



Univerzita Komenského v Bratislave
Fakulta matematiky, fyziky a informatiky



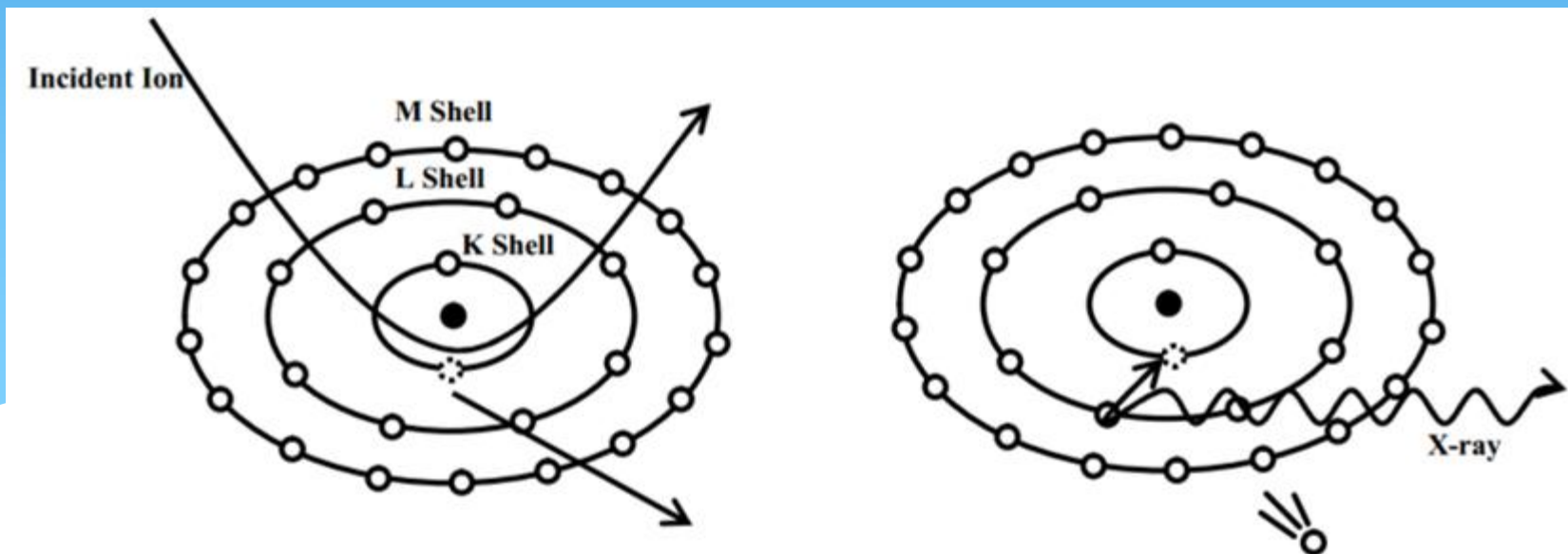
Stanovenie prvkov v potravinách a biopotravinách s využitím pokročilých techník PIXE/PIGE analýzy

Mgr. Jakub Kvasniak

02/10/2019

PIXE / PIGE

- Particle Induced X-ray (Gamma-ray) Emission
- Dvojstupňový proces
- Nedeštruktívne, analytické, mnohoprvkové metódy



Mapovanie

- Vzorka bio kapusty (15 bodov + vypnutá elektróda) a nebio hlávkového šalátu (16 bodov + zapnutá elektróda: - 400 V)
- Zväzok: protóny $E \approx 3 \text{ MeV}$
- Náboj: 0,5 C; uhol 10°
- K, Ca, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Se, Br, Rb, Sr, Y
- Vyhodnotenie spektier pomocou softvéru GUPIXWIN

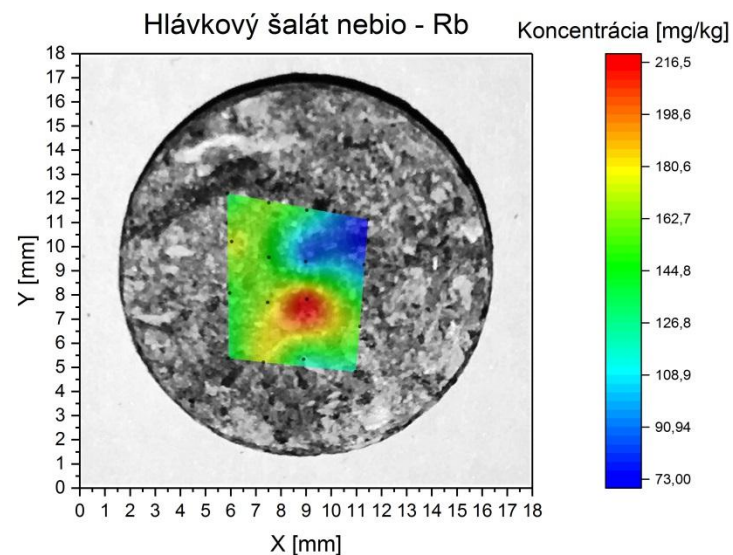
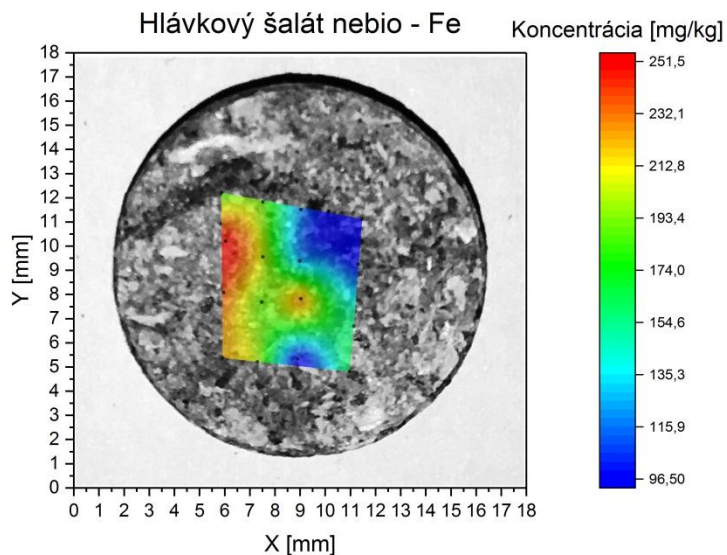
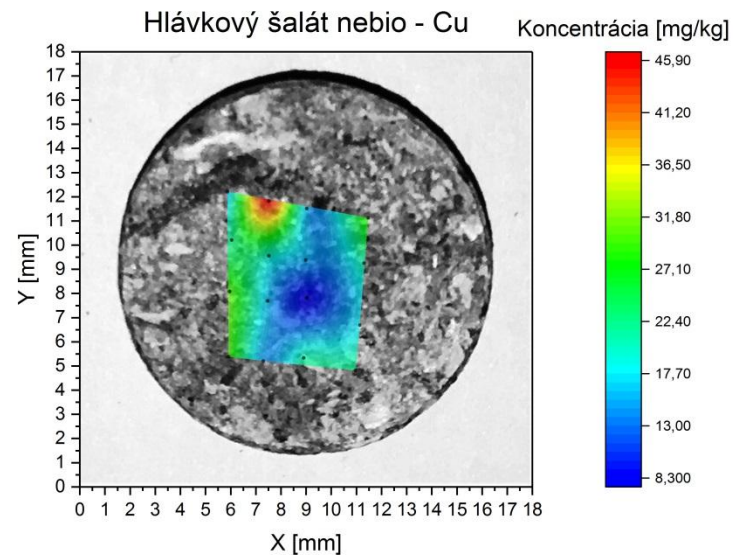
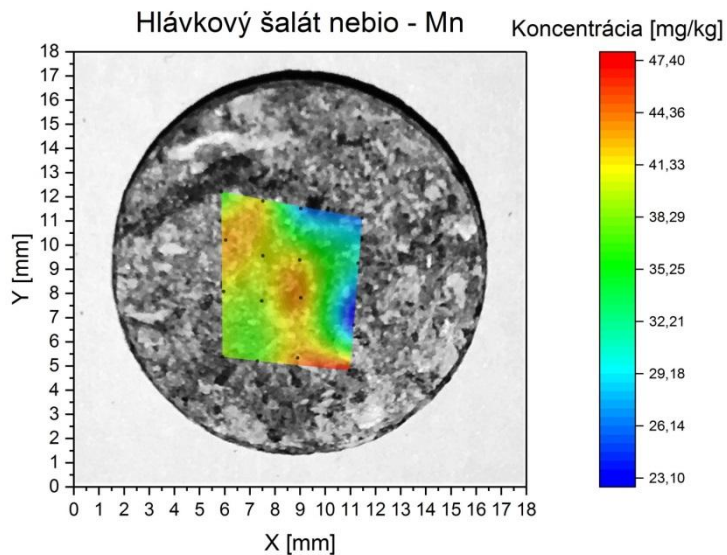


