaldehid szintjét ciano oszlopon határozták meg metanol-víz-0,1 M NaCl eluens rendszerben Bondapak CN oszlopon fotoelektrokémiai detektorral. A detektor 1 ng szintig érzékel (224).

A gyümölcslevek 2,5-dimetil-4-oxi-3(2H)-furanon tartalmának meghatározását a fehérjék előzetes lecsapása és C-18 Sep-Pak oszlopon történő előtisztítás után Zorbax ODS oszlopon végezték 30 °C hőmérsékleten 0,05 M nátrium acetát:metanol 7:3 arányú elegyével (detektálás 290 nm-en) (225).

A csirkehús malonaldehid tartalmát C-18 Radial Pak Cartridge-on határozták meg acetonitril és 0,5% ecetsav azonos arányú elegyével (226).

A kagylókban felgyülemlett policiklikus vegyületeket a minták elszappanosítása után 2,2,4-trimetilpentánnal extrahálták, az extraktumot Bio-Beads SX-3 oszlopon előtisztították. Az előelválasztás frakcióit C-18 oszlopon választották szét nemlineáris futtatószer programmal acetonitril:víz elegyekben. A detektáláshoz UV elnyelést 254 nm hullámhosszon, illetve fluoreszcencia detektort használtak (gerjesztés 280 nm, kibocsátás 389 nm) (227).

A búzából az anyarozs alkaloidokat ammóniás etilacetáttal vonták ki, majd visszavasanyítás után diklórmétánnal újra extrahálták. Az extraktumot 10 µ-os polisztirol/divinilbenzol gyantán választották el acetonitril:0,05 M diammoniumfoszfát 55:45 arányú elegyében (pH 10,0). Fluoreszcencia detektort alkalmaztak (228).

A gyomirtó hatású fluridon (1-metil-3-fenil-5-(3-(trifluormetil)fenil)-4(1H)-piridon) és bomlásterméke mennyiségét halakban metanolos extrakció, savas hidrolízis és Sep-Pak oszlopon történő előtisztítás után C-18 oszlopon határozták meg 35 °C hőmérsékleten víz:metanol lineáris gradiens segítségével. Detektálás 313 nm-en. A kimutathatósági határ 0,04 ppm volt (229).

A tehéntejből sósavas feltárás, extrakció és lúgos hidrolízis után határozták meg a Morantel tartarátot: (1,4,5,6-tetrahidro-1-metil-2-(transz-2-(3-metil-2-tienil)vinil)pirimidine tartarát). Az elválasztást Radial-Pak A oszlopon végezték metanol:acetonitril:víz:ecetsav 40:10:49:1 arányú elegyében 313 nm-es detektálással (230).

A halakból és a növényekből a fluorent metil-terc. butiléterrel extrahálták, majd gélkromatográfiával, szilikán és aktív szénen történő adszorpcióval előtisztították. A meghatározás Zorbax ODS oszlopon történt acetonitril:víz 80:20 elegyével. A detektáláshoz UV adszorpciót (254 nm) és fluoreszcencia detektort (254, 360 nm) alkalmaztak (231).

Ital alapanyagokat dioktilszulfoszukcinát (nátriumsó) tartalmát folyadékmegosztásos rendszerben (víz, kloroform, aceton) vonták ki, a szerves fázist mosták, majd 10 µ-os ciano oszlopon aceton:0,01M KH₂PO₄ 1:4 elegyében elemezték. A detektáláshoz utólagos kloroformos extrakciót, majd metilénkék hozzáadása után 546 nm-en történő extinkció mérést alkalmaztak (232).

Baromfihúsból a ciklopiazonsavat kloroform:metanol eleggyel extrahálták, az extraktumot nátrium-hidroxid oldattal mosták, majd szilika oszlopon előtisztították. A futtatószer 0,25% 4-dodecildietil-triamint és 0,01 M cinkacetátot tartalmazó 10%-os ammónium-acetát (pH 7,3):víz:2-propanol:acetonitril 1:2:3:4 térfogatarányú elegye volt, a detektálás 284 nm-en történt (233).

A sörök toxikus 2-acetil-4(5)-tetraoxibutil imidazol tartalmát C-18 oszlopon mérték, az eluens desztillált víz volt (detektálás 287 nm) (234).

A mérges gombák pszihotrop triptamin származékait (pszilobicin, pszilocin és baecystin) fordított fázisú oszlopon választották szét metanol-0,3 M ammónium acetát grádiens elúcióval (detektálás 269 nm-en) (235).

IRODALOM

- (1) Snyder, R. L. és Kirkland, J. J.: Bevezetés az intenzív folyadékkromatográfiába. Budapest, Műszaki Könyvkiadó, 1979.
- (2) Szepesi, G.: Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfia (HPTLC) és gyógyszeranalitikai alkalmazása. Magyar Gyógyszerészeti Társaság, Budapest, 1987.
- (3) Laurent, C. J. C. M., Billiet, H. A. H. és De Galan, L.: J. Chromatogr. 285 (1984) 161.
- (4) Laurent, C. J. C. M., Billiet, H. A. H., De Galan, L., Buitenhuys, F. A. és Van Der Maeden, F. P. B.: J. Chromatogr. 287 (1984) 45.
- (5) Lingeman, H., Van Munster, H. A., Beynen, J. H., Munderber, W. J. és Hulshoff, A.: J. Chromatogr. 352 (1986) 261.
- (6) Fekete, J., Horvai, Gy., Niegreis, Zs., Tóth, K. és Pungor, E.: Magyar Kém. Folyóirat 91 (1981) 201.
- (7) Fekete, J., Horvai, Gy., Szücs, L., Sárkány, P., Niegreis, Zs., Tóth, K. és Pungor, E.: Hung. Sci. Instruments 59 (1985) 33.
- (8) Horvai, Gy., Fekete, J., Niegreis, Zs. és Pungor, E.: J. Chromatogr. 385 (1987) 25.
- (9) Sweely, C. C., Bentley, R., Makita, M. és Wells, W. W.: J. Am. Chem. Soc. 85 (1963) 2497.
- (10) Wells, G. B. és Lester, R. L.: Analyt. Biochem. 97 (1979) 184.
- (11) Schwarzenbach, R.: J. Chromatogr. 117 (1976) 206.
- (12) Jones, A. D., Burns, I. W., Sellings, S. G. és Cox, J. A.: J. Chromatogr. 144 (1977) 169.
- (13) Scobell, H. D., Brobst, K. M. és Steele, E. M.: Cereal Chem. 54 (1977) 905.
- (14) Timbie, D. J. és Keeney, P. G.: J. Food Sci. 42 (1977) 1590.
- (15) Hurst, W. J. és Martin, R. A.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 60 (1977) 1180.
- (16) Havel, E., Tweeten, T. N., Seib, P. A., Wetzler, D. L. és Liang, Y. T.: J. Food Sci. 42 (1977) 666.
- (17) Hurst, W. J., Martin, R. A. és Zoumass, B. L.: J. Food Sci. 44 (1979) 892.
- (18) Warthesen, J. J. és Kramer, P. L.: J. Food Sci. 44 (1979) 626.
- (19) Black, L. T. és Bagley, E. B.: J. Am. Oil Chem. Soc. 55 (1978) 228.
- (20) Hunt, D. C., Jackson, P. A., Mortlock, R. E. és Kirk, R. S.: Analyst, Lond. 102 (1977) 917.
- (21) Euber, J. R. és Brummer, J. R.: J. Dairy Sci. 62 (1979) 685.
- (22) Lattanzio, V., Bianco, V. V., Miccolis, V. és Linsalata, V.: Food Chemistry 22 (1986) 17.
- (23) Yu, Z. R. és Chang, B. H.: J. Food Sci. 51 (1986) 1501.
- (24) Chein, C. S. és Su, J. C.: J. Food Sci. 52 (1987) 673.
- (25) Sheu, M. J. és Schlimme, D. V.: J. Food Sci. 52 (1987) 732.

- (26) Wight, A. W. és Datel, J. M.: *J. Food Chemistry* 21 (1986) 167.
- (27) Liu, K. és Markakis, P.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 222.
- (28) Brooks, J. R. és Griffin, V. K.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 712.
- (29) Bush, K. J., Rusell, R. W. és Young, J. W.: *J. Liquid Chromat.* 2 (1979) 1367.
- (30) Borch, R. F.: *Analyt. Chem.* 47 (1975) 2347.
- (31) Pei, P. T. S., Kossa, W. C. Ramachandran, S. és henly, R. S.: *Lipids* 11 (1976) 814.
- (32) Gertz, von Ch.: *Fat Sci. Technol.* 89 (1987) 320.
- (33) Wurzenberger, M. és Grosch, W.: *Lipids* 21 (1986) 261.
- (34) Shibahara, A., Yamamoto, K., Nakayama, T. és Kajimoto, G.: *Lipids* 21 (1986) 388.
- (35) Pei, P. T. S., Henly, R. S. és Ramachandran, S.: *Lipids* 10 (1975) 152.
- (36) Plattner, R. D., Spencer, G. F. és Kleiman, R.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 54 (1977) 511.
- (37) Herslof, B., Podlaha, O. és Toregard, B.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 56 (1979) 864.
- (38) Vonach, B. és Schomburg, G.: *J. Chromatogr.* 149 (1978) 417.
- (39) El-Hamdy, A. H. és Perkins, E. G.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 58 (1981) 49.
- (40) Jensen, G. W.: *J. Chromatogr.* 204 (1981) 407.
- (41) Takano, S. és Kondoh, Y.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 380.
- (42) Frede, E. és Thiele, H.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 521.
- (43) Singleton, J. A. és Pattee, H. E.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 534.
- (44) Christie, W. W.: *J. High Resol. Chrom.* 10 (1987) 148.
- (45) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 491.
- (46) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 494.
- (47) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 515.
- (48) Jungalwala, F. B., Evans, J. E. és McCluer, R. H.: *Biochem. J.* 155 (1976) 55.
- (49) Fager, R. S., Saphiro, S. és Litman, B. J.: *J. Lipid. Res.* 18 (1977) 704.
- (50) Hurst, W. J. és Marin, R. A.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 57 (1980) 307.
- (51) Kiuchi, K., Ohta, T. és Ebine, H.: *J. Chromatogr.* 133 (1979) 226.
- (52) Hanson, V. L., Osborn, T. W., Park, J. Y., Walker, W. V. és Kivel, R. M.: *Fedn Proc. Am. Socs exp. Biol.* 39 (1980) 1040.
- (53) Hanson, V. L., Park, J. Y. és Kival, R. M.: *J. Chromatogr.* (1981) 393.
- (54) Kaitaranta, J. K., Geiger, P. J. és Bessman, S. P.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 327.
- (55) Porter, N. A., Wolf, R. A. és Nixon, J. R.: *Lipids* 14 (1979) 20.
- (56) Compton, B. J. és Purdy, W. C.: *J. Liquid Chromat.* 3 (1980) 1183.
- (57) Sheely, R. M., Hurst, W. J., Sheeley, D. M. és Martin, R. A. Jr.: *J. Liquid Chrom.* 10 (1987) 3173.
- (58) Heinze, T., Kynast, G., Dudenhausen, J. W., Schmitz, C. és Saling, E.: *Chromatographia* 25 (1988) 497.
- (59) Odham, G., Valeur, A., Michelsen, P. és Aronsson, É.: *J. Chromatogr.* 434 (1988) 31.
- (60) Parrish, D. B.: *CRC crit. Rev. Fd. Sci. Nutr.* 9 (1977) 375.
- (61) Thompsom, J. N. és Maxwell, W. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 766.
- (62) Aitzetmüller, K., Pilz, J. és Tasche,: *Fette Seifen Anstrichmitt.* 81 (1979) 40.
- (63) Thompson, J. N., Natina, G. és Maxwell, W. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 894.
- (64) Widicus, W. A. és Kirk, J. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 637.
- (65) Bui - Nguyen, M. H. és Blanc, B.: *Experientia* 36 (1980) 374.
- (66) Egberg, D. C., Heroff, J. C. és Potter, R. H.: *J. Agric. Food chem.* 25 (1977) 1127.
- (67) Weedon, B. C. L.: in *Carotinoids* (Szerk.: Isler, O.), Birkhauser Verlag, Basel, 1971. 29.
- (68) Bauernfeind, J. C., Brubacher, G. B., Klau, H. M. és Marusich, W. L.: in *Carotenoids* (Szerk.: Isler, O.), Birkhauser Verlag, Basel, 1971. 744.
- (69) Van Niekerk, P. J. és Du Plessis, L. M.: *S. Afr. Fd. Rev.* 3 (1976) 167.

- (70) Stewart, I.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 132.
- (71) Landen, W. O. és Eitenmüller, R. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 283.
- (72) Calabra, G., Micali, G. és Curro, P.: *Atti-Conv. naz. Olii Essenz. Deriv. Agrum.* 7 (1978) 171.
- (73) Henderson, S. K. és Wickroski, A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1358.
- (74) Adachi, A. és Kobayashi, T.: *J. Nutr. Sci. Vitaminol.* 25 (1979) 67.
- (75) Ali, S. L.: *Fresenius Z. analyt. Chem.* 293 (1978) 131.
- (76) Wiggins, R. A.: *Chem. Ind.* 20 (1977) 841.
- (77) Hofsass, H., Grant, A., Alicono, N. J. és Greenbaum, S. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 59 (1976) 251.
- (78) Tanaka, Y., De Luca, H. F. és Ikekawa, N.: *Methods Enzymol.* 67 (1980) 370.
- (79) Thompson, J. N., Maxwell, W. B. és L Abbé, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 998.
- (80) Egaas, E. és Lambertsen, G.: *Int. J. Vitam. Nutr. Res.* 49 (1979) 35.
- (81) Henderson, S. K. és McLean, L. A.: *Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1358.
- (82) Cohen, H. és Wakeford, B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1163.
- (83) Van Niekerk, P. J. és Smit, S. C. C.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 57 (1980) 417.
- (84) Koshy, K. T. és Van der Slik, A. L.: *J. Agric. Fd Chem.* 27 (1979) 180.
- (85) Thompson J. N., Hatina, G. és Maxwell, W. B.: *Proceedings of the 9th Material Research Symposium, National Bureau of Standards, Special Publication 519 (1979) 279.*
- (86) Deldime, P., Lefebvre, G., Sadin, és Wybauw, M.: *Revue fr. Corps Gras* 27 (1980) 279.
- (87) Barnett, S. A., Frick, L. W. és Baine, H. M.: *Anal. Chem.* 52 (1980) 610.
- (88) Williams, A. T. R.: *J. Chromatogr.* 341 (1985) 198.
- (89) Huang, M. L., Buckart, G. J. és Venkataraman, R.: *J. Chromatogr.* 380 (1986) 331.
- (90) Cholerton, S. és Park, B. K.: *J. Chromatogr.* 375 (1986) 147.
- (91) Henshall, A.: *Liquid Chromatographic Analysis of Food and Beverages. Vol. 1. (Szerk.: Charalambous, G.)*, Academic Press, New York, 1979. 31.
- (92) Ang, C. Y. W. és Moseley, F.: *J. agric. Fd. Chem.* 28 (1980) 483.
- (93) Toma, R. B. és Tabekhia, M. M.: *J. Food Sci.* 44 (1979) 263.
- (94) Kamman, J. F., Labuza, T. P. és Warthesen, J. J.: *J. Food Sci.* 45 (1980) 1497.
- (95) Rouseff, R.: *Liquid Chromatographic Analysis of Food and Beverages. Vol. 1. (Szerk.: Charalambous, G.)*, Academic Press, New York, 1979. 161.
- (96) Wiggins, R. A.: *The Importance of Vitamins to Human Health, Proceedings of the Kellogg Nutrition Symposium. MTP, Lancaster, 1979. 9.*
- (97) Williams, A. T. R. és Slavin, W.: *Chromat. Newslt.* 5 (1977) 9.
- (98) Lim, K. L., Young, R. W. és Driskell, J. A.: *J. Chromatogr.* 188 (1980) 285.
- (99) Gregory, J. F.: *J. Agr. Food Chem.* 28 (1980) 486.
- (100) Vanderslice, J. T., Maire, C. E., Doherty, R. F. és Beecher, G. R.: *J. Agr. Food Chem.* 28 (1980) 1145.
- (101) Achinewhu, S. C. és Ryley, J.: *Food Chemistry* 20 (1986) 243.
- (102) Amin, M. és Reusch, J.: *J. Chromatogr.* 390 (1987) 448.
- (103) Osborne, D. R. és Voogt, P.: *The Analysis of Nutrients in Food*, Academic Press, New York, 1978.
- (104) Tyler, T. A. és Shrago, R. R.: *J. Liq. Chromatogr.* 3 (1980) 269.
- (105) Allen, B. A. és Newman, R. R.: *J. Chromatogr.* 190 (1980) 241.
- (106) Reingold, R. N., Picciano, M. F. és Perkins, E. G.: *J. Chromatogr.* 190 (1980) 237.
- (107) Pachla, L. A. és Kissinger, P. T.: *Methods Enzymol.* 62 (1979) 15.
- (108) Augustin, J., Beck, C. és Marousek, G. I.: *J. Food Sci.* 46 (1981) 312.
- (109) Geigert, J., Hirano, D. S. és Neidleman, S. L.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 396.
- (110) Doner, L. W. és Hicks, K. B.: *Anal. Biochem.* 115 (1981) 225.

- (111) Coustaad, J. M. és Sudraub, G.: *J. Chromatogr.* 219 (1981) 338.
- (112) Ziegler, S. J., Meier, B. és Sticher, O.: *J. Chromatogr.* 391 (1987) 419.
- (113) Taso, C. S. és Salimi, S. L.: *J. Chromatogr.* 245 (1982.) 355.
- (114) Mason, W. O., Amick, E. N. és Heft, W.: *Anal. Lett.* 13 (1980) 818.
- (115) Seki, T., Yamaguchi, J., Noguchi, K. és Yanagihara, Y.: *J. Chromatogr.* 385 (1987) 287.
- (116) Moll, N. és Joly, J. P.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 347.
- (117) Symmonds, P.: *Annl. Nutr. Aliment.* 32 (1978) 957.
- (118) Rapp, A. és Ziegler, A.: *Dt. Lebensmitt. Rdsch.* 76 (1979) 396.
- (119) Coppola, E. D., Conrad, E. C. és Cotter, R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1490.
- (120) Jeuring, H. J., Brands, A. és van Doorninck, P.: *Z. Lebensmittelunters. u. Forsch.* 168 (1979) 185.
- (121) Bigliardi, D., Gherardi, S. és Poli, M.: *Indust. Conserve* 54 (1979) 209.
- (122) Libert, B.: *J. Chromatogr.* 210 (1981) 540.
- (123) Saito, I., Oshima, H., Kawamura, N., Uno, K. és Yamada M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 507.
- (124) Coppola, E. D. és Starr, M. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 594.
- (125) Hammond, K. J.: *J. Assoc. Off. Publ. Analysts* 16 (1978) 17.
- (126) Page, D. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1239.
- (127) King, W. P., Joseph, K. T. és Kissinger, P. T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 137.
- (128) Woodward, B. B., Hefflinger, G. P. és Ruggles, D. I.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1011.
- (129) Szokolay, A. M.: *J. Chromatogr.* 187 (1980) 249.
- (130) Veerabhadrarao, M., Narayan, M. S., Kapur, O. és Sastry, C. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 578.
- (131) Sjoberg, A. K. és Alanko, T. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 58.
- (132) Dokladolova, J., Barton, A. Y. és Mackenzie, E. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 664.
- (133) Brandao, S. C. C., Richmond, M. L., Gray, J. I., Morton, I. D. és Stine, C. M.: *J. Food Sci.* 45 (1980) 1492.
- (134) Richmond, M. L., Brandao, S. C. C., Gray, J. I., Markakis, P. és Stine, C. M.: *J. Agric. Fd Chem.* 29 (1981) 4.
- (135) Fox, L., Anthony, G. D. és Lau, E. P. K.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 59 (1976) 1048.
- (136) Lawrence, J. F. és Iyengar, J. R.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 261.
- (137) Verzele, M. és De Potter, M.: *J. Chromatogr.* 166 (1978) 320.
- (138) Whitt, J. T. és Cuzner, J.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 41.
- (139) Qureshi, A. A., Burger, W. C. és Prentice, N.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 153.
- (140) Qureshi, A. A., Burger, W. C. és Prentice, N.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 161.
- (141) Van Duijn, J. és Van der Stegen, G. H. D.: *J. Chromatogr.* 179 (1979) 199.
- (142) Kreiser, W. R. és Martin, R. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1424.
- (143) Timbie, D. J., Sechrist, L. és Keeney, P. G.: *J. Food Sci.* 43 (1978) 560.
- (144) Jürgens, U. és Riessner, R.: *Dt. Lebensmitt. Rdsch.* 76 (1980) 39.
- (145) Apffel, J. A., Alfredson, J. V. és Majors, R. E.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 43.
- (146) Rouseff, R. L. és Fisher, J. F.: *Anal. Chem.* 52 (1980) 1228.
- (147) Fisher, J. F.: *J. Agr. Food Chem.* 26 (1978) 497.
- (148) Latz, H. W. és Ernes, D. A.: *J. Chromatogr.* 166 (1978) 189.
- (149) Ross, M. S. F.: *J. Chromatogr.* 160 (1978) 199.
- (150) Jones, B. B., Clark, B. C. és Iacobucci, G. A.: *J. Chromatogr.* 178 (1979) 575.

