

## Stanovenie organických kyselín v ovocí kapilárnou izotachoforézou

ELENA BUBELÍNIOVÁ — MILAN KOVÁČ

**Súhrn.** V práci sa opisuje metóda kapilárnej izotachoforézy na stanovenie obsahu organických kyselín najčastejšie sa vyskytujúcich v ovocí. Autori uvádzajú nájdené optimálne podmienky prípravy vzoriek, stanovenia vybraných organických kyselín identifikovaných na základe štandardov. Výhodou kapilárnej izotachoforézy je ľahká príprava vzorky, rýchlosť a presnosť stanovenia viacerých kyselín v priebehu jednej analýzy, čo bude možné využiť pri hodnotení kvality ovocia.

Organické kyseliny sa vyskytujú ako prirodzené zložky potravinových materiálov. Nachádzajú sa vo forme voľných kyselín a ich solí alebo sú viazané s inými zlúčeninami. Organické kyseliny v ovocí sú dôležitým ukazovateľom kvality ovocia.

Na stanovenie organických kyselín sa používajú titračné, chromatografické, kolorimetrické a enzymatické metódy. Klasické metódy sú zdĺhavé a pre časovú náročnosť sa nepoužívajú. V ostatných rokoch sa na stanovenie organických kyselín veľmi dobre osvedčila technika kapilárnej izotachoforézy. Táto metóda vyniká vysokou citlivosťou a presnosťou a umožňuje analyzovať vzorky problematcky analyzovateľné plynovou alebo kvapalinovou chromatografiou. Metóda kapilárnej izotachoforézy má viaceré výhody. Na rozdelenie jednotlivých zložiek vo vzorke sa používa veľmi malé množstvo analyzovaného roztoku, pričom sa dosahuje ostrá hranica medzi jednotlivými zónami. Metóda umožňuje úplné oddelenie aj iónov s blízkymi pohyblivosťami, dajú sa analyzovať aj jedovaté a korozívne látky pri laboratórnej teplote. Výhodou je stanovenie viacerých kyselín jednou analýzou, pričom sa dosahuje dobrá reprodukovateľnosť.

Na možnosti využitia kapilárnej izotachoforézy na stanovenie organických kyselín poukázali viacerí autori. Everaerts a spol. [1—4] stanovili organické

---

Elena Bubelíniová, prom. farm., Ing. Milan Kováč, CSc., Výskumný ústav potravinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

kyseliny v čerešňovej šťave a v šťave z citrusových plodov. Kaiser a Hupf [5, 6] stanovili organické kyseliny vo víne a v ovocných šťavách. Rubach a spol. [7] sa zaoberali stanovením konzervačných látok, a to kyseliny benzoovej a sorbovej v limonádach a vo vybraných potravinách. Sledovaním organických kyselín vo vinárskej technológii sa zaoberali Farkaš a Polonský [8].

### Experimentálna časť

Práca sa zameriava na stanovenie organických kyselín v ovocí metódou kapilárnej izotachoforézy, pričom hlavným cieľom bolo dosiahnuť čo najoptimálnejšiu separáciu sledovaných zložiek v závislosti od pH vodiaceho elektrolytu.

Príprava vzorky bola veľmi jednoduchá. Spočívala v získaní šťavy z dužinatej časti ovocia, ktorá sa po prefiltrovaní a zriedení redestilovanou vodou priamo dávkovala do izotachoforetického analyzátoru.

Pracovalo sa na izotachoforetickom analyzátore, ktorý vyrobili vo Výskumnom ústave rádioekológie a využitia jadrovej techniky v Spišskej Novej Vsi. Na separáciu organických kyselín sa použil elektrolytový systém, kde vodiacim elektrolytom bol  $10^{-2}$  mol.l<sup>-1</sup> roztok HCl +  $\beta$ -alanín, pH 3,2 a zakončujúci elektrolyt bol  $5 \cdot 10^{-3}$  mol.l<sup>-1</sup> roztok CH<sub>3</sub>COOH + TRIS, pH 4,0. Ako aditívum sa do vodiaceho elektrolytu pridala hydroxyetylcelulóza koncentrácie 0,2 %. Kyselina chlorovodíková a octová sa prečisťovala izotermickou destiláciou,  $\beta$ -alanín a TRIS rekryštalizáciou v etanole. Množstvo dávkovanej vzorky bolo 30  $\mu$ l, hnací prúd 200 a 40  $\mu$ A.

Na identifikáciu sa použili štandardné roztoky kyseliny vínnej, jablčnej, citrónovej, šťaveľovej a jantárovej, čistoty p. a., koncentrácie  $10^{-2}$  mol.l<sup>-1</sup>.