Kapusta bio

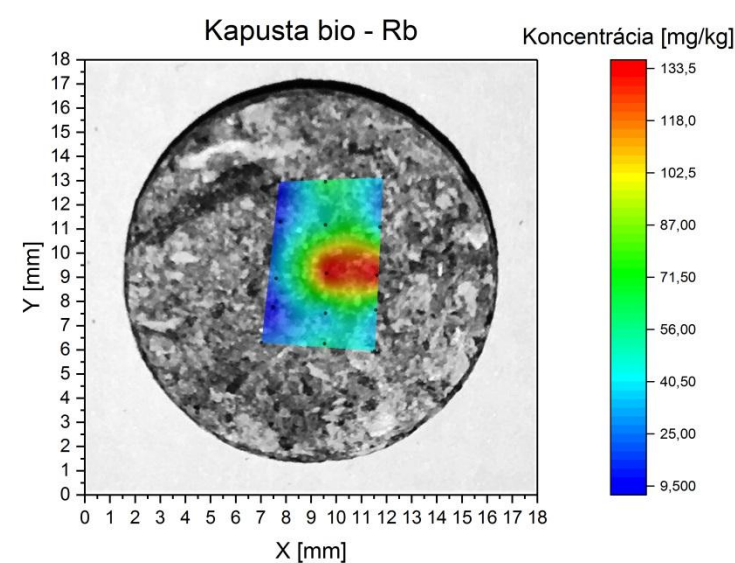
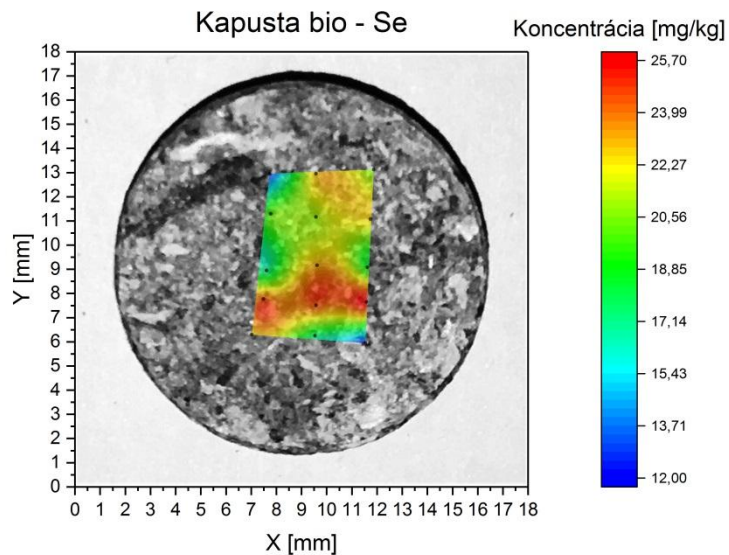
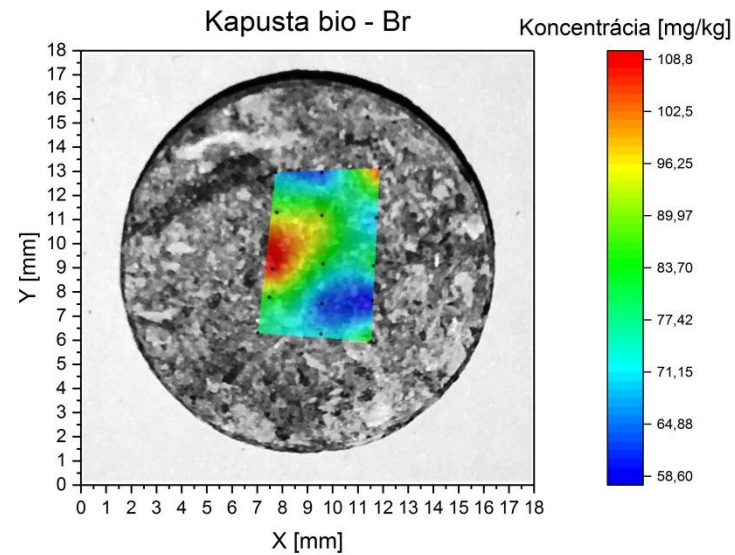
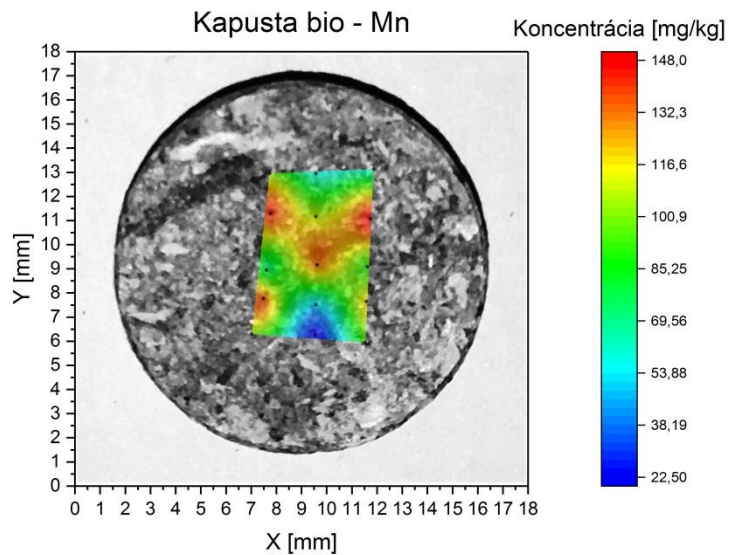