- (151) Micali, G., Curro, P. and Calabro, G.: *J. Chromatogr.* 194 (1980) 245.
- (152) Verzele, M., Mussche, P. és Qureshi, S. A.: *J. Chromatogr.* 172 (1979) 493.
- (153) Verzele, M. és Qureshi, S. A.: *Chromatographia* 13 (1980) 241.
- (154) Van der Greef, Nijssen, L. M., Maarse, H. és De Braun, M. T. N.: *Progress in Flavour Research 1984. Proc. of 4th Weurman Flavour Research Symposium. Dourdan, France. 9 - 11 May 1984.* Szerk.: Adda, J. Elsevier, Amsterdam, 1985.
- (155) Vam Gemert, L. J., Nijssen, L. M. De Bie, A. T. H. J. és Maarse, H.: *Sensory Quality in Foods and Beverages. Definition, Measurement and Control.* Szerk.: Williams, A. A. és Atkin, R. K. Chichester, Howood, 1983. 266.
- (156) Woodbury, J. E.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 556.
- (157) Qureshi, A. A., Prentice, N. és Burger, W. C.: *J. Chromatogr.* 170 (1979) 343.
- (158) Allen, B. H. és Chin, H. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1074.
- (159) Alfonso, F. C., Martin, G. E. és Dyer, R. H.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1310.
- (160) Estrella, M. I., Hernandez, M. T. és Olano, A.: *Food Chemistry* 20 (1986) 137.
- (161) Lattanzio, V. és van Sumere, C. F.: *Food Chemistry* 24 (1987) 37.
- (162) Clifford, M. N. Shutler, S., Thomas, G. A. és Ohiokepehai, O.: 24 (1987) 99.
- (163) Pompei, C., Rossi, M. és Barozzi, E.: *J. Food Sci.* 51 (1986) 1498.
- (164) Uhling, J. W., Chang, A. és Jen, J. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 658.
- (165) Puttemans, M. L., Dryon, L. és Massart, D. L.: *Anal. Chim. Acta* 113 (1980) 307.
- (166) Van Petteghem, C. és Bijl, J.: *J. Chromatogr.* 210 (1979) 113.
- (167) Boley, N. P., Bunton, N. G., Crosby, N. T., Johnson, A. E., Roper, P. és Somers, L.: *Analyst, Lond.* 105 (1980) 589.
- (168) Bailey, J. E.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 565.
- (169) Cox, E. A. és Reed, G. F.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 324.
- (170) Lawrence, J. F., Lancaster, F. E. és Conacher, H. B. S.: *J. Chromatogr.* 210 (1981) 168.
- (171) Puttemans, M. L., Dryon, L. és Massart, D. L.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 1.
- (172) Jandrea, P. és Churacek, J.: *J. Chromatogr.* 197 (1980) 181.
- (173) Hurst, W. J., McKim, J. M. és Martin, R. A. Jr.: *J. Food Sci.* 46 (1981) 419.
- (174) Braumann, T. és Grimme, L. H.: *J. Chromatogr.* 170 (1979) 264.
- (175) Schwartz, S. J., Woo, S. L. és von Elbe J. H.: *Agr. Food Chem.* 29 (1981) 533.
- (176) Anderson, O. M.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 665.
- (177) Chandler, L. A. és Schwartz, S. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 669.
- (178) Pasek, C. A. és Warthesen, J. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 744.
- (179) Lauren, D. R. McNaughton, D. E. és Agnew, M. P.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 428.
- (180) Curro, P. Micali, G. és Lanuzza, F.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 273.
- (181) Williams, A. P. in *HPLC in Food Analysis.* (Szerk.: Macrae, R.) Academic Press. London, 1984, 285.
- (182) Bidlingmeyer, B. A., Cohen, S. A., Tarvin, T. L. és Frost, B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 241.
- (183) Beaver, R. W., Wilson, D. M., Jones, H. M. és Haydon, K. D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 425.
- (184) Ashworth, R. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 248.
- (185) Willis, D. E.: *J. Chromatogr.* 408 (1987) 217.
- (186) Iwaki, K., Nimura, N., Hiraga, Y., Kinoshita, T., Takeda, K. és Ogura, H.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 273.
- (187) Reitsma, B. H. és Yeung, E. S.: *Anal. Chem.* 59 (1987) 1059.
- (188) Kam, P. L., Lin, C. C. és Chang, G. G.: *Int. J. Peptide Protein Res.* 30 (1987) 217.
- (189) Takeuchi, T., Asai, H. és Ishii, D.: *J. Chromatogr.* 357 (1986) 409.
- (190) Takeuchi, T., Asai, H. és Ishii, D.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 151.

- (191) Iwaki, K., Yoshida, S., Nimura, Kinoshita, T., Takeda, K. és Ogura, H.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 117.
- (192) Shinbo, T., Yamaguchi, T., Nishimura, K. és Sugiura, M.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 145.
- (193) Gonzalez, D. L., Ramos, M. és Polo, C.: *Chromatographia* 23 (1987) 764.
- (194) Reitsma, B. H. és Yeung, E. S.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 295.
- (195) Kim, I. A., Chism, G. W. és Mangino, M. E.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 124.
- (196) Morr, C. V.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 312.
- (197) Association of Official Analytical Chemists. *Official Methods of Analysis*. 13th edn. Association of Official Analytical Chemists, Washington D. C. (1980) Chap. 26, p. 26. 026.
- (198) Takahashi, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 799.
- (199) Beebe, R. M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1347.
- (200) Gregory, J. F. és Manley, D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 144.
- (201) Diebold, G. J., Karni, N. és Zare, R. N.: *Anal. Chem.* 51 (1979) 67.
- (202) Blanc, M.: *Industries Alimentaires et Agricoles* 1980 (1980) 893.
- (203) Winterlin, W., Hall, G. és Hsieh, D. P.: *Anal. Chem.* 5 (1979) 1873.
- (204) Mortimer, D. N., Gilbert, J. és Shepherd, M. J.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 393.
- (205) Bijl, J. P., van Peteghem, C. H. és Dekeyser, D. D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 472.
- (206) Stubblefield, R. D. és Kwolek, W. F.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 880.
- (207) Joseffson, E. és Möller, T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1165.
- (208) Hunt, D. C., McConnie, B. R. és Crosby, N. T.: *Analyst*, London, 104 (1979) 89.
- (209) Cohen, H. és Lapointe, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 957.
- (210) Terada, H., Tsubouchi, H., Yamamoto, H., Hisada, K. és Sakabe, Y.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 960.
- (211) Fernando, T. és Bean, G.: *Food Chemistry* 20 (1986) 235.
- (212) Bagneris, R. W., Gaul, J. A. és Ware, G. M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 894.
- (213) Edwards, J. V. és Lillehoj, E. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 126.
- (214) Healey, K., Carnevale, J. és Cole, E. R.: *Proc. 9th Australian Symposium Anal. Chem.* 1 (1987) 205-208.
- (215) Wheatley, A. M. és Tipton, K. F.: *J. Food Biochem.* 11 (1987) 133.
- (216) Ishiwata, H., Inoue, T., Yamazaki, T. és Yoshihira, K.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 457.
- (217) Abdel-Bar, N., Harris, N. D. és Rill, R. L.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 411.
- (218) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 448.
- (219) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 644.
- (220) Kline, D. A., Hanna, G. R., Honaker, C. B., Kuhn, G. O. és Jameson, C. W.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 660.
- (221) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 941.
- (222) Fujinuma, K., Saito, K., Nakazato, M., Kikuchi, Y., Ibe, A. és Nishima, T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 799.
- (223) Lauren, D. R. és Greenhalgh, R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 479.
- (224) Lcourse, W. R. és Krull, I. S.: *Anal. Chem.* 59 (1987) 49.
- (225) Lee, H. S. és Nagy, S.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 163.
- (226) McNeill, J., Kakuda, Y. és Findlay, C.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 568.
- (227) Musial, C. J. és Utthe, J.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 462.
- (228) Ware, G. M., Carman, A. S., Francis, A. J. és Kuan, S. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 697.
- (229) West, S. D. és Day, E. W.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 856.
- (230) Lynch, J. M., Mosher, F. R., Brunner, L. A. és Bartolucci, S. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 931.

- (231) Lebo, J. A. és Smith, L. M.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 69 (1986) 944.
 (232) Lawrence, J. F.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 15.
 (233) Norred, W. P., Dorner, J. W. és Landsen, J. A.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 121.
 (234) Lawrence, J. F. és Charbonneau, C. F.: J. Chromatogr. 407 (1987) 405.
 (235) Borner, S. és Brenneisen, R.: J. Chromatogr. 408. (1987) 402.

NAGYTELJESÍTMÉNYŰ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN

Cserhádi T.

A közlemény áttekintést ad a nagyteljesítményű folyadékkromatográfia élelmiszeranalitikai alkalmazásáról és annak problémáiról. Részletesen ismerteti a szénhidrátok, lipidek, zsír- és vízoldható vitaminok, adalékanyagok, színezékek, aminosavak és peptidek, valamint mikotoxinok és egyéb idegen anyagok meghatározásának eshetőségeit ezzel a technikával. Az élelmiszeranalitikai gyakorlatban az adszorpciós elven elválasztó szilikagél oszlopok és a vegyületek különböző lipofilitását elválasztási célra használó fordított fázisú oszlopok a leginkább elterjedtek. Az ultraibolya és a látható tartományban működő spektrofotometriás detektor alkalmazása a leggyakoribb.

APPLICATION OF HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY IN FOOD ANALYSIS

Cserhádi, T.

The application of HPLC in food analysis and its problems are reviewed. The possibilities of the determination of carbohydrates, lipids, fats-soluble and water-soluble vitamins, additives, food colourants, amino acids and peptides, mycotoxins and other foreign substances with this technique are discussed in detail. Silica gel columns separating on the principle of adsorption and reverse phase column using the different lipophilicity of compounds in separation are wide-spread in food analytical practice. The use of UV/VIS spectrophotometric detector is the most frequent.

ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Т. Черхати

В статье автор дает обзор о применении высокоэффективной жидкостной хроматографии в аналитике пищевых продуктов а также о возникающих при этом проблемах. Автор подробно знакомит с возможностями применения этого метода для определения углеводов, пищевых красителей, аминокислот и пептидов, а также микотоксинов и некоторых других посторонних примесей. В практике аналитики пищевых продуктов наиболее распространены основанные на принципе адсорбции колонки с силикагелем и обратно-фазовые колонки. Наиболее часто применяется также спектрофотометрический детектор, работающий в видимой и ультрафиолетовой части спектра.

ANWENDUNG DER HOCHLEISTUNGSFLÜSSIGKEITS-CHROMATOGRAPHIE IN DER LEBENSMITTELANALYTIK

Cserháti, T.

Die Publikation liefert einen Überblick über die lebensmittelanalytische Anwendung der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und über ihre Besonderheiten. Es werden die Möglichkeiten der Bestimmung von Kohlenhydraten, Lipiden, fett- und wasserlöslichen Vitaminen, Zusatz- und Farbstoffen, Aminosäuren und Peptiden sowie Mykotozinen und sonstigen Fremdstoffen mit dieser Technik erläutert. In der lebensmittelanalytischen Praxis sind die auf der Grundlage des Adsorptionsprinzips trennenden Silica-säulen und die Umkehrphasensäulen, die die verschiedene Lipophilität der Verbindungen zum Zwecke der Trennung nutzen, am meisten verbreitet. Der im ultravioletten und sichtbaren Bereich arbeitende spektrometrische Detektor wird am häufigsten angewandt.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

SIETZ, W.: *Élelmiszerek reológiai vizsgálata imitáló módszerekkel* (Rheologische Prüfung von Lebensmitteln mit imitierenden Meßmethoden)

Int. J. of Food Technol. and Food Proc. Eng. 39 (1988) 2, 121 - 126.

Reológiai élelmiszertulajdonságok gyakorlati meghatározásához jól alkalmazhatók az ún. imitáló módszerek. Ezeknél a fluid-mechanikus változások pontos meghatározása nélkül végzik a forgatónyomaték mérését különböző módon igénybevett mintákon. A fizikai alapok általában nem vagy csak nehezen definiálhatók. A mérési jelek (pl. hőmérséklet vagy idő) összevetésével különböző reológiai viselkedési módok határozhatók meg és hasonlíthatók össze a „standardokkal”. Az első alkalmazási terület a liszt- és tésztavizsgálatokra irányult. A farinográf mérési elvét alkalmazva a következő élelmiszerminták reológiai vizsgálatát végezték el:

- Aprított hús vízfelvevő képessége a viszkozitás mérésével kvantitatív meghatározható.
- Az érzékenyebb mérési tartományú és sokoldalúan temperálható farinográf jól alkalmazható termoreográfként zsírok, zsírkeverékek, csokoládémasszák, nugátok és hasonló anyagok kristályosodó képességének és a feldolgozási tulajdonságok vizsgálatára.
- Halak vágásos és szétnyomásos igénybevételének szimulálására igen, de a rágás közbeni őrlési folyamatok mérésére nem alkalmas a farinográf.

A viszkográf egy rotációs viszkoziméter, mellyel keményítő és keményítőtartalmú termékek, valamint gyümölcspulpok reológiai viselkedése jól vizsgálható.

Molnár P. (Budapest)

IONSZELEKTÍV ELEKTÓDOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZER-ANALITIKÁBAN III. FLUORID-ION MEGHATÁROZÁSA

Nguyen Hung* – Siska Elemér* – Adányiné Kisbocskói Nóra** – Molnár Pál***

- * Veszprém megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Veszprém
- ** Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest
- *** Állategészségügyi és Élelmiszervizsgáló Szolgálat, Élelmiszervizsgáló Intézet, Budapest

Érkezett: 1988. augusztus 25.

A potenciometriás mérőmódszerek az analitikai és kémiai laboratóriumokban széles körben alkalmazottá váltak, mivel a potenciometriás mérések viszonylag egyszerűek, a mérőeszközök olcsón beszerezhetők. A potenciometria további elterjedését segítette az ionszelektív elektródok kifejlesztése, melyek segítségével egyre több feladat megoldása vált lehetővé. Pungor és munkatársai ionszelektív elektródokra vonatkozó kutatásai, és az általuk kifejlesztett elektródok eredményeként magyar viszonylatban is hozzáférhetővé váltak az ionszelektív elektródok, s ennek eredményeképpen széles körű alkalmazásuk is megkezdődött (1, 2, 3, 4).

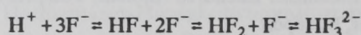
A közleménysorozat előző két részében beszámoltunk a potenciometriás mérések kiértékelésére általunk módosított Gran módszerről (5), amelynél az algebrai számítást alkalmaztuk a grafikus értékelés helyett, valamint a Commodore-64 számítógépre kidolgozott adatértékelő programról (6).

A közleménysorozat harmadik részében a fluorid-ion meghatározásával kapcsolatos módszertani munkánkról, valamint modelloldatokban és egyes folyékony élelmiszerekben kapott mérési eredményekről adunk ismertetést.

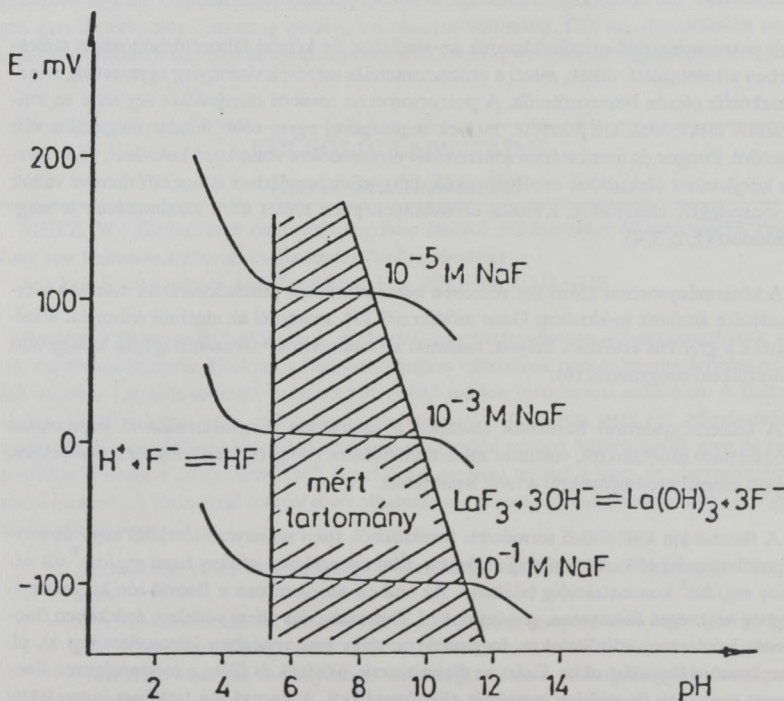
A fluorid-ion különböző természeti forrásokból, ipari szennyeződésekkel vagy mesterséges fluorozásból kerül a biológiai láncba. Élelmiszerekben néhány tized mg/dm^3 -tól néhány mg/dm^3 koncentrációig található. Az emberi szervezetben a fluorid-ion kis mennyiségben szükséges és hasznos, gondoljunk pl. fogszuvasodás elleni védelem érdekében fluorozott ivóvizekre, üdítőitalokra, fogpasztákra; nagy mennyiségben károsodást fejt ki, pl. keresztcsont lágylást okoz. Ezért az élelmiszerek, ivóvizek és főleg a mesterségesen fluorozott termékek fluorid-ion tartalmát ellenőrizni kell. A fluorid-ion tartalom ionszelektív elektróddal történő potenciometriás meghatározásával a hatvanas években kezdtek el foglalkozni (7). Az elektród érzékelői a vízben rosszul oldódó fluoridokból (LaF_3 , ThF_4 stb.) szilikongumi vázba építve vagy az elektród érzékelőjének összetevőjéhez ezüstszulfidot (vezetőanyagként) hozzáadva készíthetők (8). Ezeket a fluorid-ion szelektív elektródokat 10^{-1} – 10^{-6} $\text{mól}/\text{dm}^3$ koncentráció tartományban használták a fluorid-ion aktivitásának mérésére. Camman K. és Rechnitz G. (9, 10) szerint az Eu^{2+} -iont is tartalmazó elektród sokkal szelektívebb, és alkalmas 10^{-7} $\text{mól}/\text{dm}^3$ koncentrációjú fluorid meghatározására is.

A fluorid-ion a mintákban szabad fluorid és komplexek formájában van jelen. A szeretlen ionokkal alkotott komplexei (AlF_2^+ , AlF_2 , FeF_2^+ , SiF_6 , Po_4F_2^- stb.) viszonylag stabilak (11). Ezekben a komplexekben kötött fluorid-iont az elektród általában nem, vagy csak részben jelzi. Ezért a fluorid meghatározás során fel kell bontani a komplexkötést és maszkírozni a fluorid-ion komplexképzőit (9, 12).

A hidrogén-ion fluorid-ionnal a

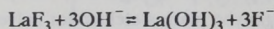


egyenlet szerint nem disszociálóg vegyületet képez, amelyet az elektród nem mutat ki. Ezáltal a szabad fluorid-ionok aktivitása csökkenő pH értékkel csökken. Az elektródpotenciál ennek eredményeként pozitívabb, ahogy az 1. ábra mutatja.



