

Stanovenie dusičnanov v zelenine

JOLANA KAROVIČOVÁ—JOZEF POLONSKÝ—MILAN DRDÁK

Súhrn. Študovala sa možnosť použiť rôzne analytické metódy na stanovenie dusičnanov a preskúmala sa vhodnosť použiť kapilárnu izotachoforézu, najmä elektrolytický systém aplikovaný a odporúčaný na analýzu povrchových a pitných vôd. Daný systém sme preskúmali na modelových vzorkách a vzorkách rozličných druhov zeleniny.

Dusičnanom venujú zvýšenú pozornosť nielen zdravotníci, najmä hygienici, ale aj poľnohospodári, potravinári a do istej miery aj spotrebitelia, pretože dusičnany zhoršujú technologickú i hygienickú hodnotu produktov a komplikujú i pozberové spracovanie a uskladňovanie. Dusičnany sa do našej stravy dostávajú z niekoľkých zdrojov; sú prirodzenou zložkou životného prostredia a vo zvýšených koncentráciách sa v dôsledku intenzifikácie poľnohospodárskej výroby vyskytujú v pôde a z nej prechádzajú do vody a do rastlín. Pri spracovaní niektorých živočíšnych surovín v potravinárskom priemysle sa dusičnany a dusitany pridávajú ako aditíva. Vysoká koncentrácia dusičnanov obsiahnutých v zelenine je z nutričného hľadiska zdraviu škodlivou zložkou. Obsah dusičnanov podmieňujú viaceré vnútorné i vonkajšie faktory. Následky vyplývajúce z výskytu dusičnanov v zelenine určujú potrebnú kontrolu obsahu dusičnanov aj v iných poľnohospodárskych surovinách a v potravinárskych výrobkoch. Kontrola dusičnanov vyžaduje jednoduché, rýchle a dostatočne spoľahlivé metódy stanovenia, pri ktorých hranica detekcie závisí od použitej metodiky [1, 2].

Stanovenie dusičnanov sa môže robiť rozličnými analytickými metódami, a to najmä spektrofotometrickými a potenciometrickými. Dusičnany možno stanoviť aj využitím polarografie, atómovej absorpčnej spektrofotometrie, plynovej chromatografie, vysokotlakovej kvapalinovej chromatografie, o ktorých

Ing. Jolana Karovičová, CSc., Doc. Ing. Milan Drdák, CSc., Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín, Doc. Ing. Jozef Polonský, CSc., Katedra analytickej chémie, Chemickotechnologická fakulta STU, Radlinského 9, 812 37 Bratislava.

podrobnejšie referujú práce [2—9]. Vyhlásené boli jednotné laboratórne vyšetrovacie metódy [10]; kolorimetrické stanovenie dusičnanov 3,4-xylenolom ako štandardná metóda, kolorimetrické stanovenie dusitanov kyselinou sulfamickou a alfa-naftylamínom ako štandardná metóda, stanovenie dusičnanov iónovoselektívnou elektródou (ISE) ako rutinná orientačná metóda.

Pri stanovení dusičnanov sme preskúšali možnosť použiť kapilárnu izotachoforézu (ITP). V práci [11] uvádzame aj vhodnosť použitia ITP pred odporúčanou štandardnou metódou stanovenia dusičnanov 3,4-xylenolom.

Materiál a metódy

Na analýzu sa použili vzorky čerstvej zeleniny (apríl, máj) i zeleniny skladovanej (úroda v jesenných mesiacoch, zelenina skladovaná a analyzovaná v jar-ných mesiacoch), kúpené v štátnom obchode i v tržnici.

Úprava vzorky: 100 g vzorky sme zhomogenizovali s 1 alebo 2 dielmi redesti-lovanej vody, po 10 minútach sme vzorku prefiltrovali a získaný filtrát sme vhodne nariedili (1, 2, 3, 5, 8, 10 ml do 25 ml, resp. 50 ml).

Merania sa robili izotachoforetickým analyzátorom technikou spájania ko-lón (ÚRVJT, závod Spišská N. Ves), s dvojkanálovým zapisovačom TZ 4200 (Laboratorní přístroje, k. p., Praha). Vzorky sme analyzovali pri hnacom prúde 200 μA v predseparačnej kolóne a 40 μA v analytickej kolóne za použitia vodivostného detektora.

Zriedené vzorky sme do izotachoforetickej kolóny dávkovali pomocou dáv-kovacieho kohúta príslušného zariadenia. Čas analýzy bol 25—35 min a zlože-nie použitého elektrolytického systému bolo:

vodiaci elektrolyt; HCl (mol.l ⁻¹)	8 . 10 ⁻³
protiión (mol.l ⁻¹)	3,5 . 10 ⁻³ β -alanín
	3 . 10 ⁻³ bis-tris propán
pH	3,55; aditívum 0,1 % MHEC
zakončujúci elektrolyt;	
kyselina citrónová (mol.l ⁻¹)	5 . 10 ⁻³