Hlávkový šalát nebio

Vzorka nebio hlávkového šalátu



Vzorka bio kapusty



Príprava tenkých vzoriek

Postup:

- 100 mg vysušenej vzorky + 3 mL koncentrovanej HNO_3 + 0,1 mL H_2O_2 + 20 μL koncentrovanej HF -> uzavretá PP skúmavka
- Zohrievanie: 24 hod, 70 °C (opakujeme dokým sa vzorka nerozpustí)
- Roztok -> kadička (odpariť pri 150 °C)
- Rezíduum + 160 μL 1 M HCl + 40 μL roztoku Y (963,9 mg Y/L)
- 3-5 μL (po 1 μL) na Mylarovu fóliu
- Vysušenie pod infra lampou
- Kontrola porovnaním so štandardom (IAEA-359)





PIXE analýza tenkých vzoriek



- Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Se, Br, Rb, Sr, Ba
- Zväzok: protóny $E = 3,062 \text{ MeV}$
 deuteróny $E = 3,062 \text{ MeV}$
 alfa $E = 4,562 \text{ MeV}$
- Uhol 10°
- Prepočet cez koncentráciu Y (38,6 mg/kg)
- Korekcia na pozad'ovú vzorku a IAEA štandard





Výsledky PIXE (p)



Názov	Koncentrácia v biopotravinách [mg/kg]				
	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn
Banán	0.26 ± 0.04	10.99 ± 1.65	7.43 ± 1.11	5.95 ± 0.89	6.53 ± 0.98
Cibuľa	0.10 ± 0.01	10.53 ± 1.58	20.65 ± 3.10	8.76 ± 1.31	29.03 ± 4.35
Fazuľa	0.37 ± 0.06	16.28 ± 2.44	121.47 ± 18.22	9.24 ± 1.39	43.60 ± 6.54
Hlávkový šalát	0.75 ± 0.11	78.55 ± 11.78	334.36 ± 50.15	69.80 ± 10.47	60.53 ± 9.08
Kapusta	< 0.30	4.19 ± 0.63	62.82 ± 9.42	0.29 ± 0.04	0.43 ± 0.06
Mrkva	0.70 ± 0.10	10.10 ± 1.52	42.14 ± 6.32	5.91 ± 0.89	11.87 ± 1.78
Petržlen	1.56 ± 0.23	39.56 ± 5.93	294.53 ± 44.18	13.51 ± 2.03	31.01 ± 4.65
Šupa banán	0.58 ± 0.09	42.64 ± 6.40	623.75 ± 93.56	12.62 ± 1.89	23.00 ± 3.45
Špenát	0.82 ± 0.12	62.41 ± 9.36	226.71 ± 34.01	8.78 ± 1.32	29.05 ± 4.36
Šupa uhorka	0.18 ± 0.03	1.96 ± 0.29	15.86 ± 2.38	3.36 ± 0.50	2.49 ± 0.37
Uhorka	0.51 ± 0.08	4.24 ± 0.64	109.54 ± 16.43	14.46 ± 2.17	18.26 ± 2.74
Zemiak	0.33 ± 0.05	5.59 ± 0.84	8.77 ± 1.32	8.83 ± 1.32	20.79 ± 3.12

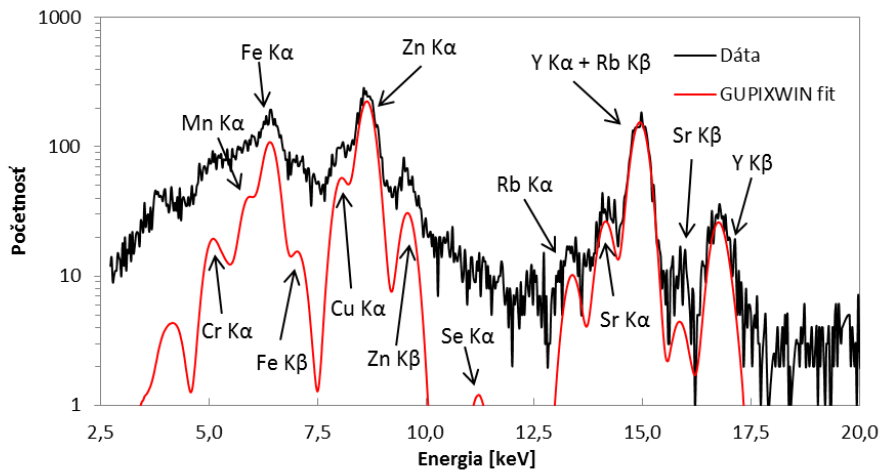


Výsledky PIXE (p)