1. ábra: Fluorid elektród elektród-potenciáljának pH függése

Nagy pH érték esetén más oldalról jelentkezik a probléma, az elektródfelületen $\text{La}(\text{OH})_3$ réteg képződhet a



egyensúly szerint. A lantán-hidroxid oldhatósága közel egyezik a lantán-fluorid oldhatóságával, így bizonyos mennyiségű fluorid-ion szabaddá válik. Ez a fluorid-tartalom felelős azért, hogy az elektród-potenciál növekvő pH érték esetén egyre negatívabb lesz.

Az 1. ábra alapján megállapítható, hogy fluorid szelektív elektróddal 5–9 pH-jú oldatban kell a meghatározást végezni, 10^{-5} mol/dm³-nél kisebb koncentrációjú oldatokban az oldat pH-ját 5–5,5 között kell tartani (12, 13).

Számos szerző vizsgálta a fluorid mérést befolyásoló paramétereket és igyekezett optimális közeget kifejleszteni az összes fluorid meghatározására. Különböző összetételű közegekre a fluorid koncentráció mérése során a fluorid-ion koncentrációt befolyásoló ionok és egyéb anyagok jelenléte, kinetikus hatások, az ionerősséget befolyásoló ionok, a szemcsés vagy kolloid anyagok jelenléte, illetve ezek együttes hatása miatt van szükség (14, 15, 16). Ezért egy vagy néhány adott összetételű oldat nem elegendő a különböző eredetű minták fluorid tartalmának méréséhez.

Frant M. és Ross J. (17) az összes fluorid méréséhez teljes ionerősség beállító puffer (TISAB) használatát ajánlotta. Ez az oldat 58 g/dm³ nátrium-kloridot, 35 g/dm³ nátrium-citrátot tartalmaz, melynek pH-ját acetát pufferrel 5-re állították. A természetes és ipari vizek elemzésekor ezen TISAB oldatokat 1:1 arányban elegyítették a mintákkal. 0,1 mg/dm³ fölötti fluoridot tartalmazó mintáknál jó egyezést találtak a fluorid szelektív elektróddal történő és a spektrometriás mérés eredményei között.

Petterson S. és munkatársai (18) etilén-diamino-tetra-ecetsavat és nátriumnitrátot tartalmazó foszfát puffert javasoltak természetes vizek fluorid tartalmának meghatározásához. 0,1 – 0,2 mg/dm³ fluorid koncentrációig a kalcium 500 mg/dm³-ig, a vas 2,5 mg/dm³-ig nem zavarja a meghatározást.

A különböző TISAB oldatokban végzett vizsgálatok (19, 20, 21) bebizonyították, hogy minden TISAB oldatnak vannak előnyei és hátrányai, és felhívták a figyelmet a mátrix összetételétől függő optimális TISAB oldat kiválasztására.

Anyagok és eszközök

- pH-mV mérő - Radelkis, OP205/1, OP208/1
- mágneses keverő - Radelkis, OP912/3
- ionszelektív elektródok - Radelkis OP - F 0711P típ.
- kalomel elektród - Radelkis OP - 0830P típ.
- kettős sóhidas ezüst-ezüstklorid - 0,1 mol/dm³
- kálium-klorid elektród - Radelkis OP - 0820 típ. külső oldat 0,1 mol/dm³ kálium-nitrát

- higany-higanyszulfát elektród, saját készítésű:
50 cm³-es főzőpohárba 20 cm³ analitikai tisztaságú fémhiganyt öntünk. E fölé kb. 2 mm vastagságban analitikai tisztaságú higany-szulfátot rétegezzük, melyre 20 cm³ 10⁻¹ mól/dm³ K₂SO₄ oldatot öntünk. A higanyba platina elektródot helyezünk.

Módszer és eredmények

A vakolat, illetve vizsgálandó oldat meghatározott mennyiségét (V_x) (50–90 cm³), amelyek a pH, az ionerősség és a zavaró ionok maszkírozásához szükséges oldatot (TISAB) is tartalmaznak, főzőpohárba mérjük, belehelyezzük a pH mérővel összekötött indikátor és referenciaelektrodát, és a C_{st} koncentrációjú, TISAB-ot is tartalmazó titrálószer V cm³-enként adagoljuk a vak, illetve vizsgálandó oldathoz állandó fordulatszámú keverés mellett. Az összetartozó titrálószer térfogat és az állandósult potenciál értékeket feljegyezzük. Célszerű V_x , C_{st} és V_{st} értéket úgy megválasztani, hogy az 5–10 részletben hozzáadott titrálószer mintegy 50–100 mV elektródpotenciál változást hozzon létre.

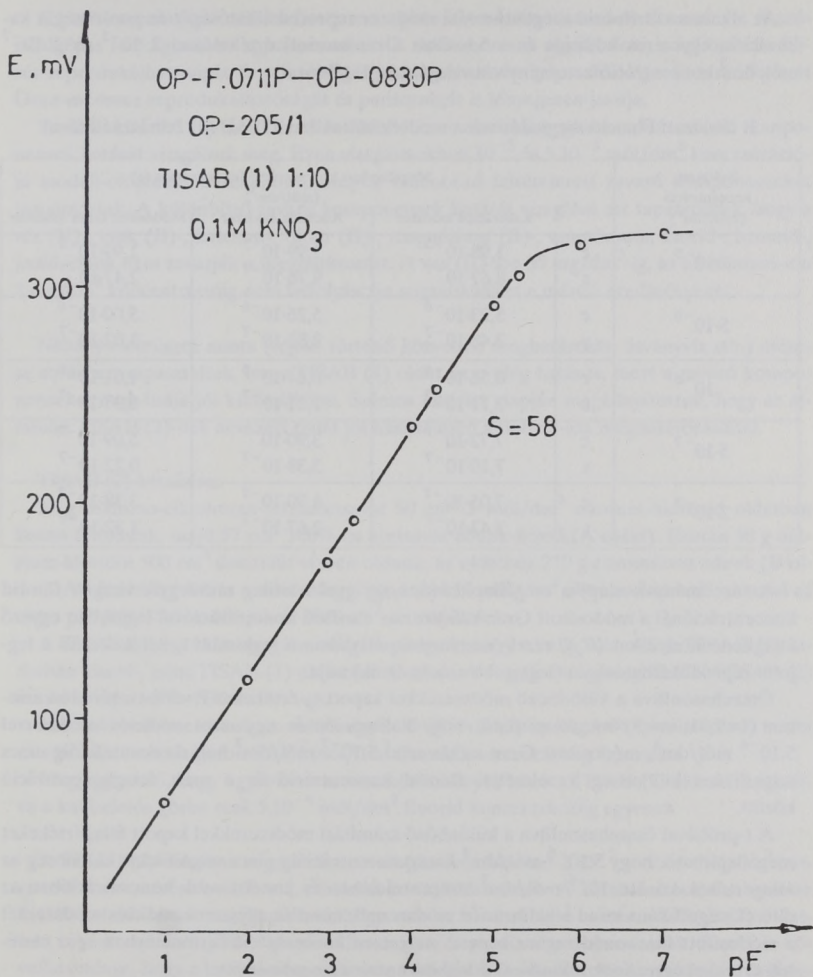
A fluorid-ion, illetve komplexeinek az elektród felületén való abszorpciója befolyásolja az elektródpotenciált, ezért az elektród mérés előtti előkészítésére nagy gondot kell fordítani. A fluorid méréshez használt Radelkis gyártmányú ionszelektív elektródok mérés előtti előkészítéséhez az alábbi módszerek alkalmaztak:

- Az első felhasználás előtt az elektród érzékelőjét legalább 6 óra hosszan 10⁻³ mól/dm³ töménységű nátrium-fluorid oldatban áztattuk.
- Az elektród felületét finom szűrőpapírral políroztuk.
- Minden használat előtt az elektródot 5–10 percre 10⁻⁵ mól/dm³ koncentrációjú nátrium-fluorid oldatban merítettük, mely 1:10 arányban a méréshez használt TISAB oldatot is tartalmazta.
- A mérendő oldathoz és a titrálószerhez is megadott arányban metilalkoholt adagoltunk. A legmegfelelőbb metilalkohol-mintaoldat térfogat aránya 1:30 – 1:10 volt.

A TISAB kutatásokkal kapcsolatos eredmények figyelembevételével módosított összetételű TISAB (1) oldatot állítottunk össze:

32 g Selecton C-t (diamino-ciklohexan-tetraecetsav) mintegy 50 cm³ 5 mól/dm³ nátrium-hidroxid oldatban oldunk, hozzáadunk 57 cm³ 100%-os ecetsavat (A oldat). 58 g nátrium-kloridot 500 cm³ desztillált vízben oldunk (B oldat). Ezt követően a két oldatot (A és B) hűtés mellett elegyítjük, majd 5 mól/dm³ nátrium-hidroxid oldattal az oldat pH-ját 5–5,5-re állítjuk és 1000 cm³ végtérfogatra töltjük fel.

1:10 arányú TISAB (1) – minta oldatban felvettük a fluorid-ion kalibrációs görbéjét (2. ábra), melyből megállapítható, hogy a Nernst-összefüggés 5.10⁻⁶ mól/dm³ határkoncentrációig érvényes.



2. ábra: Fluorid-ion kalibrációs görbéje TISAB (1) oldatban

Az általunk meghatározott optimális minta: TISAB (1) arány 1:4, illetve 1:10 volt. Modell-oldatokban a fluorid meghatározásokat – indikátor elektródként OP-F-0711P, referencia-elektrodként OP-0830P kalomel Radelkis gyártmányú elektródokat, valamint 1:3:30 metilalkohol: TISAB (1): minta arányokat alkalmazva – végeztük.

Az alkalmazott fluorid meghatározási módszer reprodukálhatóságát és pontosságát kalibrációs, egyszeres addíciós és módosított Gran-szerinti értékeléssel $2 \cdot 10^{-5}$ és $2 \cdot 10^{-7}$ mól/dm^3 koncentrációtartományban vizsgáltuk (1. táblázat).

1. táblázat: Fluorid meghatározása modelldatokban TISAB (1) felhasználásával

Beállított koncentráció (mól/dm^3)	Megállapított koncentráció (c) és szórása (s) (mól/dm^3)			
		Kalibrációs módszer	Addíciós módszer	Módosított Gran módszer
$2 \cdot 10^{-5}$	c	$1,98 \cdot 10^{-5}$	$1,99 \cdot 10^{-5}$	$1,99 \cdot 10^{-5}$
	s	$8,67 \cdot 10^{-7}$	$9,76 \cdot 10^{-7}$	$2,47 \cdot 10^{-7}$
$5 \cdot 10^{-6}$	c	$5,23 \cdot 10^{-6}$	$5,26 \cdot 10^{-6}$	$5,00 \cdot 10^{-6}$
	s	$3,48 \cdot 10^{-7}$	$3,83 \cdot 10^{-7}$	$1,02 \cdot 10^{-7}$
10^{-6}	c	$0,56 \cdot 10^{-6}$	$0,84 \cdot 10^{-6}$	$1,01 \cdot 10^{-6}$
	s	$3,11 \cdot 10^{-7}$	$1,21 \cdot 10^{-7}$	$0,37 \cdot 10^{-7}$
$5 \cdot 10^{-7}$	c	$7,72 \cdot 10^{-7}$	$3,90 \cdot 10^{-7}$	$5,09 \cdot 10^{-7}$
	s	$7,10 \cdot 10^{-7}$	$3,38 \cdot 10^{-7}$	$0,22 \cdot 10^{-7}$
$2 \cdot 10^{-7}$	c	$7,05 \cdot 10^{-7}$	$4,90 \cdot 10^{-7}$	$3,38 \cdot 10^{-7}$
	s	$3,42 \cdot 10^{-7}$	$2,67 \cdot 10^{-7}$	$1,32 \cdot 10^{-7}$

Az eredmények alapján megállapítható, hogy gyakorlatilag mindegyik vizsgált fluorid koncentrációnál a módosított Gran-módszer az elméleti koncentrációval legjobban egyező átlagkoncentrációkat (C_x), ezzel összhangban általában a legkisebb t_e értékeket és a legjobb reprodukálhatóságot (legkisebb szórás érték) adja.

Összehasonlítva a különböző módszerekkel kapott t_e értékeket $P=5\%$ -os tévedési szinten ($t=2,31$; $n=9$) megállapítható, hogy kalibrációs és egyszeres addíciós módszerrel $5 \cdot 10^{-6}$ mól/dm^3 , módosított Gran módszerrel $5 \cdot 10^{-7}$ mól/dm^3 határkoncentrációig nincs szignifikáns különbség az elméleti fluorid koncentráció és a mért átlagkoncentráció között.

A t-próbával összehasonlítva a különböző számítási módszerekkel kapott átlagértékeket megállapítható, hogy $5 \cdot 10^{-6}$ mól/dm^3 határkoncentrációig nincs szignifikáns különbség az átlagértékek között. 10^{-6} mól/dm^3 koncentrációban és ennél kisebb koncentrációban az eltérés szignifikáns mind a kalibrációs módszernél, mind az egyszeres addíciós módszernél a módosított Gran-módszerhez képest, mely ezen koncentráció-tartományban is az elméleti értékkel egyezőnek tekinthető átlagkoncentrációt eredményez.

Az F-próba igazolja, hogy a módosított Gran-módszer reprodukálhatósága $P=5\%$ -os tévedési szinten ($n_1=9$; $n_2=9$; $F_{5\%}=3,44$) a kalibrációs és egyszeres addíciós értékelési módszer reprodukálhatóságától szignifikánsan eltér, és reprodukálhatósága jobb. A koncentráció csökkenésével az F értékek növekednek, mely igazolja, hogy a reprodukálhatóságuk eltérése annál nagyobb, minél kisebb koncentráció-tartományban történik a mérés. A módosított Gran-módszer jobb reprodukálhatóságának és pontosságának oka, hogy az ismeretlen koncentráció kiszámítása nem az oldatban mért elektródpotenciálból, hanem az addíciós sorozat mért potenciálértékeinek linearizálásából extrapoláció útján történik.

A határkoncentráció csökkenése is extrapolációs mérő módszer következménye. A számítógépes feldolgozás az egyszeres addíciós módszert csak egyszerűsíti, a kalibrációs mérés reprodukálhatóságát és pontosságát javítja. A számítógépes feldolgozás a módosított Gran-módszer reprodukálhatóságát és pontosságát is lényegesen javítja.

További kísérleti munkánk során a fluorid koncentráció meghatározását zavaró komponensek hatását vizsgáltuk meg. Ezen vizsgálatokhoz 10^{-5} és $5 \cdot 10^{-5}$ mól/dm³ koncentrációjú modell-oldatokat használtunk, melyek különböző feltételezett zavaró komponenseket tartalmaztak. A különböző zavaró komponensek hatását vizsgálva azt tapasztaltuk, hogy a réz (II)-, cink (II)-, kalcium-, ólom (II)-, magnézium (II)-, ammónium, klorid-, bromid-, jodid-ionok nem zavarják a meghatározást. A vas (II)-ion 35 mg/dm³-ig, az alumínium-ion 2 mg/dm³ koncentrációig nem befolyásolja szignifikánsan a mérési eredményeket.

Néhány élelmiszer minta (tejből történő közvetlen meghatározás, ásványvíz stb.) mérése során azt tapasztaltuk, hogy TISAB (1) oldat nem elég hatásos, mert a zavaró komponensek nem tudja jól kiküszöbölni. Számos kísérlet alapján megállapítottuk, hogy az általunk TISAB (2)-nek nevezett oldat jól használható a fluorid-ion meghatározásánál.

TISAB (2) készítése:

32 g diamino-ciklohexan-tetraecetsavat 50 cm³ 5 mól/dm³ nátrium-hidroxid oldatban lassan feloldunk, majd 57 cm³ 100%-os ecetsavat adunk hozzá (A oldat). Ezután 58 g nátrium-kloridot 500 cm³ desztillát vízben oldunk, az oldathoz 210 g citromsavat adunk (B oldat). A két oldatot hűtés mellett elegyítjük, majd 10 mól/dm³ nátrium-hidroxid oldattal az oldat pH-ját 5–5,5-re állítjuk és 1000 cm³-re töltjük fel.

A TISAB (2) hatásait vizsgálva megállapítottuk, hogy a cella válaszideje TISAB (2) oldatban kisebb, mint TISAB (1) oldatban. A mintától függően a legmegfelelőbb TISAB (2) minta aránya 1:3 és 1:30 között van.

Másik következtetésünk az volt, hogy 1:10 TISAB (2)-minta, 1:30 metilalkohol: minta esetén a kalibrációs görbe $5 \cdot 10^{-7}$ mól/dm³ fluorid koncentrációig egyenes.

Megjegyzendő, hogy egyébként azonos körülmények között TISAB (1) oldatot használva a kalibrációs görbe csak $5 \cdot 10^{-6}$ mól/dm³ fluorid koncentrációig egyenes.

A TISAB (2) oldatban végzett fluorid meghatározásainkat $2 \cdot 10^{-5}$ – 10^{-7} mól/dm³ nátrium-fluorid mérése esetén a 2. táblázatban foglaltuk össze. A 2. táblázatot összevetve az 1. táblázat adataival megállapítható, hogy azonos koncentráció esetén a TISAB (2) oldatban végzett mérések jobb reprodukálhatóságot és pontosságot biztosítanak. Ennek is következménye, hogy a kalibrációs, egyszeres addíciós és módosított Gran-módszer t és F értékeinek eltérése nem annyira számottevő. A módosított Gran-módszerrel a fluorid-ion 10^{-7} mól/dm³ határkoncentrációig meghatározható.

Továbbiakban a TISAB (2) oldat zavaró komponensekre gyakorolt hatását vizsgáltuk meg a TISAB (1) oldat vizsgálatokkor részletezett komponensekre. A TISAB (2) oldat maszkírozó hatása vas(II)- és alumínium-ionokra jobb, mint a TISAB (1) oldaté, mert a vizsgált körülmények mellett a TISAB (2) oldat a vas(II)-ionokat 70 mg/dm³, az alumínium-ionokat 4 mg/dm³ határkoncentrációig maszkírozza. Tehát a TISAB (2) használata magas vas-, illetve alumínium-ion tartalmú minták esetén is előnyösebb.

2. táblázat: Fluorid meghatározása modelloldatokban TISAB (2) felhasználásával

Beállított koncentráció (mól/dm ³)	Megállapított koncentráció (c) és szórása (s) (mól/dm ³)			
		Kalibrációs módszer	Addíciós módszer	Módosított Gran módszer
2·10 ⁻⁵	c	2,01·10 ⁻⁵	2,00·10 ⁻⁵	2,01·10 ⁻⁵
	s	7,42·10 ⁻⁷	9,00·10 ⁻⁷	3,17·10 ⁻⁷
2·10 ⁻⁶	c	1,99·10 ⁻⁶	1,98·10 ⁻⁶	2,03·10 ⁻⁶
	s	2,19·10 ⁻⁸	4,49·10 ⁻⁸	3,81·10 ⁻⁸
5·10 ⁻⁶	c	4,31·10 ⁻⁷		5,02·10 ⁻⁷
	s	3,30·10 ⁻⁸		1,61·10 ⁻⁸
10 ⁻⁷	c	0,92·10 ⁻⁷		0,98·10 ⁻⁷
	s	4,34·10 ⁻⁹		3,55·10 ⁻⁹

Élelmiszerminták előkészítése fluorid-ion meghatározásához

Tej fluorid tartalmának meghatározásakor 200 cm³-es mérőlombikba 100 cm³ tejmintát mérünk, hozzáadunk 10 cm³ TISAB (2) oldatot, majd 2–4 órán át 60–70 °C-on tartjuk, majd hűtés után desztillált vízzel jelig töltjük a lombikot. Az oldatot 6000 ford/perc sebességgel centrifugáljuk, majd Schleicher-Schuell 589² szűrőpapíron szűrve zsírtalanítjuk az oldatot. A szűret alikvát részének fluorid-ion tartalmát a megadott módszerrel határozzuk meg.

Csapvíz, ásványvíz, sör, üdítőital és bor mérésénél, ha a minta szén-dioxidot tartalmaz, azt melegítéssel vagy keveréssel és ezt követő szűréssel távolítjuk el.

Egyéb élelmiszerek vizsgálata esetén az előkészítést roncsolással és azt követő desztillálással végezzük el a vonatkozó szabvány (22) előírásai szerint.

