

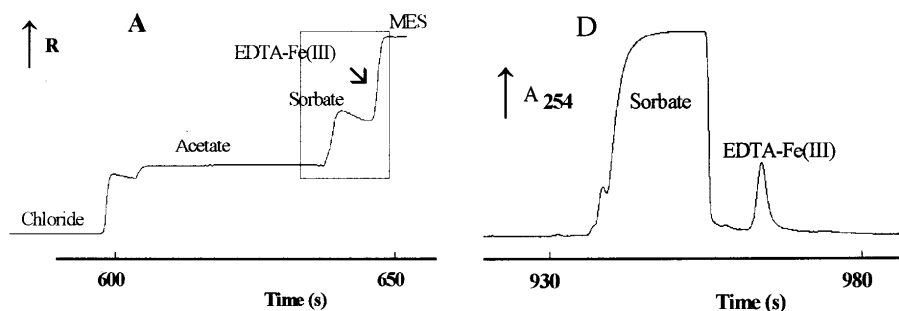
## ITP + CZE

### APLIKAČNÝ LIST č. 19

## STANOVENIE EDTA V MAJONÉZE

#### CHARAKTERISTIKA:

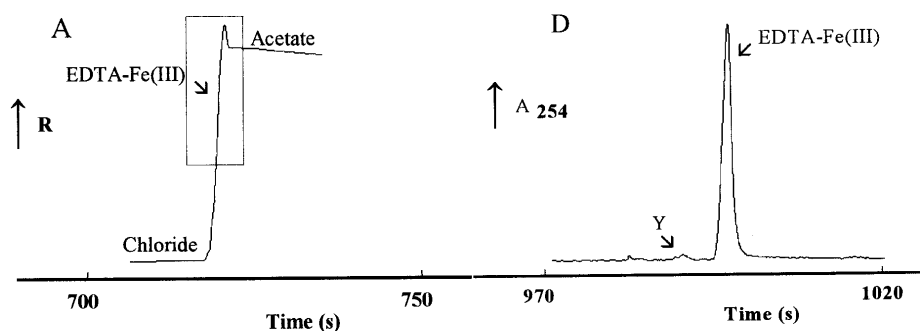
Kvalita a doba použitia majonézy, majonézových omáčok a dressingov sú ovplyvňované najmä oxidačnými zmenami prítomného tuku. Ako účinný antioxidant sa používa EDTA (sodná soľ etyléndiaminotetraoctovej kyseliny), ktorej obsah je však limitovaný (75 mg/kg). Preto je nutné disponovať vhodnou metódou pre stanovenie EDTA. Existuje niekoľko postupov (HPLC, ITP), avšak všetky vyžadujú pomerne náročnú predúpravu vzorky. On-line spojenie kapilárnej izotachofórey a zónovej elektroforézy s využitím UV svetlo absorbujúceho komplexu EDTA-Fe(III) umožňuje stanoviť EDTA v majonéze s minimálnou predúpravou vzorky.



Obr. 1 : Záznam analýzy vzorky majonézy (2g/100ml) v operačnom systéme I.

A - záznam z predseparačnej kolóny, krok ITP  
D – záznam z UV detektor analytickej kolóny, CZE krok  
Obsah EDTA zodpovedá 71 mg/kg

Podmienky: operačný systém I.  
vodiaci elektrolyt :  
10 mM HCl + 20 mM histidín + 0,1% hydroxypropylmethyl celulóza  
zakoňujúci elektrolyt :  
5 mM MES + 2 mM histidín  
nosný elektrolyt  
25 mM MES + 10 mM BTP  
V=30  $\mu$ l; I<sub>1</sub>=250  $\mu$ A; I<sub>2</sub>=150  $\mu$ A; doba analýzy : 15 -20 minút



Obr. 2 : Záznam analýzy vzorky majonézy (2g/100ml) v operačnom systéme II.

A - záznam z predseparačnej kolóny, krok ITP

D – záznam z UV detektor analytickej kolóny, CZE krok

Obsah EDTA zodpovedá 71 mg/kg, Y = neznáma zložka vo vzorke

Podmienky: operačný systém II.  
vodiaci elektrolyt :  
10 mM HCl + 14 mM  $\beta$ -alanín + 0,1% hydroxypropylmethyl celulóza  
zakončujúci elektrolyt :  
5 mM kyselina octová  
nosný elektrolyt  
100 mM kyselina octová + 20 mM  $\beta$ -alanín  
V=30  $\mu$ l;  $I_1$  =250  $\mu$ A;  $I_2$  =150  $\mu$ A; doba analýzy : 15 -20 minút

#### Úprava vzorky:

Do 100 ml odmernej banky navážime 2 g vzorky majonézy, pridáme asi 75 ml vody a 1 ml roztoku železitej soli (10 mM  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 5 mM HCl), dôkladne premiešame a vložíme na 1 minútu do ultrazvuku. Po doplnení po značku a po odstredení (príp. filtrácii) sa filtrát priamo analyzuje.

#### Výsledky :

Výhodou operačného systému I je možnosť stanovenia kyseliny octovej a sorbovej vedľa EDTA. Nevýhodou je zložitejší záznam z UV detektora, čo môže ovplyvniť vyhodnotenie EDTA (viď obr.1). Operačný systém II poskytuje veľmi jednoduchý UV záznam a pre stanovenie EDTA je vhodnejší (viď obr.2)

Závislosť plochy píku EDTA-FE(III) (UV záznam z analytickej kapiláry CZE kroku) na koncentrácií je lineárna v intervale 0,04 až 1 nmol EDTA

Opakovateľnosť metódy vyjadrená ako relatívna smerodatná odchýlka na koncentračnej úrovni 75 mg/l je 2%. Spätňý nález na úrovni 75 mg EDTA/kg je 97%. Detekčný limit je  $5 \cdot 10^{-8}$  mol EDTA/l, čo zodpovedá 3mg/kg vzorky.

#### Literatúra :

1. F. Kvasnička, Miková K.: Determination of EDTA in Mayonnaise by on-line Coupled Capillary Isotachopheresis – Capillary Zone Electrophoresis with Photometric Detection, J.Food Comp. And Anal., 9, 231-242 (1996)

**Prístroje pre izotachoforézu a kapilárnu zónovú elektroforézu vyrába:**  
**Villa Labeco s.r.o., Chrapčiakova 1, 052 01 Spišská Nová Ves**  
**www.villalabeco.sk**