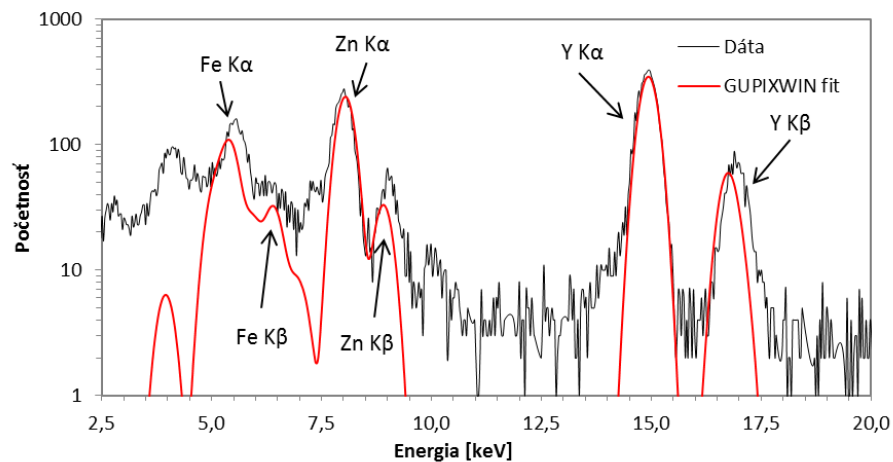


Názov	Koncentrácia v biopotravinách [mg/kg]			
	Br	Rb	Sr	Ba
Banán	< 1,12	17.05 ± 2.56	1.43 ± 0.21	< 10,50
Cibuľa	< 1,39	4.09 ± 0.61	13.3 ± 2.00	< 13,68
Fazuľa	0.62 ± 0.09	13.98 ± 2.10	12.15 ± 1.82	< 8,85
Hlávkový šalát	< 2,62	60.67 ± 9.10	26.29 ± 3.94	< 16,55
Kapusta	0.65 ± 0.10	2.55 ± 0.38	6.50 ± 0.98	4.38 ± 0.66
Mrkva	0.10 ± 0.01	4.79 ± 0.72	7.23 ± 1.08	23.9 ± 3.59
Petržlen	< 1,11	2.25 ± 0.34	11.6 ± 1.74	12.89 ± 1.93
Šupa banán	0.27 ± 0.04	33.57 ± 5.04	13.03 ± 1.95	9.60 ± 1.44
Špenát	2.45 ± 0.37	28.97 ± 4.34	31.08 ± 4.66	< 41,00
Šupa uhorka	0.25 ± 0.04	6.22 ± 0.93	13.12 ± 1.97	< 11,10
Uhorka	0.99 ± 0.15	5.10 ± 0.76	45.56 ± 6.83	7.46 ± 1.12
Zemiak	0.12 ± 0.02	3.41 ± 0.51	0.3 ± 0.05	2.98 ± 0.45

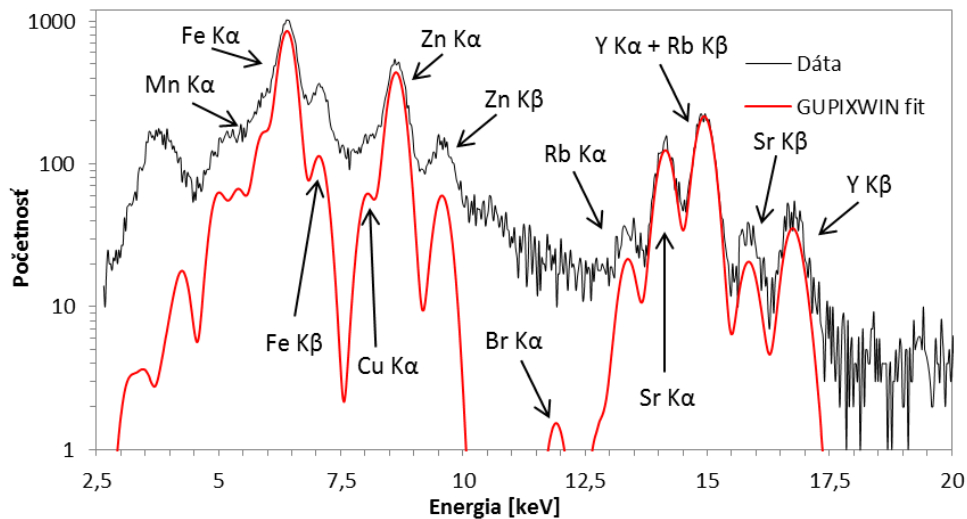
Cibuľa bio



Pozadová vzorka

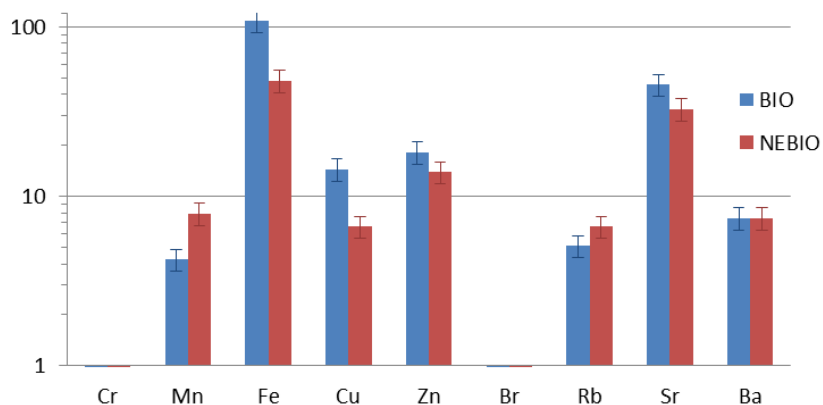


IAEA - 359

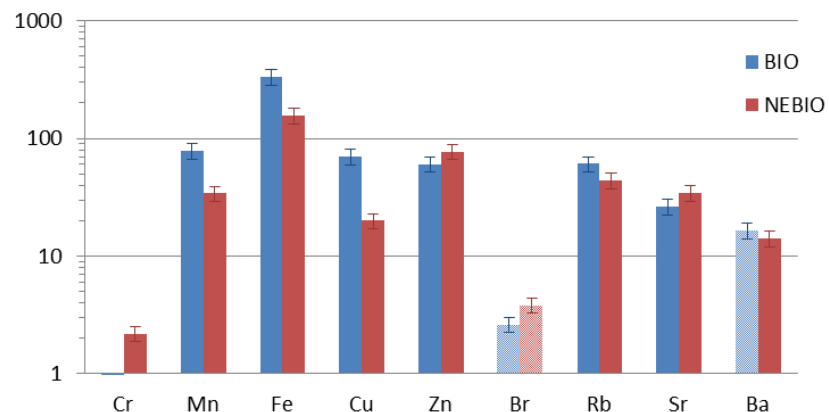


Výsledky PIXE (p)