Néhány élelmiszerfajta fluorid-ion tartalma meghatározásának eredményeit a 3. táblázatban foglaltuk össze. Minden mintából 9 mérést végeztünk, a mérési eredményeket kalibrációs, egyszeres addíciós és módosított Gran-módszerrel számítottuk ki. A mérési eredmények átlag és szórás értékeiből megállapítható, hogy összességében a módosított Gran-módszerrel számított eredmények a legjobban reprodukálhatók, legkevésbé jó a reprodukálhatósága az egyszeres addíciós módszernek.

A vizsgált élelmiszerek fluorid-ion tartalma mintegy 80–400 mg/dm³ (5,10⁻⁶ – 25,10⁻⁶ mól/dm³) között változott, kivétel a Kékkúti ásványvíz, melynek fluorid tartalma mintegy 1,2–1,4 mg/dm³. Ebben a koncentrációtartományban a fluorid ionszelektív elektród kalibrációs görbéje egyenes, ezzel is összefügg a három értékelési módszerrel kapott eredmények jó egyezése, melyet a különböző értékelési módszerekkel számított adatsorok regressziós analízise is igazol.

3. táblázat: Néhány élelmiszer fluoridtartalma

Minta megnevezése	Kalibrációs módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_1)$	Addíciós módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_2)$	Módosított Gran módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_3)$
Gyöngy citrom	88,6 ± 1,6	82,4 ± 1,5	84,1 ± 1,0
Gyöngy narancs	91,8 ± 1,8	86,6 ± 1,2	87,9 ± 0,8
Rubin citrom	140,1 ± 2,1	134,1 ± 1,5	133,0 ± 0,7
Rubin narancs	89,7 ± 0,8	85,2 ± 1,2	87,0 ± 1,1
Rubin meggy ₁	128,0 ± 1,4	126,0 ± 0,7	125,0 ± 1,3
Rubin kiwi	108,0 ± 0,8	106,2 ± 1,3	105,8 ± 0,7
Rubin meggy ₂	99,3 ± 0,9	96,2 ± 1,1	96,5 ± 1,6
Rubin maracuja	109,3 ± 1,4	106,8 ± 0,8	106,6 ± 1,4
Canada dry			
arany gyömbér	81,3 ± 0,4	77,3 ± 0,7	76,6 ± 0,7
Canada dry tonic	94,2 ± 0,8	94,3 ± 0,6	93,8 ± 0,6
ETÜD narancs	121,3 ± 0,5	118,2 ± 0,8	118,7 ± 0,7
ETÜD meggy	130,2 ± 1,6	127,6 ± 1,1	128,0 ± 1,5
Traubisoda	110,2 ± 0,8	107,4 ± 0,8	106,8 ± 1,3
Coca Cola	158,5 ± 1,3	157,1 ± 0,8	156,2 ± 0,4
Diet Pepsi Cola	116,3 ± 1,3	115,2 ± 0,8	114,8 ± 0,8
Sztár narancs	102,1 ± 0,7	97,6 ± 1,2	98,0 ± 0,6
Narancs nektár	124,8 ± 0,8	123,2 ± 1,5	122,4 ± 1,4
Márka maracuja	142,6 ± 1,2	138,6 ± 1,4	139,7 ± 7,0
Márka meggy	155,5 ± 0,9	153,2 ± 1,2	152,2 ± 9,3
Márka narancs	222,7 ± 1,2	221,1 ± 1,4	221,8 ± 0,9
Márka szőlő	231,4 ± 1,4	229,2 ± 1,8	228,6 ± 1,3
Márka gyömbér	200,4 ± 1,6	198,6 ± 1,4	195,5 ± 0,8
Márka tonic	207,2 ± 1,9	206,8 ± 2,0	206,1 ± 0,8
Márka meggy	212,1 ± 2,2	212,4 ± 5,3	210,1 ± 1,6
Márka alma	198,4 ± 1,5	193,2 ± 2,1	192,6 ± 3,4
Kékkúti ásványvíz ₁	1164,0 ± 6,4	1160,0 ± 5,5	1158,6 ± 4,5
Kékkúti ásványvíz ₂	1378,8 ± 18,1	1372,0 ± 27,1	1373,0 ± 3,0
Vp-i csapvíz	148,2 ± 3,2	144,3 ± 2,8	143,9 ± 0,4
tej (féltartós)	91,9 ± 0,5	90,4 ± 1,2	90,6 ± 0,5
tej	87,2 ± 0,8	85,1 ± 0,7	84,0 ± 2,2
méz	412,6 ± 2,5	403,6 ± 3,6	400,8 ± 41,9
Soproni világos sör	163,0 ± 1,6	162,7 ± 1,2	162,4 ± 0,5
Soproni Ászok sör	192,6 ± 1,8	190,2 ± 1,2	188,7 ± 0,4
Holsten Pilsner	171,3 ± 1,3	170,4 ± 0,8	168,9 ± 0,6
Holsten Bier	182,2 ± 0,8	180,6 ± 1,4	179,7 ± 0,4
Balatonai világos sör	199,6 ± 1,4	198,2 ± 1,8	197,7 ± 0,6
Kinizsi világos sör	193,5 ± 1,6	190,6 ± 1,8	189,4 ± 0,7
Fehérbor (Bad. ÁG)	212,8 ± 2,2	210,0 ± 3,4	210,2 ± 1,1
Vörösbor (Bad. ÁG)	226,5 ± 3,6	228,0 ± 2,6	228,2 ± 0,6
Pezsgő (Törley)	303,8 ± 3,2	300,4 ± 2,8	299,7 ± 2,5

3. táblázat folytatása

Minta megnevezése	Kalibrációs módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_1)$	Addíciós módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_2)$	Módosított Gran módszer $\mu\text{g}/\text{dm}^3 (x_3)$
Fehérbor ₁	190,6 ± 1,3	186,5 ± 0,9	185,7 ± 0,6
Fehérbor ₂	186,8 ± 1,8	185,5 ± 1,2	183,5 ± 1,1
Fehérbor ₃	178,6 ± 1,3	176,5 ± 1,8	176,0 ± 0,5
Fehérbor ₄	185,3 ± 2,3	184,2 ± 2,5	182,3 ± 0,4
	$x_1 = f(x_3)$	$x_2 = f(x_3)$	$(x_1 = f(x_2))$
0-d fokú együttható	2,610	0,481	2,167
elsőfokú együttható	1,003	1,000	1,003
korrelációs együttható	0,99996	0,99998	0,99997

IRODALOM

- (1) Pungor E., Tóth K., *The Analyst*, 95 (1970) 625
- (2) Tóth K., „Ionszelektív membránelektrodok elektrokémiai sajátosságai és néhány analitikai alkalmazása”
Kandidátusi értekezés, Veszprém, 1969
- (3) Pungor E., „Analitikai kémiai lexikon”,
Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1978
- (4) Pungor E., „Ion-selective electrodes” 4. Vol.
Elsevier, Amsterdam – Oxford – New York – Tokyo 1985
- (5) Nguyen Hung, Siska E., Adányiné Kisboeckői N. és Molnár P. *ÉVIKE* 34 (1988) 4, 212 – 217
- (6) Nguyen Hung, Siska E., Adányiné Kisboeckői N. és Molnár P. *ÉVIKE* 35 (1989) 4,
- (7) Frant M., Ross J., *Science*, 154 (1966) 1553
- (8) Macdonald A. M. G., Tóth K., *Anal. Chim. Acta*, 41 (1968) 99
- (9) Camman K., „Rábotá sz ionszelektivnini elektrodámi”
Izdácselsztvo „Mir”, 1980
- (10) Camman K., Rechnitz G. A., *Anal. Chem.*, 48 (1976) 856
- (11) Inczedy I., „Komplex egyensúlyok analitikai alkalmazása”
Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1970
- (12) Vanderborgh N. E., *Talanta*, 15 (1968) 1009
- (13) Srinivansan K., Rechnitz G., *Anal. Chem.*, 40 (1968) 509
- (14) Kanvaraman P., *Anal. Lett.*, 10 (1977) 451
- (15) Frenzel W., *Anal. Chim. Acta*, 187 (1986) 1
- (16) Frenzel W., Bractter P., *Anal. Chim. Acta*, 185 (1985)
- (17) Frant M., Ross J., *Anal. Chem.*, 40 (1968) 1169
- (18) Parterson S. *ISEs. Rew. Vol. 1.*
- (19) Nicholson K., Duff E. J., *Anal. Lett.*, 14 (1981) 493
- (20) Sekerka I., Rechnitz G. A., *Talanta*, 20 (1973) 1167
- (21) The analytical working group of the „Comité technique Européen du fluorid”,
Anal. Chim. Acta, 182 (1986) 1
- (22) MSZ 312 – 83 „Élelmiszerek fluortartalmának meghatározása”.

IONSZELEKTÍV ELEKTÓDOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZER-ANALITIKÁBAN III. FLUORID-ION MEGHATÁROZÁSA

Nguyen Hung – Siska Elemér* – Adányiné Kisbocskói Nóra** – Molnár Pál****

A közleménysorozat harmadik részében beszámoltunk a fluorid-ion meghatározásával kapcsolatos módszertani kísérleteinkről, valamint a modelloldatokban és egyes folyékony élelmiszerekben (üdítőitalok, ásványvizek, tej, sör, bor, pezsgő és méz) kapott mérési eredményeinkről. Együttal vizsgáltuk a fluorid mérés pontosságát és reprodukálhatóságát különböző komplexképzők jelenlétében, valamint a kalibrációs, az addíciós és a módosított Gran értékelő eljárással.

USE OF IONSELECTIVE ELECTRODES IN FOOD ANALYTICS III. DETERMINATION OF FLUORINE ION IN CERTAIN FOODSTUFFS

Nguyen, H., Siska, E., Adányi-Kisbocskói, N., Molnár, P.

The authors report on methodological tests of determination of Fluorine ion in the third part of series. They report on survey data of model solutions and of certain liquid foodstuffs (soft drinks, mineral waters, milk, beer, wine, champagne and honey) as well. They examined the accuracy and reproducibility of determination of fluorine ion in the presence of different complex formings and examined by means of the calibrational, the additional and the modified Gran-method.

ПРИМЕНЕНИЕ ИОН-СЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИД-ИОНОВ

Х. Нгуен, Э. Шишка, Н. Аданинг Кишбочкаи, П. Молнар

В третьей части данной серии статей авторы сообщают о методических опытных исследованиях, связанных с определением фторид-ионов, а также о полученных результатах измерений при анализе модельных растворов и некоторых жидких пищевых продуктов (минеральные воды, молоко, безалкогольные напитки, пиво, шампанское и мед). Наряду с этим авторы исследовали точность и воспроизводимость метода измерения фторида при наличии различных комплексобразователей, а также с помощью модифицированного метода оценки по Грану, калибровочного и аддитивного методов оценки.

ANWENDUNG DER IONSELEKTIVEN ELEKTRODEN IN DER LEBENSMITTEL-ANALYTIK III. BESTIMMUNG DES FLUORID-IONS

Nguyen, H., Siska, E., Adányi-Kisbocskói, N., Molnár, P.

Im dritten Teil der Publikationsreihe wurde über unsere methodischen Experimente zur Bestimmung des Fluorid-Ions sowie über Messergebnisse in Modelllösungen und in ausgewählten flüssigen Lebensmitteln (alkoholfreie Erfrischungsgetränke, Mineralwasser, Milch, Bier, Wein, Sekt und Honig) berichtet.

Gleichzeitig wurden die Präzision und Reproduzierbarkeit der Fluorid - Bestimmung in Anwesenheit verschiedener Komplexbildner sowie mit dem Kalibrierungs-, Additions- und modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran untersucht.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE Szerkeszti: Molnár Pál

FÜRST, P., KRÜGER, Chr., MEEMKEN, H.-A., GROEBEL, W.: *Klóramfenikol GC/MS-módszerrel való meghatározása élelmiszerekben ppt-tartományban.* (GC/MS-Bestimmung von Chloramphenicol in Lebensmitteln im ppt-Bereich)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 84 (1988) 4, 108 - 113.

A szerzők egy GC/MS/NCI eljárást ismertetnek klóramfenikol húsban, tojásban, tejben való meghatározására. Az extrakció és az extrakt tisztítása Malisch multi módszernek alapján történik, természetesen lerövidített formában. Az extrakció előtt a vizsgálandó élelmiszerhez meta-klóramfenikolt adnak belső standarként. A tényleges meghatározáshoz tömegspektrometriával kombinált kapillár gázkromatográfiát alkalmaznak negatív kémiai ionizáció (NCI) használata mellett SIM technika segítségével.

Közlük az eljárás részletes leírását, melynek kimutathatósági határa 0,025 mikrog./kg (ppb)-nál van. A hozzáadási kísérleteknél 0,9 és 9,0 ppb közötti klóramfenikol tartalommal a visszanyerések 83 - 96% közöttiek voltak 2,9 és 7,1%-os variációs koefficiensek mellett. 76 minta vizsgálatának eredményeit adják meg (:37 tojás és tojástermék - tojáslé, fagyasztott tojás -, valamint 39 hús, illetve húskészítmény), melyek közül 2 illetve 7 volt pozitív: 0,05 ppb feletti érték.

Bár a szűrőpróbák mintaszáma még viszonylag csekély, mégis az eredményekből következik, hogy állati eredetű termékek esetében alacsony koncentráció tartományban esetenként klóramfenikol szermaradvány jelenlétével számolhatunk.

Six L. (Győr)

AKTIVÁCIÓS ANALÍZIS AZ ÉLELMISZER-ANALITIKÁBAN VIII. RÉSZECSCKE (PROTON) INDUKÁLT RÖNTGENEMISSZIÓS ANALÍZIS (PIXE)

Szabó S. András,* Borbély-Kiss Ildikó,** Kispéter József*** és Koltay Ede**

* Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem, Élelmiszeripari Kar, Budapest

** MTA Atommag Kutató Intézete, Debrecen

*** Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem, Élelmiszeripari Főiskolai Kar, Szeged

Érkezett: 1989. január 4.

Az „Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában” elnevezésű cikksorozatunkat 1977-ben indítottuk az ÉVIKE hasábjain azzal a céllal, hogy részleteiben is bemutassuk a nukleáris mérés technika egy széleskörűen alkalmazott módszerének, az aktivációs analízisnek (AA) az élelmiszervizsgálatokra történő felhasználási lehetőségeit. Szükségesnek éreztük kihangsúlyozni, hogy az AA tárgykörébe nem csupán azokat az eljárásokat soroljuk, amelyek az ún. klasszikus vagy késleltetett AA (a magreakcióban keletkező radioaktív izotópok sugárzásának detektálása) és az ún. prompt AA (a magreakciókat kísérő prompt sugárzás regisztrálása) területet jelentik. Ide soroljuk – szélesebben értelmezve az AA fogalmát – azokat a mérési eljárásokat is, amelyeknek az alapját nem a magreakció, hanem a gerjesztés következtében keletkező, indukált sugárzás detektálása képezi (1) (2).

A sorozat I. részében (3) ismertettük a klasszikus AA elvi alapjait, a II. rész (4) egyes mikroelemek neutronaktivációs (NAA) mérését tárgyalta. A III. rész (5) a makroelemek NAA meghatározási lehetőségeit ismertette, a IV. részben (6) pedig a bór- és nitrogéntartalom meghatározás kapcsán a prompt mérés technika alkalmazhatóságát mutattuk be. Az V. részben (7) a röntgenfluoreszcenciás elemzés, a VI. részben (8) a töltött részecskékkel történő aktiválás lehetőségeit mutattuk be. A legutóbbi dolgozat, a sorozat VII. része (9) pedig az INAA módszerrel történő vanádiummeghatározás témakörével foglalkozott.

Tekintettel arra, hogy a protonindukált röntgenemissziós eljárást, mint analitikai módszert világszerte széleskörűen alkalmazzák a legkülönbözőbb minták makro- és mikroelem összetételének meghatározására, szükségesnek tartjuk e módszer ismertetését is a cikksorozat keretében. Az eljárás egyébként a 70-es években terjedt el, s igen széleskörűen alkalmazták környezetszennyezési vizsgálatoknál, pl. nehézfém-tartalom mérésére (10).

A módszer elve

Johansson és mtsa (11) kimutatták, hogy töltött részecskékkel bombázva egy mintát, s a mintából kilépő karakterisztikus röntgensugárzás Si(Li) detektorral detektálva, nagy érzékenységgű elemanalitikai módszerként alkalmazható. A módszer angol nevének rövidítése alapján (*Particle Induced X-ray Emission*) PIXE-módszernek nevezték el. Mivel a töltött részecske leggyakrabban proton, a rövidítés úgy is értelmezhető, hogy protonok által indukált röntgensugár emisszió.

A PIXE módszerrel lényegében a $Z \geq 13$ rendszámú elemek mutathatók ki egyidejűleg a minta olyan vastag rétegéből, amelybe a protonok – az energiájuktól függő mértékben – behatolnak. Ez a mélység általában néhányszor $10 \mu\text{m}$.

A módszer relatív érzékenysége rendszerint $10^{-6} - 10^{-7}$ g/g, a minimálisan detektálható anyagmennyiség pedig $10^{-9} - 10^{-12}$ g. A detektálási küszöb természetesen függ a vizsgálandó elemtől s a minta mátrixától is. A koncentráció meghatározás hibája egyébként általában 5–15%, és a hiba nagysága a minta vastagságától is függ. A módszer előnye, hogy többnyire roncsolásmentes mérés tesz lehetővé, s az analízishez szükséges anyagmennyiség nagyon kicsi. Még viszonylag vastag minta készítésénél sem haladja meg a 100 mg-ot.

Erősen fókuszált, néhány μm átmérőjű protonnyalábbal (proton mikroszkop) végzett PIXE analízissel egyébként elérhető a 10^{-18} g detektálási küszöb is. A kis átmérőjű nyaláb „seprétésevel” egy-egy elem kétdimenziós eloszlása is feltérképezhető a minta kis felület-elemei között. A kis nyalábméret a nagy érzékenységgel párosulva szinte egyedülálló eljárást jelenthet az anyagszerkezet és sejtszerkezet kutatásban (12). Ezen a területen a PIXE módszert az elektron mikroszkóddal szemben 2–3 nagyságrenddel kisebb kimutathatósági határ jellemzi. Magyarországon Budapesten a KFKI-ban s Debrecenben, az ATOMKI-ban folynak rendszeres PIXE analitikai vizsgálatok.

A PIXE módszer fizikai alapja az, hogy az atomot töltött részecskével bombázva, a részecske az atommagot körülvevő elektronhéjak valamelyikéről kiüt egy vagy több elektront, mely(ek) helyén lyukak maradnak vissza. A gerjesztett állapotból az atom többféle héjfizikai folyamat révén szabadulhat meg. Ezek egyike a karakterisztikus röntgensugárzás kibocsátása. Attól függően, hogy az ionizáció melyik belső héjon ment végbe, s melyik magasabb héjról töltődött be a lyuk, beszélünk $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, $L\beta$ stb. karakterisztikus röntgen-vonalokról. A folyamat részletes elméleti tárgyalásával egyébként – több más szerző mellett – pl. Garcia és mtsai (13) foglalkoztak, itt ennek ismertetése nem szükséges.

Tekintettel arra, hogy a karakterisztikus röntgensugárzás energiája jellemző a kibocsátó elemre, s intenzitása arányos a mintában jelenlévő atomok számával, továbbá a keltési hatáskeresztmetszet elég nagy, a minta röntgenspektruma általában jól felhasználható elem-analízis céljaira.

A röntgensugárzás keltésére általában Van de Graaff típusú gyorsítók protonnyalábját használják, esetleg más töltött részecskéket. A protonenergia optimalizálásánál figyelembe kell venni, hogy a módszer érzékenysége a röntgensugár-keltés hatáskeresztmetszetétől s a spektrum háttérétől függ. Az 1,5–3,0 MeV energiatartományra az jellemző, hogy a hatáskeresztmetszet már elég nagy, viszont a protonok fékezési sugárzásából s a magreakciókban keletkezett γ sugárzás Compton szóródásából eredő háttér még nem számottevő. Így csupán a háttér harmadik – a szekunder elektronemisszióból eredő – komponense jelentős.