### Výsledky a diskusia

Pri riešení problému analýzy organických kyselín bolo dôležité uskutočniť výber optimálneho separačného systému tak, aby boli dostatočné rozdiely v hodnotách efektívnych pohyblivostí separovaných zložiek. Identifikácia kyselín a výber optimálneho separačného systému pre izotachoforetické stanovenia bolo potrebné riešiť súčasne, pretože iba systematickou zmenou zloženia separačného systému sa dosiahla separácia stanovovaných zložiek. Najoptimálnejšia separácia hlavných organických kyselín v ovocí bola v elektrolytovom systéme, kde vodiaci elektrolyt mal pH 3,2. Výsledky stanovenia organických kyselín v ovocí zhŕňa tabuľka 1, pričom ide o priemerné hodnoty z piatich stanovení.

Tabuľka 1. Priemerný obsah organických kyselín stanovených metódou kapilárnej izotachoforézy

Table 1. Mean content of organic acids determined by capillary isotachophoresis

Organická kyselina <sup>1</sup> [g.lg <sup>-1</sup> ]	Jabl- ká <sup>7</sup>	Variačný koefi- cient <sup>8</sup> [%]	Hruš- ky <sup>9</sup>	Variačný koefi- cient <sup>8</sup> [%]	Sliv- ky <sup>10</sup>	Variačný koefi- cient <sup>8</sup> [%]	Mar- hule <sup>11</sup>	Variačný koefi- cient <sup>8</sup> [%]
kyselina jablčná <sup>2</sup>	3,70	2,3	1,22	2,5	4,60	2,8	5,80	3,0
kyselina citrónová <sup>3</sup>	1,35	5,1	2,47	4,8	0,01	5,0	4,31	4,7
kyselina šťavelová <sup>4</sup>	0,05	3,0	0,14	2,1	0,09	3,5	0,30	2,6
kyselina vínna <sup>5</sup>	—	—	—	—	0,20	2,2	—	—
kyselina jantárová <sup>6</sup>	—	—	—	—	sto- py <sup>12</sup>	—	sto- py <sup>12</sup>	—

<sup>1</sup>Organic acid; <sup>2</sup>Malic acid; <sup>3</sup>Citric acid; <sup>4</sup>Oxalic acid; <sup>5</sup>Tartaric acid; <sup>6</sup>Succinic acid; <sup>7</sup>Apples; <sup>8</sup>Variation coefficient; <sup>9</sup>Pears; <sup>10</sup>Plumps; <sup>11</sup>Apricots; <sup>12</sup>Traces.

Na záver možno konštatovať, že metóda kapilárnej izotachoforézy na stanovenie organických kyselín v ovocí sa ukázala ako veľmi výhodná z hľadiska jednoduchej prípravy vzorky, dostatočného rozdelenia kyselín, rýchlosti, presnosti analýzy a dobrej reprodukovateľnosti v porovnaní s ostatnými metódami.

Technika kapilárnej izotachoforézy sa osvedčila na stanovenie organických kyselín vo vínach, ovocných šťavách, marmeládach a v ostatných potravinách.

#### Literatúra

1. EVERAERTS, F. M. — VERHEGGEN, Th. P. E. M.: J. Chromatogr., 91, 1974, s. 837.
2. EVERAERTS, F. M. — MULDER, A. J. — VERHEGGEN, Th. P. E. M.: Amer. Lab., 1973, s. 37.
3. EVERAERTS, F. M. — MULDER, A. J. — VERHEGGEN, Th. P. E. M.: Int. Lab., 1974, s. 43.
4. EVERAERTS, F. M. — PROSÉ, P. — VERHEGGEN, Th. P. E. M. Proteides of Biological Fluids. Ed. H. Peeter. Elensford, N.Y., Pergamon Press 1975, s. 721.
5. KAISER, K. P. — HUPF, H.: Dtsch. Lebensm.-Rdsch., 75, 1979, s. 300.
6. KAISER, K. P. — HUPF, H.: Dtsch. Lebens.-Rdsch., 75, 1979, s. 346.
7. RUBACH, K. — BREYER, C. — KIRCHHOFF, E.: Z. Lebensm.-Unters. -Forsch., 170, 1980, s. 99.
8. FARKAŠ, J. — POLONSKÝ, J.: Zborník z konferencie Progresívne metódy vo vinárskej technológii, Vysoké Tatry, 1978.

## Определение органических кислот в фруктах методом капиллярного изотахофореза

### Резюме

В работе описан метод капиллярного изотахофореза для определения содержания органических кислот, чаще всего встречающихся в фруктах. Авторы приводят определенные оптимальные условия приготовления образцов, определения избранных органических кислот, идентифицированных на основе стандартов. Преимуществом капиллярного изотахофореза является легкое приготовление образцов, скорость и точность определения многих кислот в течение одного анализа, что можно будет использовать при оценке качества фруктов.

## Determination of organic acids in fruits by capillary isotachopheresis

### Summary

The paper deals with the method of capillary isotachopheresis for the determination of the content of organic acids that are most frequent in fruits. The authors make us familiar with the optimal conditions they have found to prepare the samples and determine some selected organic acids identified by using standards. The capillary isotachopheresis has the following advantages: the sample is easy to prepare, and it makes it possible that more acids can be determined promptly and exactly within one analysis which favours the evaluation of the quality of fruits.