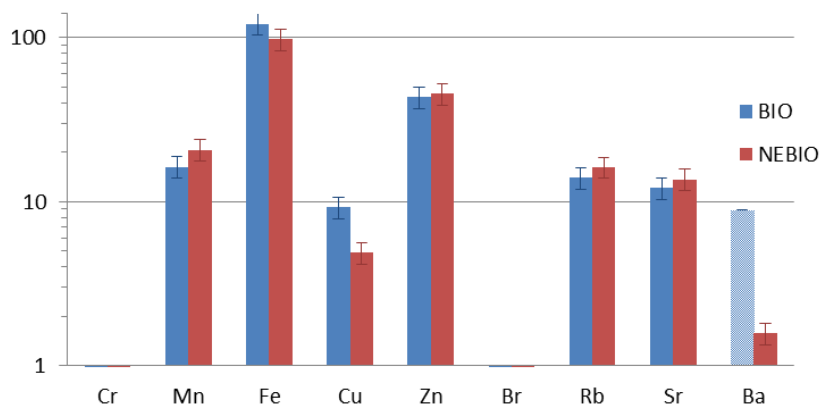
Uhorka



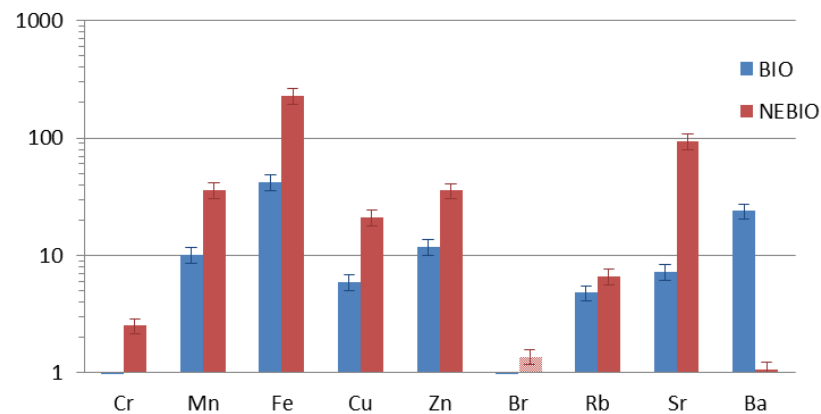
Hlávkový šalát



Fazuľa

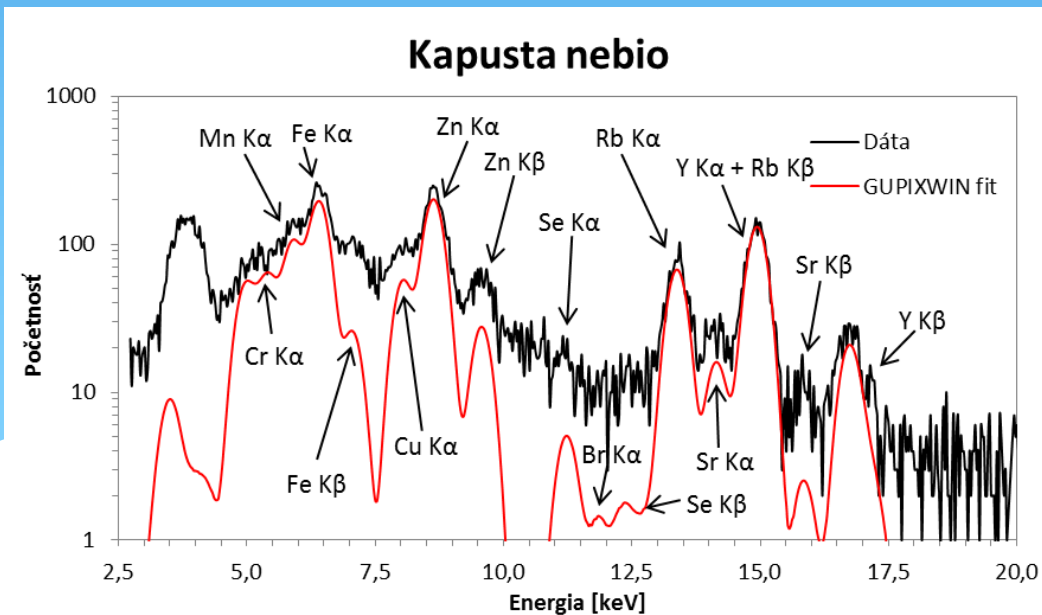


Mrkva



Výsledky PIXE (α)

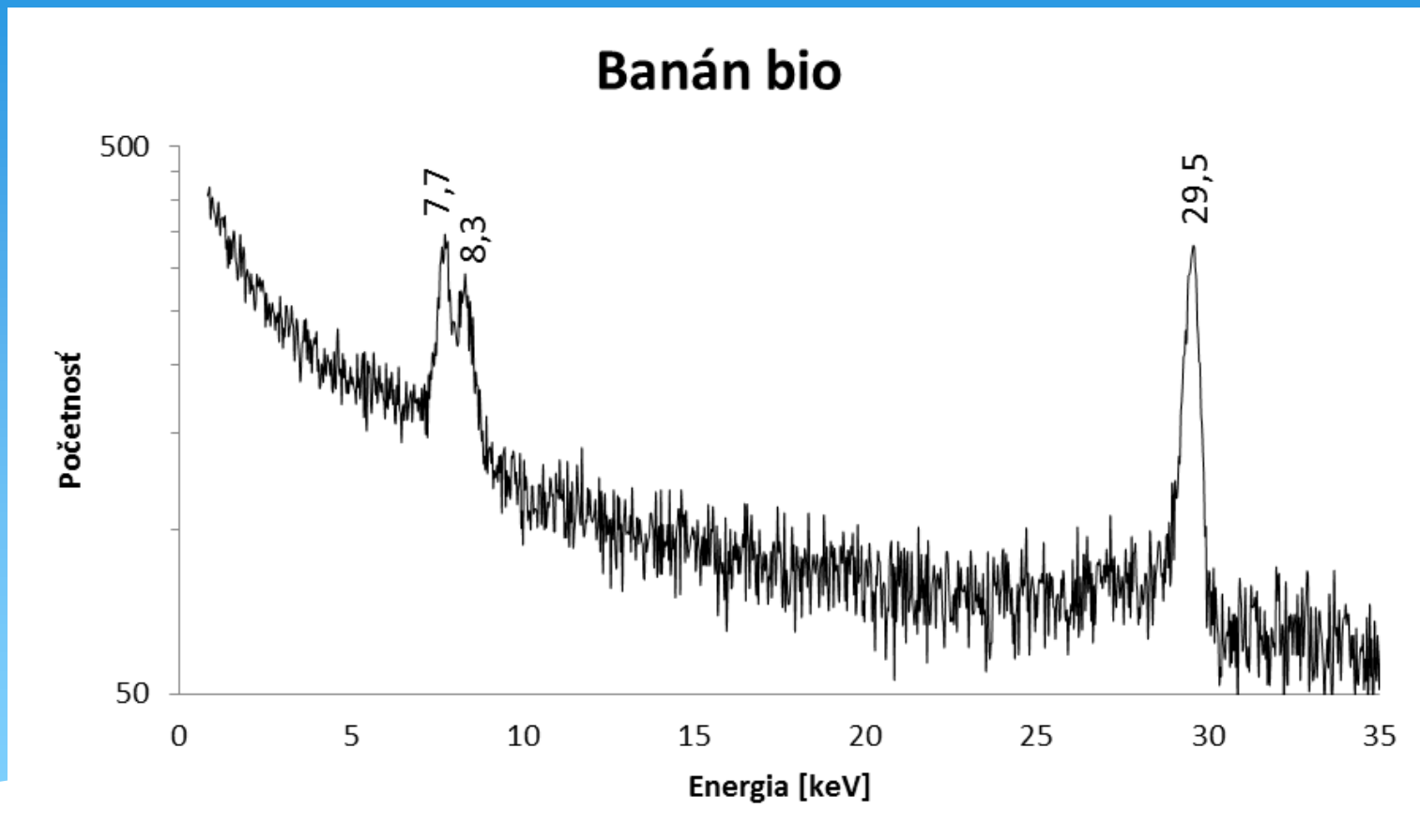
Vzorka	Zväzok	Koncentrácia [mg/kg]								
		Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Br	Rb	Sr	Ba
Banán bio	He	< 0,59	2,68	0,38	10,71	8,15	< 1,42	18,79	2,01	19,52
	H	0,26	10,99	7,43	5,95	6,53	< 1,12	17,05	1,43	< 10,50
Fazuľa nebio	He	< 0,30	5,43	36,14	2,82	23,02	0,17	14,86	12,69	< 10,94
	H	0,42	20,71	97,45	4,90	45,69	0,16	16,26	13,68	1,57
Kapusta nebio	He	0,63	16,77	23,80	6,13	14,98	0,11	33,90	9,23	15,10
	H	0,16	14,27	46,54	3,96	23,72	0,39	34,05	11,69	3,16