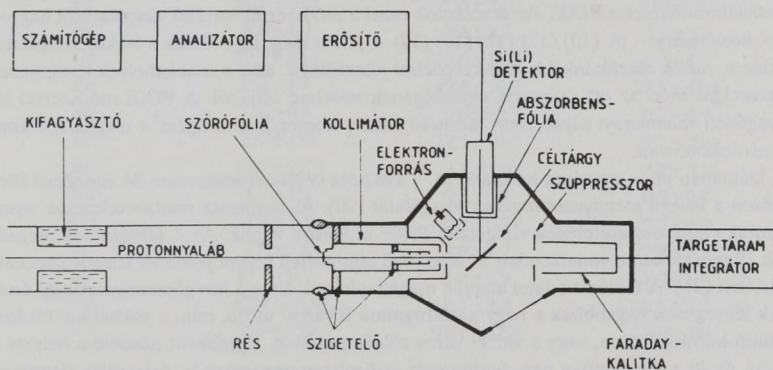
A röntgenspektrum felvételére általában Si(Li) detektorokat használnak. Mivel a Si(Li) detektor átlagos kivétel mellett kb. az 1,3 keV-nél nagyobb röntgensugárenergiaakra mutat elfogadható érzékenységet, így a módszerrel a $Z \geq 13$ rendszámú elemek röntgenvonalai detektálhatók. Mivel a detektor alkalmazhatósága 20 keV felett rohamosan csökken, az elemek azonosítására azokat a vonalakat használjuk, amelyek energiája 1,4 és 20 keV között van. A $Z < 40$ rendszámú elemeknél a K vonalakat, a $Z > 40$ rendszámúaknál az L vonalakat.

A spektrumok kiértékelése két lépésből áll, a csúcsok alatti területek, azaz az egyes röntgensugárzások intenzitásának meghatározásából, majd az intenzitások ismeretében az

elemkoncentrációk kiszámításából. Az ATOMKI-ben a PIXE spektrumok kiértékelésére Zolnai László és Szabó Gyula olyan rendszert (14) (15) hoztak létre, amellyel a spektrumokból közvetlenül koncentrációkat határozhatunk meg. A programrendszer napi 100 – 200 spektrum kiértékelésére alkalmas, vékony és vastag mintákra egyaránt.

A PIXE módszer gyakorlati alkalmazása

Az 1. ábrán az ATOMKI 5 MeV-os Van de Graaff gyorsítójának egyik mérőcsatornáján elhelyezett mérőrendszer sematikus rajza látható. A mérésekhez 2,0 MeV energiájú protonnyalábot használtunk, amely egy résen, szórófólián és egy cserélhető blendés kollimátoron halad keresztül. Így alakul ki a megfelelő nyalábméret, s ezáltal biztosítható a teljes nyalábkeresztmetszet feletti egyenletes intenzitáseloszlás.



1. ábra: Az ATOMKI 5 MeV-os Van de Graaff gyorsítójának egyik mérőcsatornáján elhelyezett PIXE mérőrendszer

A minta a nyaláb irányával 45° -os szöget zár be. A mintából kilépő röntgensugarakat a nyalábirányhoz képest 90° -ban elhelyezett Si(Li) röntgendetektor regisztrálja. Annak érdekében, hogy a bombázó protonok intenzitását vékony és vastag mintánál is pontosan tudjuk mérni, a mérőkamra szigetelten került felszerelésre. A szigetelő anyagú minták feltöltődésének és ezzel a feltöltődést követő háttérnövekedés megelőzésére a kamrában elhelyezett elektronforrás szolgál.

A detektor jelei erősítés és formálás után sokcsatornás analízatorba kerülnek. A spektrumok tárolása és feldolgozása VARITER-XT számítógépen történik.

A céltárgy és a detektor közé, cserélhetően, abszorbens fóliák helyezhetők el abban az esetben, ha a magasabb rendszámú elemek érzékeny detektálása érdekében a viszonylag kis energiájú, intenzív röntgenvonalakat nem akarjuk detektálni.

A mérendő minták szabvány méretű, félautomata diatáras adagolóval juttathatók a mérési helyzetbe. Vékony minta esetén – ha a vastagság nem haladja meg a $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ érté-

ket – nagy gondot kell fordítani a hordozófólia megválasztására. A fóliának – a módszer nagy érzékenysége miatt megkövetelt fokozott tisztaság mellett – jó mechanikai szilárdsággal és hőállósággal is rendelkeznie kell. Ezeknek a követelményeknek pl. a Nuclepore, Kapton, Mylar, Hostaphan néven ismert, főleg polimer műanyag fóliák tesznek eleget.

Sok esetben kényelmesebb vastag mintát készíteni. Porokból, légszárav vagy liofilizált anyagokból homogenizálás után tableta préselhető. Megemlítendő, hogy a minták előkészítésére nem alakult ki egységes módszer. Világszerte nagyon sok mintaelőkészítési eljárást dolgoztak ki, és ezekről számos cikk – pl. (16) (17) – jelent meg.

A 2. ábrán az AA-ben standard referencia anyagként használatos minta – különböző gyümölcsfák leveléből készült szárított, őrölt por – PIXE spektruma látható, kétféle abszorbens használatával. Látható, hogy egyrészt a spektrumból számos elem egyidejűleg mérhető (azaz a PIXE multicemes technika), másrészt az abszorbens jellege a spektrumot is erősen módosítja a háttér befolyásolása révén.

Már említettük, hogy a környezetvédelmi kutatások egyik, ma már igen elterjedten használt módszere a PIXE. Az aeroszok ezzel a módszerrel történő vizsgálatáról nagyon sok közlemény – pl. (10) (11) (12) (18) (19) – jelent meg. Egy részük a légkör vizsgálatát célozza, másik részük inkább munkavédelmi jelentőségű, azaz a munkahelyek levegőjének tisztaságát méri az ott dolgozók egészségének védelme céljából. A PIXE módszerrel lényegében valamennyi olyan elem mérhető, amely a levegőben 1 ng/m^3 -t meghaladó koncentrációban van.

Dániában pl. – egységes hálózatként – 1982 óta végzik rendszeresen 34 ellenőrző állomáson a levegő szennyezettségének vizsgálatát (20). Az automata mintavételezéssel nyert minták elemi összetételének vizsgálatát PIXE eljárással végzik. Az 1. táblázatban megadjuk 19 mikroelemre vonatkozóan 3 különböző mintavételi helyre jellemző átlagos koncentrációkat (21). A táblázat adatai alapján megállapítható, hogy a levegőszennyezettségi értékek lényegesen nagyobbak a nagy autóforgalmú fővárosi utcán, mint a sokkal kisebb forgalmú külvárosi úton, vagy a vidéki város zöldövezetében. Egyébként hasonló a helyzet a mért, de itt a táblázatban nem feltüntetett makrokomponensekre is. A legtöbb elemre az (1) mintavételi helyre jellemző szennyezettség néhányszorosa a (2) és (3) mérőhely ill. azok környezete légszennyezettségének. Egyedül a szelén a kivétel, itt a különböző helyek között statisztikailag nem mutatható ki különbség. Két elem esetében (Br és Pb) a különbség viszont még markánsabb, mind a bróm, mind az ólom esetében a koncentrációk között egy nagyságrend a különbség.

Megemlítjük, hogy az egyes elemek koncentrációi közötti összefüggéseket tanulmányozva – az ún. korrelációs mátrix alapján – nagyon szoros kapcsolat mutatható ki a levegőben mérhető ólom és bróm koncentrációja között. Ez annak bizonyítéka, hogy a városi levegőbe jutó ólom és bróm döntő többsége a közlekedés (főleg gépkocsiforgalom) számlájára írható, s a járművek jelentős mérvű ólom és bróm emisszióját – a benzinben ólomtetraetil s etilbromid van – bizonyítja. Itt említjük meg, hogy az elmúlt években Kecskemét közelében gyűjtött aeroszol-mintákat is analizáltunk, s a kapott adatokat meteorológiai szempontból értékeltük (22) (23).

A környezeti vizsgálatok nem kevésbé fontos területe a folyók, a tavak, a tengerek élővilágra káros szennyezőinek kimutatása. Ennek megfelelően a különböző vízminták analízise jelenti a PIXE módszer alkalmazásának másik, igen aktív területét (24) (25).

1. táblázat: Dániában (Kopenhágában 2 különböző helyen és Esbjergben) 1982-ben végzett levegőszennyezettségi vizsgálatok eredményei (Jensen, 1983).

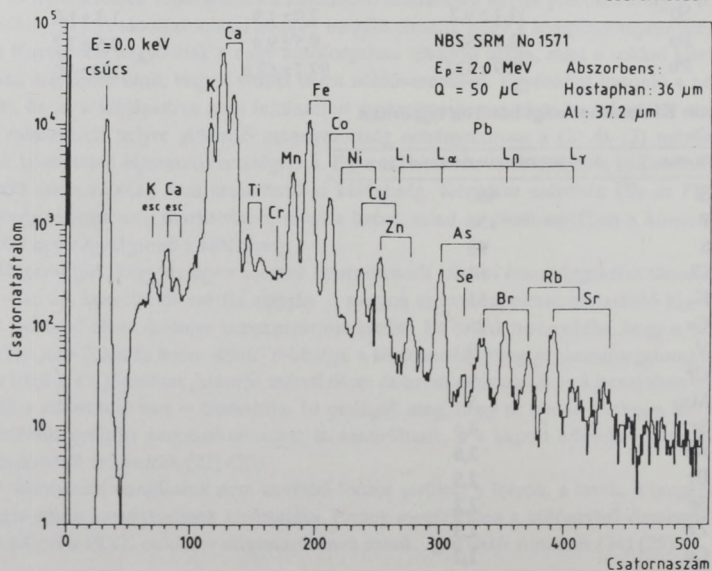
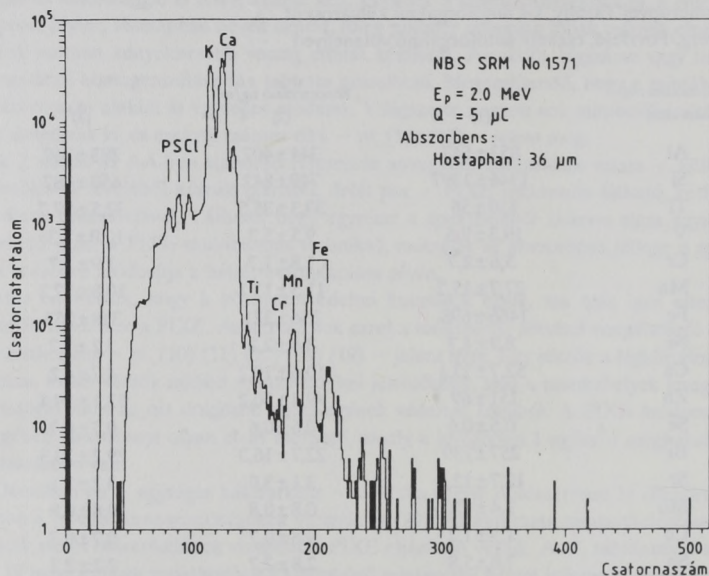
- (1) H. C. Andersen út, nagy autóforgalmú belvárosi sugárút
 (2) Tommerupvej Tarnby, kis autóforgalmú külvárosi út
 (3) Esbjerg, Fovrfeld, csekély autóforgalmú villanegyed

PIXE-módszerrel mért elem	koncentráció ng/m ³		
	(1)	(2)	(3)
Al	853 ± 547	344 ± 407	283 ± 369
Si	1946 ± 1397	749 ± 842	650 ± 787
Ti	110 ± 56	33,3 ± 35,5	32,5 ± 37,7
V	19,3 ± 9,6	9,5 ± 5,3	10,0 ± 7,3
Cr	5,6 ± 2,7	1,8 ± 1,7	1,9 ± 1,7
Mn	27,7 ± 15,7	11,5 ± 13,1	10,8 ± 12,2
Fe	1466 ± 698	336 ± 321	318 ± 353
Ni	8,9 ± 4,7	3,6 ± 2,2	3,2 ± 2,7
Cu	52,7 ± 23,1	10,6 ± 10,2	4,7 ± 4,2
Zn	151 ± 69	49,4 ± 50,2	53,1 ± 59,4
Se	0,6 ± 0,6	0,6 ± 0,6	0,7 ± 0,7
Br	257 ± 139	22,7 ± 16,3	29,2 ± 23,3
Sr	12,7 ± 12,3	3,1 ± 3,0	3,2 ± 3,1
Mo	1,4 ± 1,4	0,8 ± 0,8	0,8 ± 0,8
Cd	1,3 ± 1,2	0,8 ± 0,7	0,7 ± 0,7
Sn	7,0 ± 5,8	2,8 ± 2,7	2,2 ± 2,2
Sb	11,1 ± 9,7	2,0 ± 1,9	1,3 ± 1,3
Ba	62,1 ± 35,9	9,5 ± 9,4	8,5 ± 7,7
Pb	909 ± 437	97,7 ± 62,8	105 ± 90

2. táblázat: Kimutathatósági határok tejporban

Vizsgált elem	kimutathatósági koncentráció ppm
Si	460
P	150
S	93
Cl	64
K	31
Ca	26
V	9
Cr	6
Mn	5
Sr	4,6
Rb	3,6
Br	2,5
Se	2,2
Zn	1,3
Cu	1,2
Ni	1,2
Co	1,2
Fe	1,2

2. ábra: Az 1571 számú NBS SRM minta (gyümölcsfák levele) PIXE spektruma



A biológiában, orvostudományban, élelmiszertudományban is előtérbe kerültek a nyomelemkutatások a különféle mikroelemek biológiai szerepének tisztázására. Ismert, hogy a létfontosságú nyomelemek hiánya, vagy éppen károsan magas koncentrációja számos betegség okozója lehet (2) (27) (28). Mivel a nyomelemek nagy része a táplálkozással jut a szervezetbe, ezért szükséges ismerni élelmiszereink nyomelem-tartalmát is, hogy – adott esetben – mesterséges adagolással pótolhassuk a hiányt.

Egyik ilyen tipikusan „problémás” mikroelem a szelén, melynél egyes országokban a hiány, másokban a toxikus koncentráció miatt (szelenózis) a többlet jelenti a gondot. Berti és mtsai (29) a vér Se-tartalmának meghatározására dolgoztak ki PIXE eljárást. A mérésekhez 1,8–4,0 MeV-es protonnyalábot (Van de Graaff gyorsító) s Si(Li) detektort használtak. A 3. ábrán egy tipikus, szérumra jellemző spektrum látható (belső standardként a Se-méréshez Pd-ot használtak), a 4. ábra pedig a háttér alakulását mutatja a protonenergia függvényében. Látható, hogy a 4 MeV protonenergiánál a fékezési sugárzásból eredő háttér a Se K vonala tartományában már jelentősen nő. A vérszérum Se-koncentrációja egyébként általában 20 és 100 ppb közötti érték.

A különböző élelmiszerek és mezőgazdasági termékek elemi összetételének meghatározására is nagyon széleskörűen használatos a PIXE technika. PIXE módszerrel vizsgálták pl. hüvelyes növények magjának (30), tealeveleknek (31), cigarettának (32), tejpornak (33) és számos más növényi vagy állati eredetű élelmi anyag elemösszetételét. Ilyen irányú saját vizsgálatokat végeztünk a Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem Zöldségtermesztési Intézetével együttműködve. Növényvédő szer dóziskísérletek során vizsgáltuk a sárgadinnye elemösszetételét a dózis függvényében (34).

Röviden említést kívánunk tenni a Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem Élelmiszeripari Főiskolai Karán, Szegeden folyó tejpor és fűszerpaprika vizsgálatokról is, amelyek a gamma-sugárzás hatásának megismerése irányulnak. Ezeket a vizsgálatokat a tejpor és a fűszerpaprika elemi összetételének PIXE meghatározásával bővítettük (35).

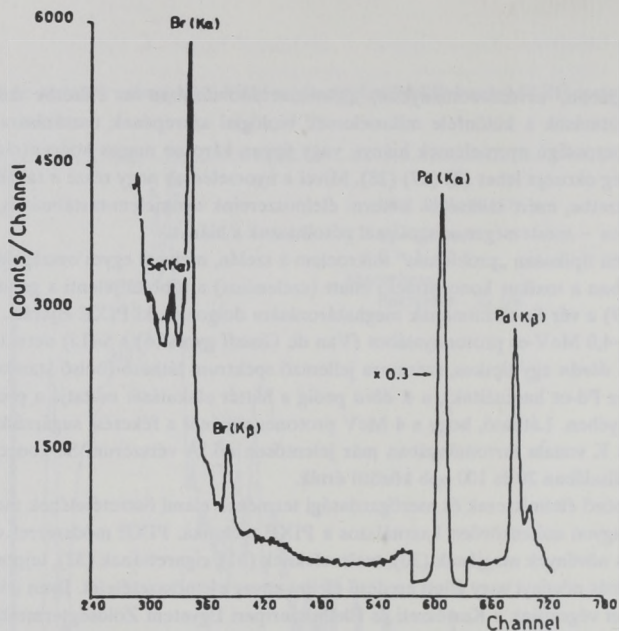
A tejpor makro- és mikroelemösszetételét egy éven keresztül, havonta vett mintákon vizsgáltuk PIXE módszerrel. A tejporból 1 mm vastag, 10 mm átmérőjű tablettákat préseltünk, amelyeket 2,0 MeV-es protonokkal sugároztunk be. A tejpor mátrixában a vizsgált elemekre a 15 μC begyűjtött töltés mellett a 2. táblázatban feltüntetett kimutathatósági határokat kaptuk.

A koncentrációk időfüggésére nyert eredmények az 5. ábrán láthatók. Lényegében változást a tejpor elemi összetételében nem észleltünk.

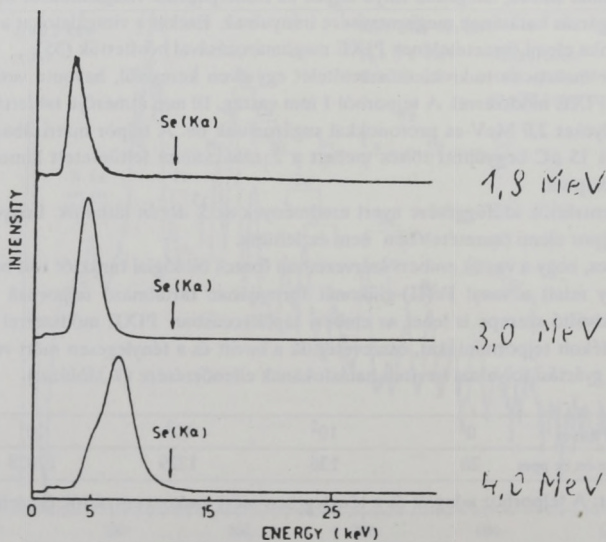
Ismeretes, hogy a vas az emberi szervezetben fontos biológiai funkciót tölt be. A gyakori vashiány miatt a vasat Fe(II)-glükonát formájában tartalmazó tejporok így esetleg gyógyszerkiváltó szerepe is lehet az emberi táplálkozásban. PIXE módszerrel vizsgálva a vassal adalékolt tejpormintákat, összevetettük a bevitt és a ténylegesen mért vas koncentrációkat a gyártási folyamat bevitt határfokának ellenőrzésére (3. táblázat).

bevitt Fe ppm	0	10^2	10^3	10^4
ténylegesen mért Fe ppm	26	136	1229	12028

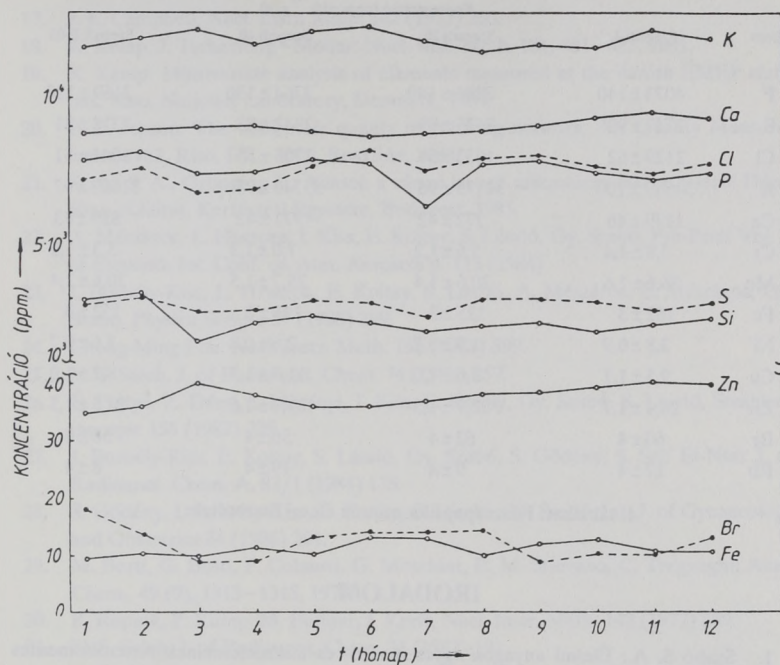
3. táblázat: A tejporhoz adagolt és a ténylegesen mért vaskoncentrációk összehasonlítása



3. ábra: Belső standardként Pd-ot tartalmazó vérérszérüm minta PIXE spektruma 1,8 MeV proton energiánál



4. ábra: A fékezési sugárzásból eredő háttérspektrum 1,8 MeV, 3,0 MeV és 4,0 MeV proton energia esetén



5. ábra: A tejpor elemi összetételének alakulása a naptári hónapok függvényében

A 4. táblázat a fűszerpaprika mintákkal végzett PIXE analízis eredményeit tartalmazza. A minták a tejporhoz hasonlóan, préseléssel készültek. Összehasonlítva a Szegedi 1, 20, 40 és F-03 minták elemösszetételét, látható, hogy egyes elemek koncentrációi között szignifikáns eltérés van, ami részben termőhelyi-, részben fajtakülönbséggel magyarázható.

Az ismertetett alkalmazások mellett a PIXE módszer számos más területen is használható. Így pl. nyomelemek kimutatására a geológiában, fémek mikroszennyezőinek vizsgálatánál, sőt az eljárás lehetővé teszi pl. archeológiai minták roncsolásmentes analízisét is.

Az eddig bemutatott alkalmazási példákban a preparált minta minden esetben a protonnyalábot előállító gyorsító vákuumkamrájában volt elhelyezve. Megemlítjük azonban, hogy arra is van lehetőség, hogy vékony fém vagy műanyag fólián keresztül a nyalábot kihozzuk a kamrából. Ez az ún. külsőnyalábos (kihozott nyalábos) PIXE technika, amely bizonyos hátrányok (árammérési, monitorozási problémák) mellett, számottevő előnyökkel is rendelkezik. Így a minta előkészítése egyszerűsödik vagy szükségtelenné válik, s a folyadékok is analízálhatók közvetlenül. Továbbá természetesen nagyobb méretű minta is elhelyezhető a nyaláb útjában, mint amilyen a kamrába befér.

Elem	Koncentráció (ppm = 10^{-6} g/g)			
	Szegedi 1	Szegedi 20	Szegedi 40	Szegedi F-03
P	4073 ± 140	3886 ± 140	3764 ± 130	3169 ± 120
S	2747 ± 90	2635 ± 89	2842 ± 83	2318 ± 81
Cl	2129 ± 62	1033 ± 54	1705 ± 55	1041 ± 51
K	34589 ± 100	31175 ± 96	35740 ± 95	31662 ± 97
Ca	1179 ± 46	772 ± 42	971 ± 42	829 ± 43
Cr	7,8 ± 1,4	5,6 ± 1,2	7,0 ± 1,3	5,3 ± 1,2
Mn	26,6 ± 1,6	20,6 ± 1,4	25,7 ± 1,5	20,6 ± 1,4
Fe	162 ± 3	125 ± 3	148 ± 3	152 ± 3
Ni	3,8 ± 0,9	1,9 ± 0,7	2,6 ± 0,8	2,6 ± 0,7
Cu	9,5 ± 1,1	8,6 ± 1,0	11,7 ± 1,2	8,2 ± 1,0
Zn	26,4 ± 1,7	22,7 ± 1,5	23,7 ± 1,6	24,6 ± 1,5
Br	60 ± 4	62 ± 4	56 ± 4	50 ± 4
Rb	17 ± 4	9 ± 4	19 ± 4	8 ± 4

4. táblázat: Fűszerpaprika-minták elemi összetétele

IRODALOM

1. Szabó S. A.: Élelmi anyagok egyes makro- és mikroelemeinek roncsolásmentes aktivációs meghatározása. MTA - MÉM - MÉTE - KÉKI tud. kol. előadása, Budapest, 1981. márc. 27.
2. Szabó S. A.: Aktivációs analízis az élelmiszer-kémiában. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1986.
3. Szabó A., Bogács J., Gundorin A. N., Kovács Z.: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában. Élelmiszervizsg. Közl., 23 (5-6), 224-229, 1977.
4. Szabó A., Bogács J., Mihályi É.: Élelmiszervizsg. Közl., 25 (3-4), 61-64, 1979.
5. Szabó S. A., Gundorin A. N.: Élelmiszervizsg. Közl., 28 (4), 183-186, 1982.
6. Szabó S. A., Szasin L. I.: Élelmiszervizsg. Közl., 28 (5), 227-233, 1982.
7. Szabó S. A., Kiss B., Liszonyiné Gacsályi M., Török G.: Élelmiszervizsg. Közl., 32 (4), 204-214, 1986.
8. Szabó S. A., Szasin L. I.: Élelmiszervizsg. Közl. 34 (4), 229-233, 1988.
9. Szabó S. A., Heydorn K., Damsgaard E.: Élelmiszervizsg. Közl., 35 (1), 25-29, 1989.
10. K. Kemp: Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B3, 470-474, 1984.
11. S. A. E. Johansson, T. B. Johansson, Nucl. Instr. Meth. 137 (1976) 473.
12. T. A. Cahill, Ann. Rev. Nucl. Part. Sci. 30 (1980) 211.
13. J. D. Garcia, R. J. Fortner, T. H. Kavanagh, Rev. Mod. Phys. 45 (1973) 111.
14. L. Zolnai, Gy. Szabó, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. B. Nyomtatásban.
15. Gy. Szabó, L. Zolnai, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. B Közlés alatt.
16. G. Deconnick, G. Demortier, F. Bodart, Atomic Energy Rev 13 (1975) 367.

17. J. L. Campbell, Nucl. Instr. Meth. 142 (1977) 263.
18. K. Kemp, J. Tscherning - Moller: Nucl. Inst. Meth. 181, 481 - 485, 1981.
19. K. Kemp: Multivariate analysis of elements measured at the danish EMEP stations. Riso, National Laboratory, Denmark, 1984.
20. F. P. Jensen: The danish air quality monitoring network. Air Quality Measurement, 1982, Riso, DK - 4000, Roskilde, 1983.
21. Szabó S. A., Grønning L.: Adatok a városi levegő mikroelem-összetételéről Dániában. Kézirat, Kertészeti Egyetem, Budapest, 1985.
22. A. Mészáros, L. Haszpra, I. Kiss, E. Koltay, S. László, Gy. Szabó, Pre-Print Vol. I. of Eleventh Int. Conf. on Atm. Aerosols p. 113 (1984)
23. I. Borbély-Kiss, L. Hraszpa, E. Koltay, S. László, A. Mészáros, E. Mészáros, Gy. Szabó, Physica Scripta 37 (1988) 299.
24. Cheng-Ming Fou, Nucl. Instr. Meth. 186 (1981) 599.
25. N. S. Saleh, J. of Radioanal. Chem. 74 (1982) 257.
26. É. Pintye, Z. Dézsi, I. Miltényi, I. Kiss, E. Koltay, Gy. Szabó, S. László, Strahlentherapie 158 (1982) 739.
27. I. Borbély-Kiss, E. Koltay, S. László, Gy. Szabó, S. Gödény, S. Seif El-Nasr J. of Radioanal. Chem. A. 83/1 (1984) 175.
28. S. Gödény, I. Borbély-Kiss, E. Koltay, S. László, Gy. Szabó, Int. J. of Gynaecology and Obstetrics 24 (1986) 201.
29. M. Berti, G. Buso, P. Colautti, G. Moschini, B. M. Stievano, C. Tregnagli: Anal. Chem., 49 (9), 1313 - 1315, 1977.
30. P. Rupnik, P. Kump, M. Budnar, I. Kreft, Nucl. Instr. Meth. 142 (1977) 209.
31. N. S. Saleh, J. of Radioanal. Chem. 74 (1982) 191.
32. A. B. Hallak, J. of Radioanal. Chem. 67 (1981) 459.
33. A. Gharib, H. Rahimi, H. Pyrovan, N. J. Raorfi, H. Taherpoor, J. of Radioanal. Chem. A 89/1 (1985) 31.
34. Pankotai M., Borbély-Kiss I., Koltay E., Szabó Gy., Hajtatás, Korai Termesztés ISSN 0139 - 0945.
35. J. Kispéter, J. Beczner, I. Borbély-Kiss, L. Horváth, L. Kiss, Z. Rózsa: The effect of ionizing radiation on some physical properties of lactalbumin. Proc. XIXth ES-NA meeting, 29-Aug.-2. Sept. 1988, Vienna.

AKTIVÁCIÓS ANALÍZIS AZ ÉLELMISZER-ANALITIKÁBAN VIII. RÉSZECSCKE (PROTON) INDUKÁLT RÖNTGENEMISSZIÓS ANALÍZIS (PIXE)

Szabó S. András – Borbély-Kiss Ildikó – Kispéter József – Koltay Ede

A szerzők a cikksorozat VIII. részében a PIXE (particle induced X-ray emission) módszer élelmiszervizsgálatokra történő alkalmazhatóságát ismertetik. Tárgyalják a módszer elvi alapjait, majd több példán – pl. tejpor és fűszerpaprika elemi összetételének analízise – bemutatják a nukleáris mérés technika élelmiszeranalitikai felhasználhatóságát.

ACTIVATION ANALYSIS IN FOOD ANALYTICS VIII. PARTICLE (PROTON) INDUCED X-RAY EMISSION ANALYSIS (PIXE)

Szabó, S. A. and collaborators.

The applicability of PIXE (particle induced X-ray emission) method in food examinations is discussed in the 8th part of the series. The fundamental principals of the method are dealt with and then the usability of the nuclear technique is presented in several examples, e. g.: elementary composition of milk powder and paprika.

АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ VIII. РЕНТГЕНОВСКИЙ АНАЛИЗ /PIXE/ ИНДУКТИВНЫХ ЧАСТИЦ /ПРОТОНОВ/

III. Сабо и сотрудники

Авторы в VIII части серии статей знакомят с возможностью применения в исследовании пищевых продуктов метода PIXE /Particle induced X-ray emission/.

В статье авторы обсуждают принципиальные основы метода, затем на многочисленных примерах – например анализ элементарного состава сухого молока и пряного перца паприки – демонстрируют возможность применения ядерной измерительной техники в аналитике пищевых продуктов.

AKTIVIERUNGSANALYSE IN DER LEBENSMITTEL-ANALYTIK VI- II. TEILCHEN – (PROTON-) INDUZIERTER RÖNTGENEMMISSIONSANALYSE (PIXE)

Szabó, S. A. und Mitarb.

Im VIII. Teil der Artikelserie wird die Anwendbarkeit der PIXE-Methode (particle induced X-ray emission) für Zwecke der Lebensmitteluntersuchung dargelegt. Die prinzipielle Grundlagen der Methode werden erläutert. Außerdem wird die lebensmittelanalytische Anwendung dieser nuklearen Meßtechnik anhand der Analyse der elementaren Zusammensetzung von Milchpulver und Gewürzpaprika aufgezeigt.

AZ ORSZÁGOS ÉLELMEZÉS- ÉS TÁPLÁLKOZÁSTUDOMÁNYI INTÉZET ÜNNEPI TUDOMÁNYOS ÜLÉSE AZ INTÉZET FENNÁLLÁSÁNAK 40. ÉVFORDULÓJA ALKALMÁBÓL

Az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet 1989. december 4-én ünnepi tudományos ülés keretében emlékezett meg fennállásának 40. évfordulójáról. A programot dr. Bíró György, egyetemi tanár az intézet főigazgatója nyitotta meg, majd dr. Vass Ádám, a Szociális és Egészségügyi Minisztérium főosztályvezetője és az OÉTI szakembereinek tolmácsolásában előadások hangzottak el az intézet megalakulásával, tevékenységével kapcsolatban, az intézet szerepéről az élelmezésegészségügyben és a korszerű táplálkozásban.

Az intézetet 1949-ben az akkori Gazdasági Főtanács hozta létre több intézet élelmiszerekkel, élelmezéssel foglalkozó részlegeinek egy intézetben történő összevonásával. Az intézet megszervezésével, vezetésével dr. Tarján Róbertet, az Országos Közegészségügyi Intézet Népelelmezési Osztályának vezetőjét bízták meg, aki haláláig volt az intézet vezetője. Az új intézet az Országos Közegészségügyi Intézet Táplálkozástudományi Csoportjának Népelelmezés-kutató és Élelmezésegészségügyi Osztálya, a Fővárosi Közegészségügyi és Bakteriológiai Intézet, az Országos Kémiai Intézet Méregtani, Mikroanalitikai és Biokémiai Osztálya, valamint a Fővárosi Élelmiszer- és Vegyvizsgáló Intézet szakembereinek részvételével jött létre. 1949-ben az intézet teljes létszáma 65 fő volt. Megalakulása idején az Élelmezéstudományi Intézet a Népjóléti Minisztérium, majd a későbbiekben létrehozott Egészségügyi Minisztérium felügyelete alá tartozott. Jelenleg az OÉTI a Szociális és Egészségügyi Minisztérium felügyelete alatt működik. Az intézet feladatköre folyamatosan bővült, a megnövekedett feladatok ellátásához az intézet dolgozóinak létszáma is emelkedett.

1982-től dr. Bíró György az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet főigazgatója. 1989-ben az intézet létszáma 139 fő volt. Orvosok, állatorvosok, gyógyszerészek, vegyészek, mérnökök, biológusok irányításával, vegyésztechnikusok, élelmiszeranalitikusok, egészségügyi szakdolgozók, közegészségügyi ellenőrök, statisztikusok közreműködésével folyik a munka. Az intézet szervezetileg négy főosztályra és két önálló osztályra tagozódik. Az intézethez kísérleti állatház tartozik.

Az OÉTI tevékenysége kezdettől fogva több irányú volt: az élelmezés- és táplálkozástudományi kutató munka, oktató tevékenység, szaktanácsadás az EÜM, majd SZEM, továbbá egyéb hatóságok és intézmények számára, gyakorlati közegészségügyi munka, aktuális élelmezésegészségügyi, toxikológiai, higiéniai problémák megoldása, részvétel szabványosítási munkákban, nemzetközi szakbizottságok munkájában.

Dr. Bíró György megnyitójában méltatta elődei tevékenységét, megemlékezett dr. Tarján Róbert professzor munkásságáról, kiemelkedő szerepéről az intézet megszervezésében, hazai és külföldi elismeretében, nemzetközi hírnevének megalapozásában.

Dr. Vass Ádám, a SZEM főosztályvezetője elismerő szavakkal szólt az OÉTI-ben folyó, komoly szakmai feikészültséget tükröző, rendkívül sokrétű és alapos munkáról. Kiemelte, hogy a különböző szakanyagok, rendeletek, határértékek, előírások, szabványok, utasítások, körlevelek, állásfoglalások kialakításához, kidolgozásához nagyban hozzájárultak az OÉTI által készített értékes anyagok, amelyekkel az évek során segítették a minisztérium munkáját. Értékelésében hangsúlyozta az intézet sokrétű tevékenységét. Fontosnak ítélte

a hazai élelmiszerek kémiai összetételének, tápanyagtartalmának meghatározására történő vizsgálatok rendszeres végzését, a „Tápanyagtáblázat” bővített változatainak megjelentetését. Hasznosnak tartotta a lakosság táplálkozási körülményeinek és tápláltsági állapotának megismerése érdekében végzett vizsgálatokat. Szólt arról, hogy a különböző tápanyagok normál és kóros körülmények között mért kölcsönhatásainak, táplálkozáselettani vizsgálatainak eredményei mind a lakossági, mind a betegélelmezésben gyakorlati eredményekhez is vezettek. Kiemelte, hogy az intézet mindenkor foglalkozott az élelmiszerek mikrobiológiai tisztaságának vizsgálatával s ezen tevékenységét az utóbbi időkben a baktérium toxinok vizsgálata irányában fejlesztette tovább. Hasznosnak tartotta az intézetben folyó vizsgálatokat az élelmiszerekben előforduló idegen vegyi anyagokkal kapcsolatban. A vizsgálatok kezdetben a természetes eredetű toxikus anyagokra, technológiai eredetű szennyezőkre, adalékanyagokra terjedtek ki, a későbbiekben pedig már az egyes idegen anyagok metabolitjainak meghatározását is bevezették. Kiemelte az intézet szerepét új, korszerű, a kor igényeit mindinkább kielégítő vizsgáló módszerek kidolgozásában. Az intézetnek további sikeres munkát kívánt és jelezte, hogy a SZEM a korábbi évekhez hasonlóan a jövőben is igényt tart az OÉTI jól felkészült szakmai gárdájának munkájára.

Dr. Novotny Tibor főigazgató főorvos-helyettes elemezte az intézet helyét, szerepét, viszonyát a különböző hazai intézményekhez, szervekhez. Az érvényes szervezeti- és működési szabályzat első pontjának megfelelően „Az intézet feladata az élelmezésegészségügy művelése és oktatása, valamint a gyakorlati élelmezésegészségügyi tevékenység előmozdítása”. A szabályzat értelmében „A szakterületéhez tartozó kérdésekben a Szociális- és Egészségügyi Minisztérium tevékenységéhez, valamint a rendeletek, normák, szabványok kidolgozásához adatokat, szakvélemény ad, illetőleg azok kidolgozásában közreműködik.” Mindezek megvalósítása érdekében kapcsolatban van egyes főhatóságokkal, mint SZEM, MÉM, Kereskedelmi Minisztérium, Magyar Szabványügyi Hivatal. Az intézetnek lényeges szerepe volt például az élelmiszerekről szóló 1976. évi IV. törvény, valamint ennek végrehajtására kiadott MÉM-BkM rendelet előkészítésében és kidolgozásában. Szinte új korszak kezdetét jelentette az 1978-ban kiadott Eü. Min. rendelet az élelmiszerek mikrobiológiai vizsgálatáról és minősítéséről. Számos egyéb törvény, rendelet, szabályzat, szabvány (pl. műanyagok, adalékanyagok) kidolgozásában, az élelmezésegészségügyi szempontok figyelembevételének elfogadtatásában jelentős munka hárult az intézetre. Kiemelte a társintézetekkel (Országos Közegészségügyi Intézet, Országos Munka- és Üzemegészségügyi Intézet, Országos Dietetikai Intézet, Országos Gyógyszerészeti Intézet, Országos „Frederic Joliot-Curie” Sugárbiológiai és Sugáregészségügyi Intézet, Országos Egészségnevelési Intézet), egyetemekkel, főiskolákkal, az iparral, ipari kutató intézetekkel, ellenőrző szervekkel (KERMI, MÉM ellenőrző központjai) való rendszeres együttműködést, melyek egy része rendeletekkel is szabályozott. Elmondta, hogy az OÉTI mindenkor segítette a KÖJÁL hálózat élelmezéssel foglalkozó részlegeinek munkáját módszerek átadásával, továbbképzések, értekezletek, konferenciák, tanfolyamok szervezésével; tájékoztatók, módszertani levelek kiadásával. Kritikus esetekben az intézet mindenkor kész volt a helyszíni vizsgálatokban való részvételre, a problémák megoldásának, az intézkedések kidolgozásának közös megvalósítására. Fontosnak tartotta kiemelni a gyors jelentések és a kazuisztikai értékelések hasznosságát. Szólt azokról a tevékenységekről, amelyek a Szervezési-Módszertani Osztályról és az intézet több munkacsoportjától igényelnek nagy körültekintéssel kia-

lakított szakvéleményeket. Egyéni vállalkozók, intézetek, vállalatok, szövetkezetek fordulnak mind gyakrabban intézetünkhöz új élelmiszerek, új adalékok engedélyeztetésével, import élelmiszerek behozatalával, élelmiszerek minőség megőrzési illetve fogyaszthatósági idejének véleményezésével, élelmiszeripari gépek, kisgépek élelmezésegészségügyi megítélésével kapcsolatban. A felmerülő kérdések megalapozott elbírálásához igényes, jól szervezett közös munka szükséges. Előadásában hangsúlyozta, hogy az élelmezésegészségügy területén sok eredmény született, de tennivaló még mindig bőven van.