- Neznáme H hodnoty pre alfa častice
- Nemôžeme považovať výsledky za reprezentatívne
- Nemožno posúdiť zlepšenie detekčných limitov alebo vyšších výťažkov

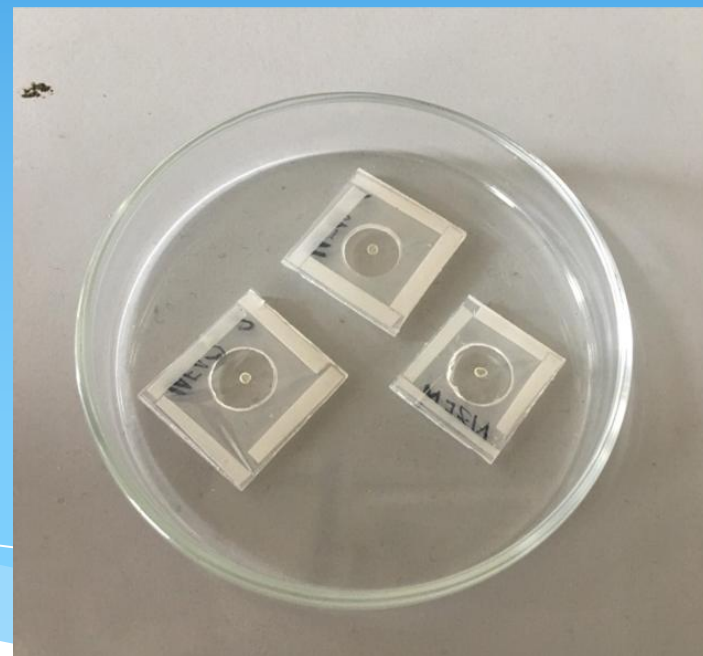


Výsledky PIXE (d)



PIGE analýza tenkých vzoriek

- Zväzok: protóny $E = 3,062 \text{ MeV}$;
 deuteróny $E = 3,062 \text{ MeV}$
- Uhol 10°
- Len kvalitatívna analýza
- Protónový zväzok: IAEA - 359
- Deuterónový zväzok: bio banán a petržlen, alebo fazuľa a kapusta