Dr. Ródlér Miklós főorvos, az Élelmiszermikrobiológiai Főosztály főosztályvezetője előadásában felhívta a figyelmet arra, hogy az élelmiszerek bakteriológiai tisztaságával kapcsolatban mind a lakosság, a fogyasztók, mind az élelmiszer-előállítók, gyártók, forgalmazók körében igen hiányosak az ismeretek, nincsenek tisztában a fertőzés veszélyével. Beszélt arról, hogy az élelmi nyersanyagokkal kapcsolatban évtizedekig az volt a törekvés, hogy bennük a mikroorganizmusok lehetőleg mind pusztuljanak el, illetve szaporodásuk mértéke a legkisebb legyen. A mikrobák hasznos tevékenységével az élelmiszer-mikrobiológia a korábbiakban csak érintőlegesen foglalkozott. A mikrobák illetve enzimeik felhasználása különböző célra napjainkban a biotechnológiában egyre inkább terjed. A modern élelmiszertechnológia mind gyakrabban használ fermentált élelmiszerek előállításánál starter kultúrákat, hogy a hagyományos eljárásokat, amelyek spontán flórával dolgoznak, jól ellenőrizhető gyors eljárásokká alakítsa. A kiválasztott törzseket azonban patogénitás, toxigenitás szempontjából gondosan ellenőrizni kell. Előadásában szólt az OÉTI szerepéről az élelmiszerek élelmezésegészségügyi mikrobiológiai szennyeződésének elhárításáról szóló rendelet kidolgozásában, a szükséges módosítások elvégzésében. Fontosnak tartotta megemlíteni, hogy az érvényben lévő rendeletben feltüntetett hazai normák a legtöbb esetben megegyeznek a nyugati ajánlásokkal, ami azért is fontos, mivel export szándékaink megvalósításánál termékeinknek ezen normáknak kell eleget tenniük. A termék-specifikus kórokozók vagy toxinjaik, amelyek az egészségügyi biztonságot veszélyeztetik, nem lehetnek jelen az élelmiszerekben, a rendelet ugyancsak meghatározza a fogyasztók egészségvédelme érdekében a feltételes kórokozók, indikátor mikroorganizmusok és egyéb mikrobák számának határértékét.

Dr. Sohár Pálné, a Kémiai-Toxicológiai Főosztály főosztályvezetője előadásában szólt arról, hogy az Egészségügyi Világszervezet adatai szerint jelenleg mintegy 70 ezerre tehető azoknak az anyagoknak a száma, amelyekkel a ma embere : növényvédő szerek, műtrágyák, humán- és állatgyógyszerek, a fertőtlenítőszer, ipari és háztartási vegyszerek, műanyagok, a kozmetikumok és az élelmiszer adalékanyagok alkalmazása, továbbá a környezetbe kijutó ipari, háztartási és közlekedési szennyezőanyagok és hulladékok révén közvetve vagy közvetlenül nap mint nap érintkezésbe kerül. A kemizáció veszélyeit a legkorábban az élelmiszereinkben előforduló vegyi anyagok kapcsán ismerték fel és már az ötvenes években megfogalmazták a veszélyek csökkentésére illetve megelőzésére szolgáló feladatokat és a nemzetközi együttműködés szükségességét a feladatok megoldásában. Hangsúlyozta, hogy az OÉTI higiénés intézeti státusából adódóan a megelőzés elsődlegességét vallja és törekszik ennek érvényesítésére. Elmondta, hogy mivel a potenciálisan a szervezetünkbe kerülő anyagok száma óriási és valamennyi vegyület (metabolitjaik, bomlás- és reakciótermékeik) együttes hatásának toxikológiai vizsgálata elvileg is megoldhatatlan, ezért az alapelv az, hogy az élelmiszerekben lévő vegyi anyagok mennyiségét minden technikai-

lag és gazdaságilag megvalósítható eszközzel, intézkedéssel, a lehető legalacsonyabb szinten kell tartani. Beszámolt a főosztályon végzett sokrétű munka közül részletesebben néhányról, így például a klórozott szénhidrogénnel kapcsolatos vizsgálatokról anyatejben és humán zsírszövetben. Az állattartásban használatos testidegen anyagok élelmezésszégügyi megítélésének kérdése tette szükségessé számos antibiotikum, szulfonamid, hozamnövelő, kemoterápiás szer és ektoparazitikum meghatározására alkalmas vizsgáló módszer kidolgozását. Kiemelte a Salinomycinre kidolgozott, majd később több más antibiotikumra adaptált újszerű, ún. bioautográfiai eljárást, amely a vékonyréteg-kromatográfiai elválasztást ötvözi a mikrobiológiai detektálással. Ismertette a kemény PVC csomagolóanyagok oldószer maradékainak kimutatására végzett vizsgálataikat, melyek eredményeként sikerült elérni, hogy az ipar technológiai módosításokat tett az élelmezésszégügyi szempontból kedvezőbb termék előállítására érdekében.

Dr. Gaál Ödön, az Élelmiszerkémiail Főosztály főosztályvezetője szólt a nagy múltra és hagyományokra visszatekintő élelmiszerkémiail vizsgálatokról. Kiemelte az élelmiszerkémiával foglalkozó szakemberek szerepét a táplálkozási érték szempontjából kívánatos korszerű tápanyagok értékelésében, illetve konyhatechnikai eljárások elterjesztésében. Hangsúlyozta, hogy fontos vizsgálni a modern agrotechnika, az élelmiszeripari feldolgozás és a konyhatechnika hatását az élelmiszerekre, hiszen a táplálkozási értéket a különböző tényezők jelentősen befolyásolják. Beszámolt az egyre több komponensre, tápanyagra, nutritív és antinutritív anyagra kiterjedő élelmiszerkémiail vizsgálatokról, melyek eredményei jelentős segítséget nyújtanak mind a mindennapi táplálkozásban, mind a kórházi élelmezésben. Az adatok túlnyomó része a rendszeresen megjelenő „Tápanyagtáblázaton” keresztül jut el a nagyközönséghez. Egyre többféle élelmiszer illetve élelmiszer nyersanyag egyre több komponensét kell figyelembe venni ahhoz, hogy a táplálkozásban betöltött szerepüket értékelni tudjuk. Hangsúlyozta, hogy a növényi eredetű fehérjeforrások felhasználása az utóbbi két évtizedben világszerte előtérbe került, azonban sok szempontból előnyös összetételük mellett nemkívánatos anyagokat is tartalmaznak. Ezen anyagok közül a kimotripszin és tripszin aktivitás meghatározásának fontosságát emelte ki. A nyers szója meglehetősen nagy tripszin inhibitor aktivitással rendelkezik, amely azonban az extrudálás hatására jelentősen csökken, a fehérje izolálása során csaknem teljes mértékben elvész. A fehérjék izolálása során azonban gyakran alkalmaznak lúgos kezelést, melynek során egyes aminosavak bomlanak és a fehérje táplálkozási értéke csökken. Felhívta a figyelmet a lizinoalanin keletkezés lehetőségére és azzal kapcsolatban végzett vizsgálatokra. Összefoglalta a 70-es, 80-as években végzett mikroelem vizsgálatokat, melyek során a KÖJÁL hálózat közreműködésével felmérték a főbb hazai élelmiszerek fontosabb esszenciális mikroelem tartalmát, valamint a zárt közösségből származó étrend minták vizsgálata alapján a napi beviteli szinteket. Az utóbbi időben a mikroelem vizsgálatok az újabban az érdeklődés középpontjába került két elemmel, a szelénnel és az alumíniummal bővültek. Kiemelte, hogy a mikroelemek össz-mennyiségének meghatározásán túlmenően az elemek élelmiszerekből való kioldhatóságára is folytatnak vizsgálatokat. Szólt a főosztályon végzett zsírvizsgálatokról. Hosszú időn keresztül tanulmányozták a sütés közben az olajban bekövetkező változásokat. Később érdeklődésük a kardiovaszkuláris megbetegedések prevenciójában szerepet játszó zsírsavak felé fordult. Értékes eredményekről számolt be halak, halkészítmények eikozapentaénsav és dokozahexaénsav tartalmára vonatkozóan. Összefoglalta a

populációs szintű táplálkozás-egészségügyi vizsgálat sorozatban elvégzett méréseket. Hangsúlyozta, hogy a főosztály rendszeresen végez társintézetek, klinikák, kórházak részére vitamint, oxalát, mikroelem stb. meghatározásokat a megfelelő diagnózis és terápia megállapítása érdekében. Szólt az élelmiszerek, kozmetikumok engedélyezése kapcsán növekvő feladatokról. A hazánkban bekövetkező változások következtében nőtt az intézet, ill. a főosztály hatáskörébe tartozó hazai és import kozmetikumok, valamint élelmiszerek száma, melyek élelmiszer-egészségügyi véleményezése igen nagy körültekintést, munkát és időt igénylő feladat.

Dr. Antal Magdolna, a Táplálkozás-élettani és Kórtani Főosztály főosztályvezetője előadásában ismertette az intézetben folyó állatkísérletes vizsgálatok célját és rendszerét. Az 1960-as évektől kezdve a kémiai-toxikológiai kutatásokat állatkísérletekkel bővítették. A short term és long term (több generációs) állatkísérleti tanulmányok felvilágosítást adnak a vizsgált anyagok hatásáról az élő szervezetre, azon belül az emésztésre, a felszívódásra, az anyagcsere, a tápanyagfelvételre, különös tekintettel a különféle toxikus anyagok interakcióinak veszélyére. Kiemelte, hogy a jövőben a táplálkozásstudomány figyelmének egyre inkább az élelmiszereknek egyes krónikus betegségek kialakulásában játszott szerepére kell irányulnia. Feltétlenül fontos ügyelni az élelmiszertermelésen belül a nagyobb terméshozamok szorgalmazása mellett a mindenkor kielégítő összetételű, biológiai érték szempontjából is előnyös termékek kifejlesztésére, elterjesztésére. Az új típusú élelmiszerek, illetve fehérje komplettálást szolgáló anyagok élelmiszer-egészségügyi megítélésében is sok szempontot együttesen kell mérlegelni. Az új fehérjeforrások előnyös és káros hatásainak feltárására állatkísérletes munkákat végeznek és humán megfigyeléseket folytatnak. Patkányokon végzett vizsgálataik során a plazmafehérje nefrokalcinózist okozó hatását találták. A humán táplálkozásban sok gondot okozó, túlzott koleszterin bevitel kedvezően csökkenthető lenne a szójakészítmények fogyasztásának fokozásával, azonban humán megfigyeléseik arra hívják fel a figyelmet, hogy huzamosabb ideig tartó fogyasztásuk a cink háztartás zavarát okozhatják. Szisztematikus vizsgálataik keretében tanulmányozták egyes extrudált gabonáipari termékek dietoterápiában való felhasználhatóságát.

Dr. Zajkás Gábor, a Néptáplálkozási és Gyógyélelmészeti Osztály osztályvezetőjének előadását a táplálkozási politikáról – külföldi távolléte miatt – dr. Greiner Erika főorvos olvasta fel. Elemzése szerint a táplálkozási politika nem könnyen definiálható, értelmezésére napjainkban a következő megfogalmazás ajánlható: A táplálkozási politika a kormány által kezdeményezett különféle akciók összehangolt együttese, amely a lakosság egészséges táplálkozásának megvalósításával az egészségmegőrzésre irányul. A táplálkozási politika bevezetése az oktatási stratégia, szubsztitúciós stratégia, árpolitikai stratégia, élelmészeti (csoportos étkeztetési) stratégia, valamint az élelmiszer-ellenőrzési (engedélyezési) stratégia révén valósítható meg. Ezeknek a stratégiai szempontoknak az élelmiszergazdaság, az élelmiszer-egészségügy valamennyi pontján lehet szerepe és érvényesülésük közgazdasági, politikai, szociális és egészségügyi következményekkel jár. Hangsúlyozta, hogy számos országban, köztük hazánkban is jól felismerhető tervszerű koncepció alapján működik a mezőgazdaság, élelmiszeripar, csoportos étkeztetés, egészségnevelés stb., de ezek a tevékenységek nincsenek kellően összehangolva, nem irányulnak koordináltan a lakosság egészségi állapotának javítására, nincs egységes koncepció a lakosság élelmiszerellátásában, élelmiszer-egészségügyben. Véleménye szerint táplálkozási politika bevezetéséhez, az eddigi tapasztalatok szerint

nélkülözhetetlenül szükséges egy olyan irányító testület, szervezet, amely rendszeresen javaslatokat tesz a kormánynak a szükséges tennivalók, akciók érdekében, figyeli ill. ellenőrzi ezek hatásosságát, módosításokat ajánl, más szóval szakmai gazdája a táplálkozási politika programjának.

Az előadók érintették az intézet folyamatosan bővülő külföldi szakmai kapcsolatait, a nemzetközi szervezetekben való tevékenységeket. Az intézet több szakembere tagja különféle KGST szakbizottságoknak, rendszeresen résztvesznek a FAO/WHO Codex Alimentarius Szakbizottságok (Élelmiszer Adalékanyagok és Szennyező Anyagok, Peszticid maradékok; Táplálkozás és Diétás Élelmiszerek; Élelmiszeranalitika és Mintavétel; Élelmiszerek Jelölése; Állatgyógyszerek Maradékai) munkájában. Az intézet magyarországi kollaboratív központ a FAO/WHO GEMS/Food monitoring programban, kapcsolódási pont a WHO élelmiszerbiztonsági programjában, és rendszeres adatszolgáltatással segíti a nemzetközi adatgyűjtés eredményességét. Az intézet részt vett a női tejek összetételének és mennyiségének tanulmányozásával kapcsolatos WHO programban is, valamint a különféle területeken alkalmazott vizsgálati módszerek megbízhatóságával kapcsolatos nemzetközi körvizsgálatokban. Beszámoltak a komoly szaktudást, naprakész felkészültséget igénylő oktató munkáról, amely az OÉTI-ben folyik. A KÖJÁL szakemberek folyamatos továbbképzése, segítése, szaktanácsokkal való ellátása mellett az intézet folyamatosan végzi az élelmiszer- és táplálkozástudományi szakemberek (higiénikusok, mikrobiológusok, vegyészek, gyógyszerészek) posztgraduális képzését és az új analitikai módszerek folyamatos bevezetését. Korábban az Orvostovábbképző Intézet Élelmiszeréségészségtani Tanszékének (tanszékvezető: dr. Tarján Róbert), majd az Orvostovábbképző Egyetem Közegészségtan Tanszékének (tanszékvezető: dr. Bíró György) keretében folyt, illetve folyik az oktatási munka.

A megemlékezésen résztvevő valamennyi jelenlegi és volt OÉTI dolgozónak szólt a KÖJÁL igazgatók köszönete az eddigi közös munkához nyújtott segítségért.

Az előadások és az azokról szóló beszámoló csak néhány mozaikot mutatott meg az OÉTI 40 éves sokrétű működéséből, amelynek vezérlő elve mindig az volt, hogy az aktuális táplálkozási problémákra keressen választ és lehetőség szerint élbe menjen az élelmiszeripari fejlesztések során felmerülő tudományos és gyakorlati közegészségügyi problémáknak.

Dr. Novotny Tibor főorvos szavait idézve: Nem volt könnyű az elmúlt 40 év, de jelenlegi helyzetünk talán még nehezebb, a feladatok egyre nőnek, a feltételek viszont sem személyi, sem anyagi vonatkozásban nem javulnak. Így elsősorban abban bízhatunk, hogy az intézet kollektívája, mely eddig is tőle telhetően elvégezte feladatait, a jövőben is erejéhez, képességéhez mérten fog közreműködni a hazai élelmiszeréségészségügyi fejlesztésében.

Bíró György – Gergely Anna

SZAKMAI HÍREK

A MÉM Állategészségügyi és Élelmiszerellenőrzési Főosztály 1990. január 25-én tette közzé a

„Kiváló minőségbiztosító rendszert működtető élelmiszerelőállítók”
névsorát, melyet az alábbiakban közlünk:

Balatonboglári Élelmiszeripari Kft.	- 1989
Bácskai Húsipari Közös Vállalat (BÁCSHÚS)	- 1989
Békéscsabai Baromfifeldolgozó Vállalat	- 1989
Békéscsabai Konzervgyár Konzervüzeme	- 1990
BÉV Budapesti Csokoládégyár	- 1989
Budapesti Baromfifeldolgozó Vállalat	- 1990
Budapesti Konzervgyár	- 1990
Csongrád megyei ZÖLDÉRT Vállalat Üdítő Üzeme, Szatymaz	- 1989
Debreceni Dohánygyár	- 1989
Egri Dohánygyár	- 1989
Fejér megyei Gabonaforgalmi és Malomipari Vállalat	- 1990
Gyöngyszöv ÁFÉSZ Pattinka Üzeme	- 1989
Győri Hűtőipari Vállalat	- 1989
Győr-Sopron megyei ÁHV Kapuvári Gyára	- 1989
Hajdúsági Cukorgyár	- 1989
Hatvani Cukorgyár	- 1989
Kecskeméti Konzervgyár	- 1989
NMV Győri Növényolajgyára	- 1989
NMV Rákospalotai Növényolajgyára	- 1989
„Nyírség” Konzervipari Vállalat	- 1989
Petőházi Cukorgyár	- 1989
Pécsi Dohánygyár	- 1990
Sárvári Cukorgyár	- 1990
Szentesi Baromfifeldolgozó Vállalat	- 1989
Szerencsi Cukorgyár	- 1989
Szerencsi Édesipari Vállalat (SZÉV)	- 1989
Székesfehérvári Hűtőipari Vállalat	- 1990
Szolnoki Cukorgyár	- 1989
Miskolci Sütőipari Vállalat	- 1989
Zalaegerszegi Hűtőipari Vállalat	- 1989

A minisztériumi körlevél egyúttal felszólította az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomásokat, hogy 1990. évi ellenőrzési és mintavételi tervüket a „kiváló” és a többi élelmiszer előállítóra vonatkozó irányelvek figyelembevételével módosítsák és hajtsák végre.

A „kiváló” kategóriában megerősített, illetve az 1990. évtől besorolt élelmiszerelőállítóknak az elért színvonalhoz gratulálunk és további eredményes jó munkát kívánunk, valamint sok sikert a fogyasztók minél szélesebb rétegeinek megnyerésében a hazai és a külföldön egyaránt.

SZAKMAI HÍREK

A II. Európai Élelmiszertudományi és -technológiai Konferencia 1991. április 9–11. között Brüsszelben kerül megrendezésre. Minden a konferenciával kapcsolatos információért J. Lenges professzorhoz lehet fordulni, akinek címe:
C. E. R. I. A. avenue Emile Gryzon 1 B – 1070 Brussels;
és telefonszáma: 32-2-526-72 50

VIII. ÉLELMISZERTUDOMÁNYI ÉS TECHNOLÓGIAI VILÁKGONGRESSZUS

1991. szeptember 29 – október 4.
Toronto, Kanada

A Világkongresszust a Kanadai Élelmiszertudományi és Technológiai Intézet szponzorálja az Élelmiszertudomány és Technológia Nemzetközi Szövetsége támogatásával.

További információt az alábbi címen lehet kapni:

VIII. Élelmiszertudományi és Technológiai Világkongresszus
3340 Orlando Drive
Mississauga, Ontario
KANADA L4V 1C7
Telefon: (416) 678-1220
Telex: 06968723
Fax: (416) 678-1229

ÚJ FOLYÓIRAT AZ ELSEVIER KIADÁSÁBAN:

PROCESS CONTROL & QUALITY

(Folyamatszabályozás és minőség)

Éz egy olyan nemzetközi folyóirat, amely a tudomány és a technológia területén a gyártási folyamatok minőség mérési rendszereit kívánja felölelni. A folyóirat a folyamatszabályozás és a termék minőség mérése szempontjából fontos, a gyártási folyamatba beépített vizsgálati technológiák gyakorlati alkalmazását hangsúlyozza.

Főszerkesztő: Kenneth J. Clevert, Watchung, N. J., U. S. A.

CÉLKITŰZÉS:

A technológiai folyamatba beépített mérési rendszerek növekvő jelentőségre tesznek szert a folyamatszabályozásban és a termék minőség mérésében számos iparág (kőolaj, petrokémia, kémia, gyógyszer, élelmiszer és biotechnológia) gyártási környezetében. A folyóirat egy multidiszciplináris fórumot akar biztosítani a kutatás, a tervezés, a technológiai folyamat minőségszabályozása és a környezeti monitoring területein dolgozó tudósoknak és mérnököknek. Vegyészek, vegyész-, gépész- és elektromérnökök, számítógépes szakemberek, minőségbiztosító mérnökök, műszergyártók és szaktanácsadók érdeklődésére tart számot a lap.

Azt érintett témakörök a következők: mintavétel, minta kezelés, műszerezettség, on-line mérés, automatizálás, „real-time” rendszerek, ellenőrzési elmélet, rendszer szervezés, adatfeldolgozás, és statisztikai minőségszabályozás. A hangsúly a témakörök gyakorlati vonatkozásain lesz. Az eredeti kutatási cikkeken túl a folyóirat továbbképzési tanulmányokat, áttekintéseket, esettanulmányokat, alkalmazástechnológiát és rövid közleményeket fog tartalmazni. Lesz egy rovat, amely termékleírásokat, szakmai konferenciák tudósításait és az aktuális termékek (műszerek) kritikai értékelését tartalmazza.

Térítésmentes példányt fognak küldeni mihamlgy az első kötet megjelenik.

A Process Control & Quality első évfolyama 4 kötetből áll és 1990-ben fog megjelenni. Az 1990. évi megrendelési díj 395,00 Holland Forintba fog kerülni.

A főszerkesztő Kenneth J. Clevert, Clevert Associates Inc., P. O. Box 7047, Watchung, NJ 07060, U. S. A., tel.: (201) 754-9368, FAX: (201) 757-6226 várja a szerzők jelentkezését, hogy megvitassák a lehetséges közreműködést. A részletes „Utasítás a szerzőkhöz” c. útbaigazítás rövidesen elkészül és a kiadónál hozzáférhető. Oldaldíj nincs. 50 példányt (különlenyomatot) minden cikkből a szerző rendelkezésére bocsátanak.

További információért kérem forduljanak az alábbi címekre:

ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS
P. O. Box 330
1000 AH Amsterdam, The Netherlands
Tel.: (20) 5862823
FAX: (20) 5862845

ELSEVIER SCIENCE PUBLISHING CO.
655 Avenue of the Americas
New York, NY 10010, U. S. A.
Tel.: (212) 989 5800
FAX: (212) 633 3880

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Molnár Pál

- Órsi F. és Órsi F.-né: Újabb eredmények a sör érzékszervi minőségében. Élelmezési Ipar 43 (1989) 5, 172–176.
- Mosonyi Á., Fehér Gy.-né, Kada M. és Halmos A.-né: Durum búza: a mag és az őrlmények minősítési módszereinek kidolgozása. Gabonaipar 36 (1989) 1, 8–16.
- Urbányi Gy. és Horti K.: Gyorsfagyasztott paradicsomkocka karotinoid tartalmának vizsgálata. Hűtőipar 35 (1989) 1, 19–24.
- Antalfy L. és Rác L.: Fém csomagolóeszközök gyártásának gyártásközi minőségellenőrzése I. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 1, 13–19.
- Moskovits L.-né: Húsalapú nyersanyagok gyártásközi ellenőrzésében alkalmazott objektív vizsgálati módszerek. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 1, 22–26.
- Pándi F.: Likőr- és hidegúti pálinkakészítmények hibái és azok megelőzése II. Technológiai hibák III. Értelési, tárolási hibák. Szeszivar 37 (1989) 1, 18–20.
- Erdész S.: Korszerű vizsgálati módszerek a baromfifeldolgozó ágazat laboratóriumában. Baromfitenyésztés és feldolgozás 36 (1989) 2, 29–36.
- Mattyasovszky P.: Borok etil-karbamát-tartalmának tömegspektrometriás vizsgálata. Borgazdaság 37 (1989) 1, 26–31.
- Eperjesi I. és Morvai J.: Borok fenolos vegyületeinek vizsgálata 2. A cefrehőmérséklet hatása Chardonnay borok fenolos anyagaira. Borgazdaság 37 (1989) 2, 63–67.
- Panyik G.-né, Kádár Gy. és Bárdi Gy.: Sherry jellegű bor és borpárlat gázkromatográfiás vizsgálata. Borgazdaság 37 (1989) 2, 67–71.
- Gerse J.-né, Parádi L.: A raffinóz meghatározása és szerepe a cukorgyártásban. Cukoripar 42 (1989) 2, 44–50.
- Béndek Gy.: A sör íze. V. 2. rész: A technológia szerepe a söríz kialakításában. Az erjesztés hatása a sör ízére. Söripar 36 (1989) 2, 62–65.
- Újszászi J.: Szerves savak meghatározása nagynyomású folyadékkromatográfiával. Szeszivar 37 (1989) 2, 57–61.
- Molnár I.: A normalitás problémája a minőségellenőrzésben I. Tejipar 39 (1989) 2, 32–36.
- Ale I., Hrabovszki É.: A minőség szerinti tejtávtétel rendszere, működésének tapasztalatai, a továbbfejlesztés szükségessége és lehetőségei. Tejipar 39 (1989) 2, 47–52.
- T. Pfeifer (NSZK): A gyártásba beépített mérés-technika és minőségvizsgálat I. Szabvány és Világ 41 (1989) 7, 12–15.
- Molnár P., Nagy L.-né: Édesipari termékek pontozásos érzékszervi bírálatának korszerűsítése. Édesipar 40 (1989) 3, 73–77.
- Némethné Bálint K.: A HUMIL értékelése a húsipari termékek minőségéről. Húsipar 38 (1989) 3, 115–117.
- Merényi I.: A juhtej minőségének biztosítása. Tejipar 39 (1989) 3, 59–62.
- Teleki J., Erdész S.: Tesztelő tabletta használata aktívklór kimutatására. Hűtőipar 34 (1989) 3–4, 84–86.
- Molnár P., Nagel V. és Bartucz né Kovács O.: Gyorsfagyasztott termékek pontozásos érzékszervi bírálatának korszerűsítése I. Hűtőipar 34 (1989) 3–4, 96–101.
- Biacs P., Borszékai B. és Vámos M.: Beszámoló az Analitikai és Mintavételi Módszerek Kódex Bizottság 16. üléséről. Élelmezési Ipar 43 (1989) 4, 153–154.

KÖNYVISMERTETÉS

HERSCHDOERFER S. M.: *Minőségbiztosítás az élelmiszeriparban. 4. kötet 2. kiadás* (Quality Control in the Food Industry Vol. 4. Second Edition)

London – Toronto: Academic Press. 1987.

Lebensmittel-Untersuchung und Forschung 188 (1989) 2, 155.

A nagy-britanniai szerzők a négykötetes mű utolsó kötetében a következő témákkal foglalkoznak: alkoholtartalmú italokkal, ecettel, alkoholmentes üdítőitalokkal, teával, kávéval, fűszerekkel, fűszerkészítményekkel, adalék- és csomagolóanyagokkal, valamint az automatikus folyamatszabályozás témakörével. A „minőségbiztosítást” széleskörűen értelmezik a végtermék minőségét előnyösen, vagy kedvezőtlenül befolyásoló összes megismerhető tényező összességét, vagyis a nyersanyag megválasztását, a gyártási eljárást, a csomagolást, a raktározást, a forgalmazást. Az a szándék vezette a szerzőket, hogy az összes kémiai, fizikai, biokémiai, mikrobiológiai és érzékszervi módszerrel foglalkozzanak, amelyeket a minőségbiztosítás érdekében az iparban alkalmaznak. Nem kívánták a vizsgálati előírások teljességét közölni, de általános áttekintést nyújtanak az alapelvek ismertetésével és számos szakirodalmi utalással. Az egyes fejezetek bevezetésekor röviden áttekintik a technológiát, kávé és tea esetében a kémiai összetétel változását is. A jó szemléltetés érdekében számos ábrát közölnek kiemelten a folyamatszabályozással foglalkozó fejezetben. Gyakran utalnak a törvényes előírásokra: szinte mindig az Európai Gazdasági Közösség és gyakran kiegészítéssel Nagy-Britannia sajátos követelményeire is.

Különösen átfogóak a sör és a fontosabb szeszesitalok (a whisky, a gin, a vodka, a rum), a tea, és a kávé, valamint az üdítőitalok és a zamatazó anyagok (fűszerek, illó olajok) fejezetei. Az adalékanyagok fejezet jó áttekintést nyújt a törvény előírásairól, a felhasználás alapjairól, azok előnyeiről és hátrányairól. A csomagolóanyag fejezet elsősorban az üveg-, a fém-, a műanyag- és a kartoncsomagolás követelményeivel foglalkozik. A kimagaslóan jó automatikai szabályozással foglalkozó fejezet a hőmérséklet-, az áramlás-, a tömeg-, a töltési szint-, a sűrűség-, a viszkozitás-, és a pH-mérést tárgyalja a készüléktípusok részleteire is kitérve.

A könyv kiállítása, áttekinthetősége és nyomása igen jó. Alkalmas nemcsak a technológiai és a tárgyalt termékek kémiajának tanulmányozására, de az angliai ipari ellenőrzés megismerésére, ami nagyrészt megegyezik az NSZK gyakorlatával és érdeklődésre tarthat számot az Európai Közös Piac vonatkozásában is.

Szarvas T. (Budapest)

XXXV. KÖTET TARTALOM

1. <i>Al-Himdani A., Merész Péter és Lásztity Radomir</i> : A gyümölcsökben található pektinbontó enzimek vizsgálatának módszertani kérdései.....	153
2. <i>Bogdán Józsefné, Gasztonyi Kálmán, Harkayné Vinkler Margit és Ivánkovits Gertrúd</i> : Kis koncentrációjú élelmiszerkomponensek meghatározása enzimes analitikával I. Élelmiszerek glükóztartalmának meghatározása glükóz-szelektív elektród-szett alkalmazásával.....	5
3. <i>Csapó János, Penke Botond és Csapóné Kiss Zsuzsanna</i> : D- és L- aminosavak elválasztása és meghatározása ioncserés-oszlopkromatográfiával diasztereomer dipeptid formában I. Az alanil dipeptidok szétválasztása és meghatározása.....	140
4. <i>Csapó János, Penke Botond és Csapóné Kiss Zsuzsanna</i> : D- L- aminosavak elválasztása és meghatározása ioncserés-oszlopkromatográfiával diasztereomer dipeptid formában II. A 2 - szulfonsav-alanil dipeptidok szétválasztása és meghatározása.....	201
5. <i>Fred Scheuer</i> : Nagynyomású folyadékkromatográfia az élelmiszeralitikában.....	194
6. <i>Gönczy Árpád</i> : Az élelmiszerek minősítésének aktuális kérdései.....	20
7. <i>Molnár Pál</i> : Élelmiszeripari termékek minőségalkulása 1988-ban a hatósági minőségellenőrzés megállapítása alapján.....	66
8. <i>Molnár Pál</i> : A hatósági élelmiszerfelügyelet egységesítésének irányelvei a Közös Piac országaiban.....	130
9. <i>Nguyen Hung, Siska Elemér, Adányiné Kisbocskói Nóra és Molnár Pál</i> : Ion-szelektív elektródok alkalmazása az élelmiszeralitikában II. A számítástechnika alkalmazása.....	209
10. <i>Sebők András</i> : Élelmiszerek mikrobiológiai irány- és figyelmeztető értékei. Beszámoló az Élelmiszereológiai Módszerek témakörben rendezett tudományos ankétról.....	30
11. <i>Szabó S. András</i> : Élelmiszerellenőrzés, minőség szabályozás Dániában.....	13
12. <i>Szabó S. András, Kaj Heydorn és Else Damsgaard</i> : Aktivációs analízis az élelmiszeralitikában VII. Vanádium meghatározás INAA módszerrel növényi mintákban.....	25
13. <i>Tekes Lajosné, Gergely Anna, Milotay Györgyné és Gál Ödön</i> : TECA-TOR Fibertec System I. készülék alkalmazása élelmiszerek rosttartalmának meghatározására.....	135
14. <i>Wittmann János</i> : Tájékoztató módszer nyerskondenzátum és összalkaloid-tartalom meghatározása cigaretták főfüstjében.....	167
15. Élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének és minőségmegőrzési időtartamának jegyzéke (3. kiegészítés).....	221
16. KÁF jelet viselő élelmiszeripari termékek jegyzéke.....	43

EURÓPAI MINŐSÉGÜGYI SZERVEZET (EOQC) ÉLELMISZERIPARI BIZOTTSÁG

Az EOQC Élelmiszeripari Bizottság

IV. Nemzetközi Szimpóziumát

1990. október 24 – 27. között

Nyugat-Berlinben

tartja meg a következő témakörben:

„Minőségbiztosítás az élelmiszeriparban és a rokon-iparágakban”

- Az ISO 9000 – 9004 alkalmazása élelmiszeripari vállalatok minőségbiztosító rendszerének és tanúsításának továbbfejlesztésére;
- Az élelmiszeripari vállalatok „Minőségügyi Kézikönyv”-ének kidolgozása, tartalma és alkalmazása;
- Minőségelemzések korszerű statisztikai módszerei és hasznosításuk a piacutatóshoz és gyártmányfejlesztéshez;
- Terméktesztek és minőségelemzések módszerei és eredményei, valamint felhasználásuk a fogyasztók tájékoztatására;
- Kitekintés a minőség szabályozás, – fejlesztés és – ellenőrzés perspektíváira az 1992 utáni Európában.

A szimpózium elsősorban az élelmiszeripari és rokonvállalatok, kutató- és oktatóintézmények, irányító és ellenőrző szervek vezető szakemberei számára nyújt sokoldalú és aktuális tájékoztatást.

A szimpóziumon – az érdeklődéstől függően – német, angol, francia és magyar nyelven tervezünk szinkron tolmácsolást.

Érdeklődni, előzetes jelentkezési lapot igényelni vagy előadásra javaslatot bejelenteni a következő címre lehet:

Dr. Molnár Pál

az EOQC Élelmiszeripari Bizottság elnöke

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet

H-1525 Budapest, Postafiók 76

Útmutató a szerzők részére

1. A dolgozatok tárgyköre

Az „Élelmiszervizsgálati Közlemények” szerkesztősége csak tartalmilag értékes, más helyen nem közölt, vagy közlésre máshol nem leadott dolgozatot közöl a következő tárgykörökben:

- a) Élelmiszerek vagy hasonló összetételű biológiai anyagok kémiai, fizikai, fizikai-kémiai, műszeres, érzékszervi, mikrobiológiai, toxikológiai, radiológiai és higiéniai vizsgálati módszerei;
- b) A Magyar Élelmiszervizsgálati Módszertankönyv összeállításához és a módszerek szabványosításához szervezett körvizsgálatok, beleértve a véglegesített módszerleírásokat is;
- c) Élelmiszerek mintavételi és minősítési módszerei;
- d) Beszámolók élelmiszerek minőség alakulásáról;
- e) Az élelmiszereellenőrzés, az élelmiszeripari minőség szabályozás és élelmiszervizsgálatokhoz kapcsolódó kérdései.

2. A kéziratok tartalmi és formai követelményei

A kéziratokat 2 példányban, a magyar nyelvű összefoglalót 3 példányban kell az ÉVIKE szerkesztőségének címére beküldeni; elkészítésüknél a következő formai és tartalmi követelményeket kell figyelembe venni:

- a) A dolgozat címét és esetleges alcímét kétszer alá kell húzni. Alatta kell feltüntetni – nagybetűkkel – a szerző(k) vezeték- és keresztnévét. Az alatt kell megadni a szerző(k) munkahelyét, több szerző esetén a munkahelyeket – a név és munkahely mögött egy, két stb. csillaggal jelölve – egymás alá kell írni.
- b) A kéziratokat gépirással, 1 ½-es sorközökkel, soronként 50–55 leütéssel kell írni, a bal oldalon 4 cm-es margót hagyva. A kézirat utolsó oldalán zárójelben meg kell adni az első helyen levő szerző (továbbiakban: a szerző) teljes nevét, beosztását, valamint munkahelyét és annak címét.
- c) A dolgozatok lehetőség szerint a következő szerkezetben készüljenek:
 - rövid bevezetés (irodalmi összefoglaló, célkitűzés)
 - anyagok és módszerek
 - a kísérleti eredmények ismertetése és értékelése.
- d) *Táblázatok és ábrák* az eredmények megadásának legáttekinthetőbb módja. Az eredmények kettős megadását azonban kerülni kell. A táblázatokat és ábrákat egymástól függetlenül arab számmal sorszámozni kell. Mind a táblázatokhoz, mind az ábrákhoz rövid címet, és – szükség esetén – magyarázó szöveget (címkiegészítést) kell írni. A táblázatokat és ábrákat egyenként külön lapon kell a kéziratához csatolni. Az ábrák A/4-es nagyságú fehér papíron vagy pauszon teljes terjedelmében arányosan, a közlésre szánt méret háromszorosára nagyítva – a műszaki rajz követelményeinek megfelelően – készítenők el. Az esetleges fényképfelvételek jó minőségűek legyenek. Az ábrákhoz külön lapon ábrajegyzéket kell készíteni, amely tartalmazza az ábra sorszámát, címét és az esetleges magyarázó szöveget (címkiegészítést). A táblázatok és ábrák helyét a kéziratban bal oldali 4 cm-es margón csak jelölni kell.
- e) A *mértékegységeket* az SI-rendszer szerint kell megadni.

- f) A szövegben előforduló *irodalmi hivatkozásokat* a kézirat végén külön lapon „Irodalom” cím alatt kell a szövegben használt számozásnak megfelelően folytatólagos számozással közölni. Az irodalmi felsorolásban a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit), a dolgozat címét, a folyóirat nevét, kötetszámát, évszámát (zárójelben), füzetszámát és oldalszámát tól-ig kell megadni a következő módon: pl. Büki I. és Tabajdi Pintér V.: Izoszórp mikrobiológiai minőségének alakulása, ÉVIKE 31 (1985) 4, 208–216.
Könyv esetében a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit), a könyv címét, a kiadót, a megjelenés évét és a kiadás helyét kell feltüntetni.
- g) Az *Összefoglalót* külön lapokon 3 példányban kell mellékelni. Felülre a dolgozat címe – nagybetűkkel írva – kerüljön, alá a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit) kell – egyszer aláhúzva – írni.
A rövid, tömör összefoglaló terjedelme a 15 gépelt sort nem haladhatja meg.

3. Általános szerkesztőségi információk

- a) A kézirat beérkezéséről és elfogadásáról a szerző egy hónapon belül írásbeli értesítést kap. Elutasítás esetén a szerző a kézirat mindkét példányát visszakapja.
- b) A kézirat elfogadásával és annak közlésével, kiadásának joga – a szabványosításban való felhasználás és a Magyar Élelmiszervizsgálati Módszerkönyvben való megjelentetés kivételével – a szerkesztőségre száll át.
- c) A szerző a lektori véleményt csak jelentősebb (tartalmi, szerkesztési) átdolgozás kérése esetén kapja meg a kézirat egy példányával együtt. A kisebb módosítások jogát a szerkesztőség fenntartja magának.
- d) A szerző kapja a szerzői honoráriumot, amelyet a társszerzők között saját hatáskörben oszt fel.
- e) Valamennyi önálló cikk szerzője az ÉVIKE vonatkozó füzetének egy példányát tiszteletpéldányként kézhez kapja. Különlenyomat megküldésére a jövőben nincs lehetőség.

Szerkesztőség

Szerkesztő: Dr. Molnár Pál
 Szerkesztőség: 1095 Budapest, Mester u. 81.
 Előfizetési díj: 1 évre 260,- Ft.
 Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat
 H-1389 Budapest, Postafiók 141
 AGRO-PRINT Kft, Gyál 90-20
 Felelős vezető: Tóth Antal
 Press-Art Kft

Index: 26212



Mokka

és a

MEXIKÓ KÁVÉ!

Keveréke az

EGYSZERŰNEK

és a

NEMESNEK,

a megszokottnak

és a

KÜLÖNLEGESNEK

**ÖRÖLT KÁVÉKEVERÉK
50 % pót, 50 % babkávéból**

Forgalmazza: Budapesti Édesipari Vállalat
Zamat Kávé- és Kekszgyára
Budapest, XI., Budafoki út 64.