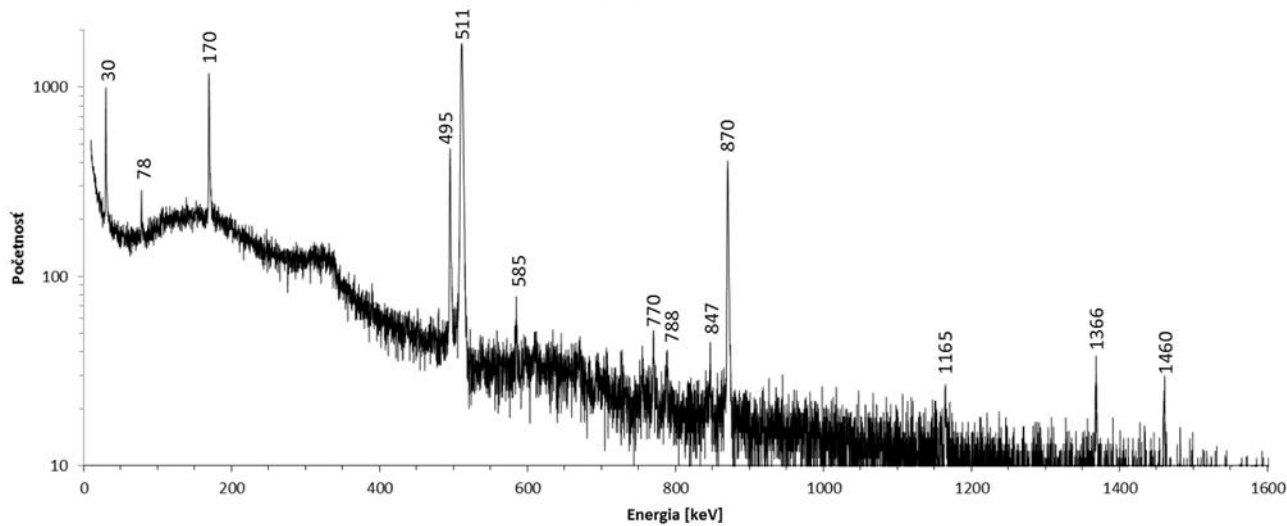




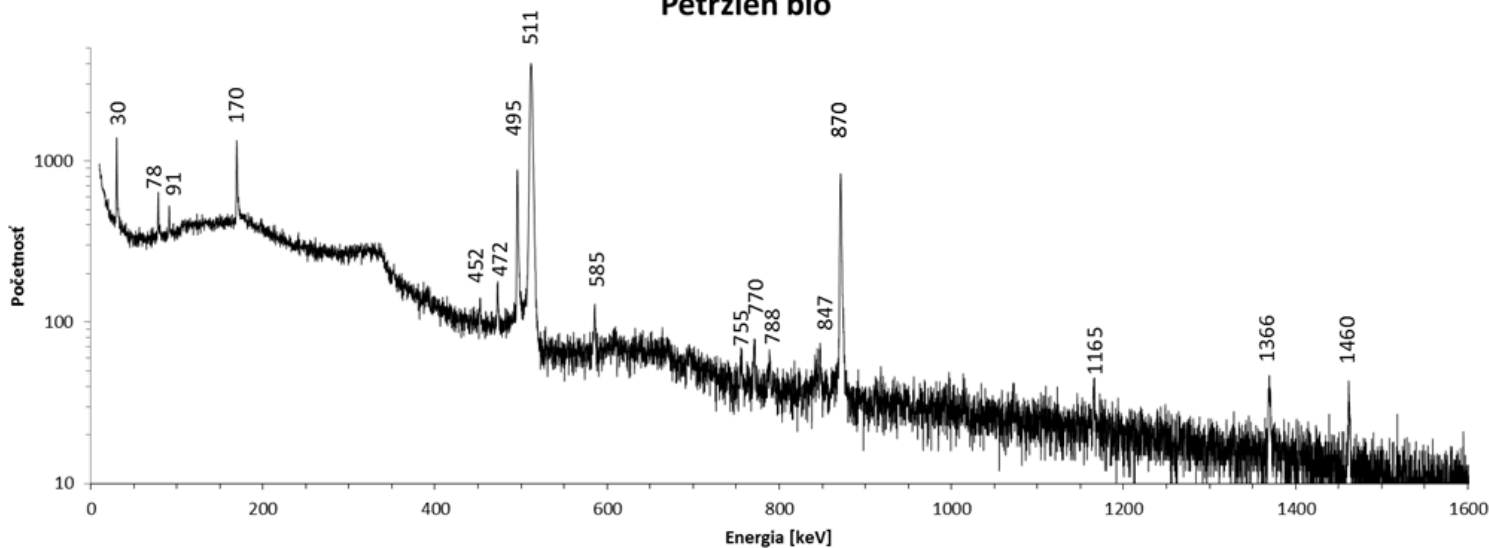
Výsledky PIGE (d)

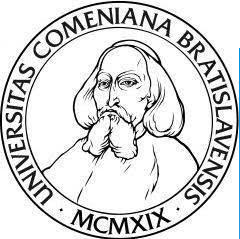


Banán bio

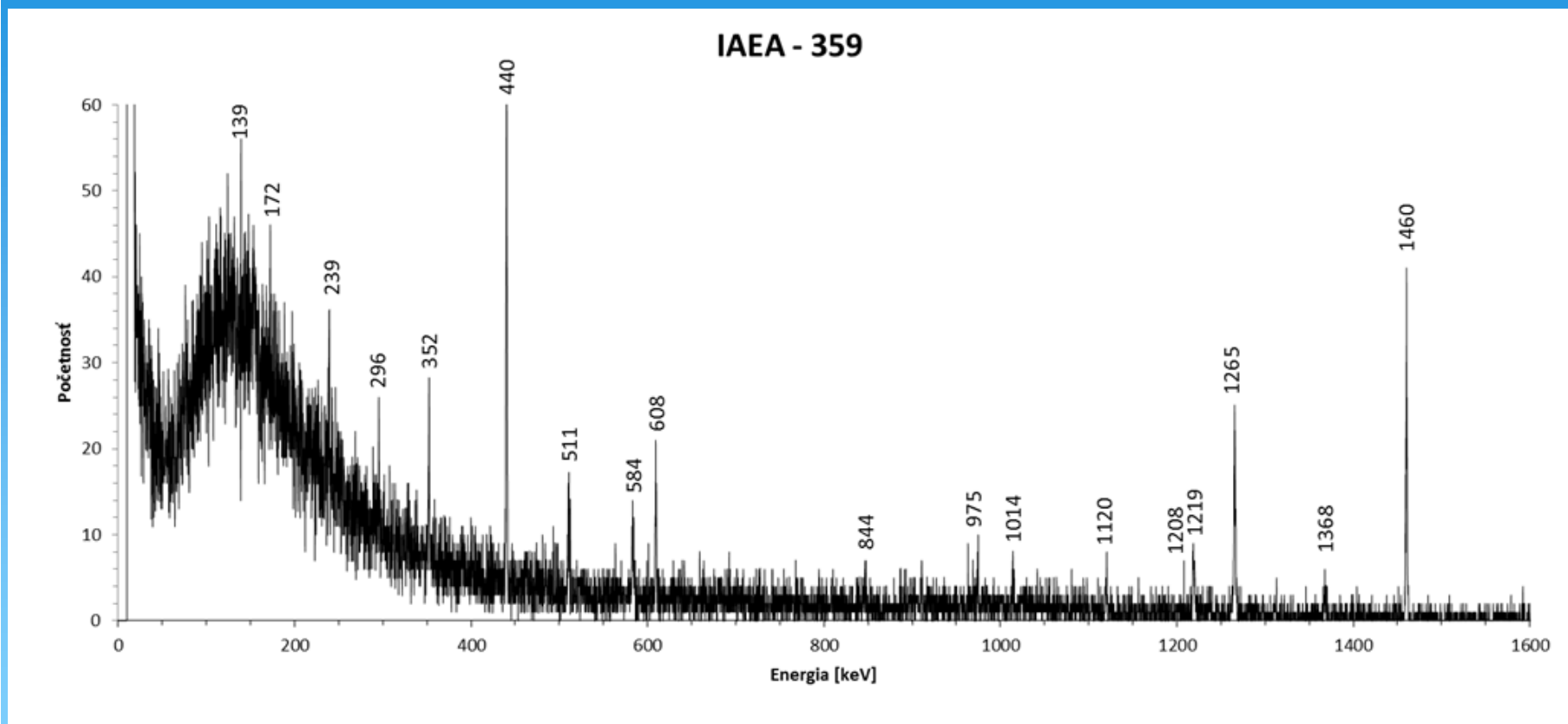


Petržlen bio





Výsledky PIGE (p)





Výsledky PIGE (d, p)



Energia [keV]	Pôvod	Deuteróny				Protóny		
		Banán bio	Fazuľa nebio	Petržlen bio	Kapusta nebio	Energia [keV]	Pôvod	IAEA - 359
30		●	●	●	●	139		●
78		●	●	●	●	172		●
91		●	●	●	●	239		●
170	$^{12}\text{C}(d, p\gamma)^{13}\text{C}$	●	●	●	●	296		●
390		●	●	●	●	352	^{214}Pb	●
452		●	●	●	●	440	$^{24}\text{Na}(p, p'\gamma)^{24}\text{Na}$	●
472	$^{23}\text{Na}(d, p\gamma)^{24}\text{Na}$	●	●	●	●	511	Anihilácia	●
495	$^{16}\text{O}(d, n\gamma)^{17}\text{F}$	●	●	●	●	584	$^{25}\text{Mg}(p, p'\gamma)^{25}\text{Mg}$	●
511	Anihilácia	●	●	●	●	608		●
585	$^{24}\text{Mg}(d, p\gamma)^{25}\text{Mg}$	●	●	●	●	844	$^{27}\text{Al}(p, p'\gamma)^{27}\text{Al}$	●
637		●	●	●	●	975	$^{25}\text{Mg}(p, p'\gamma)^{25}\text{Mg}$	●
682		●	●	●	●	1014	$^{27}\text{Al}(p, p'\gamma)^{27}\text{Al}$	●
755		●	●	●	●	1120	^{214}Bi	●
770	$^{39}\text{K}(d, p\gamma)^{40}\text{K}$	●	●	●	●	1208	^{214}Bi	●
788	$^{35}\text{Cl}(d, p\gamma)^{36}\text{Cl}$	●	●	●	●	1219	$^{34}\text{S}(p, \gamma)^{35}\text{Cl}$	●
841		●	●	●	●		$^{35}\text{Cl}(p, p'\gamma)^{35}\text{Cl}$	
847		●	●	●	●	1266	$^{31}\text{P}(p, p'\gamma)^{31}\text{P}$	●
870	$^{16}\text{O}(d, p\gamma)^{17}\text{O}$	●	●	●	●	1368	$^{27}\text{Al}(p, \alpha\gamma)^{24}\text{Mg}$	●
975	$^{24}\text{Mg}(d, p\gamma)^{25}\text{Mg}$	●	●	●	●	1460	^{40}K	●
1165	$^{35}\text{Cl}(d, p\gamma)^{36}\text{Cl}$	●	●	●	●			
1366	$^{23}\text{Na}(d, n\gamma)^{24}\text{Mg}$	●	●	●	●			
1460	^{40}K	●	●	●	●			

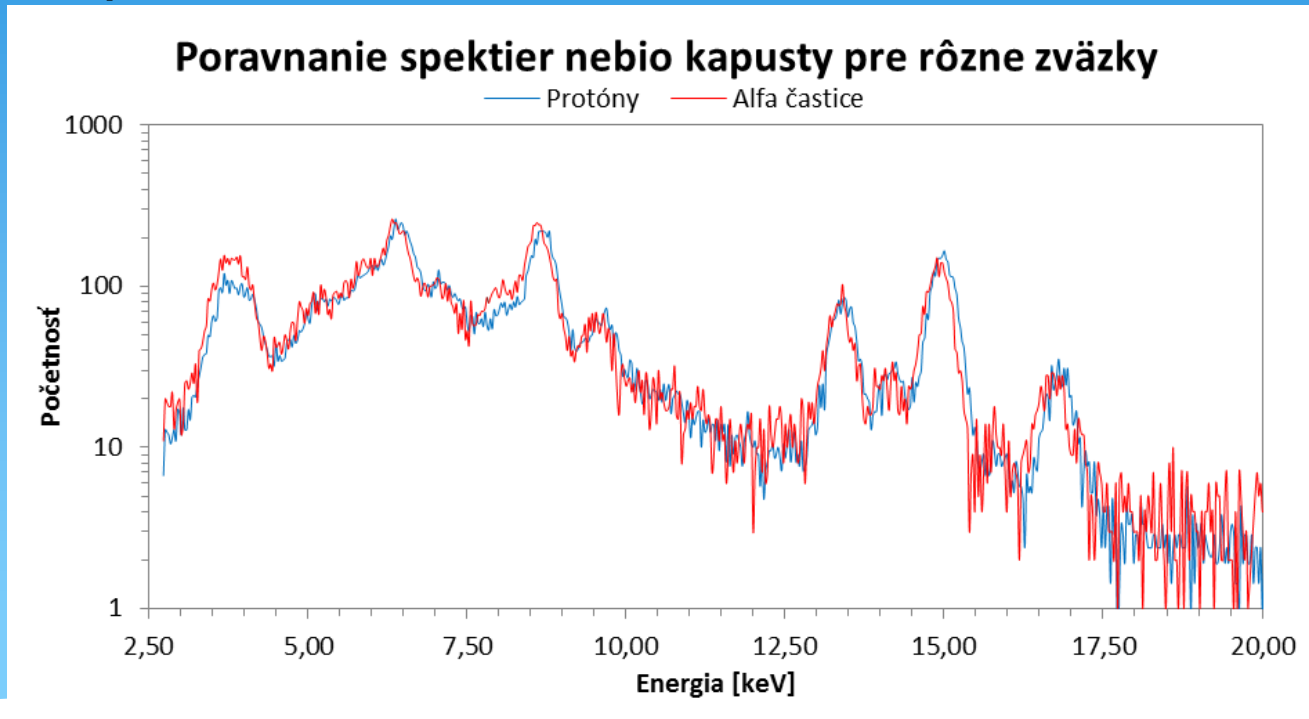


Záver



- Mapovanie poukázalo na výraznú nehomogenitu povrchových koncentráciách hrubých vzoriek.
- Bola navrhnutá a otestovaná metóda na prípravu vzoriek z organických materiálov, ktorá sa pri meraniach ukázala ako perspektívna. Je však potrebné identifikovať zdroj kontaminácie. (HF ?)
- Získané hodnoty nepoukázali na výrazné rozdiely v koncentráciách hľadaných stopových prvkov v potravinách a biopotravinách.
- Využitie deuterónového zväzku pre PIXE analýzu sa ukázalo ako neperspektívne.

- Využitie zväzkov protónov a alfa častíc nevedlo k výraznej zmene spektra.



- Metódou PIGE sa nám podarilo získať prvky informáciu o prítomnosti prvkov “neviditeľných“ pomocou PIXE.

Ďakujem za pozornosť