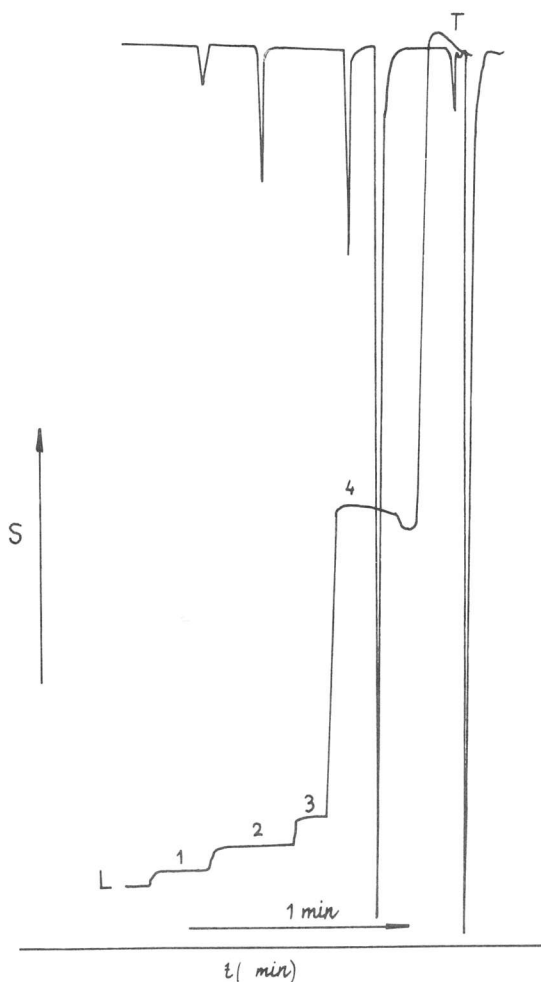
Výsledky a diskusia

Vhodne nariedené vzorky sme merali použitím rovnakého vodiaceho a za-končujúceho elektrolytu v predseparačnej a analytickej kolóne. V niektorých vzorkách s vysokým obsahom dusičnanov nebolo potrebné namerať a vyhod-

notiť záznam až z analytickej kolóny, vyhovoval a stačil záznam z predseparačnej kolóny, a v tom prípade sme získali výsledok analýzy oveľa rýchlejšie. Čas analýzy sa skrátil asi o 10 min.

Predúpravu vzoriek možno optimalizovať tak, že sa odstránia makrokomponenty (chloridy a sírany) vyzrážaním, čo však môže mať aj nepriaznivý vplyv, pretože nie je možné ich prípadné stanovenie, alebo môže nastať kontaminácia vzorky [12].

Pri týchto podmienkach môžeme však vo vzorkách stanoviť aj dusitany, fosforečnany a sírany, ako vidieť na obr. 1. Na základe zistenia prítomnosti



Obr. 1. Izotachoforetický záznam modelovej zmesi. 1 — NO_3^- , 2 — SO_4^{2-} , 3 — NO_2^- , 4 — PO_4^{3-} .
Fig. 1. Isotachophoretic record of model mixture. 1 — NO_3^- , 2 — SO_4^{2-} , 3 — NO_2^- , 4 — PO_4^{3-} .

dusičnanov sa urobila kvantitatívna analýza metódou analytickej kalibračnej čiary. V uvedenom operačnom systéme sa merali kalibračné čiary pre dusičnany i dusitany. Tieto sme štatisticky zhodnotili lineárnou regresiou. Parametre kalibračnej čiary pre dusičnany sú: $a = 0,058171$, $b = 1,734120$, $r = 0,9993$ (a = úsek na osi y (mm), b = smernica v mm/mmol, r — korelačný koeficient). Tabuľka 1 uvádza namerané hodnoty dusičnanov pomocou kapilárnej izota-choforézy vo vzorkách nová uhorka, cibuľka s vňaťou, nové zemiaky, redkovka, červená repa, mrkva, cesnak, petržlen, cibuľa. Uvedené hodnoty sú priemerné hodnoty z piatich stanovení. Pri stanovení dusičnanov v meraných vzorkách sa zistila chyba merania 2,1 %.

Tabuľka 1. Dusičnany v zelenine
Table 1. Nitrates in vegetables

Vzorka ¹	² Interval min. a max. stanovennej hodnoty NO ₃ ⁻ [mg. kg ⁻¹]
nová uhorka ³	231—256
cibuľka s vňaťou ⁴	133—350
nové zemiaky ⁵	130—160
redkovka ⁶	2050—2500
červená repa ⁷	2393—2454
mrkva ⁸	1721—2067
cesnak ⁹	304—335
petržlen ¹⁰	222—585
cibuľka ¹¹	120—200

1 — Sample, 2 — Interval including min. and max. NO₃⁻ values, 3 — Fresh cucumber, 4 — Onion green, 5 — New potatoes, 6 — Raddish, 7 — Red beet, 8 — Carrot, 9 — Garlic, 10 — Parsley, 11 — Onion bulb.

Vzhľadom na to, že uvedeným operačným systémom bolo možné stanoviť dusičnany vo vzorkách po ich úprave, potvrdila sa vhodnosť kapilárnej izota-choforézy aj v tejto problematike. Metóda je pomerne rýchla a poskytuje spoľahlivé výsledky.

Literatúra

1. PRUGÁR, J. — PRUGÁROVÁ, A.: Dusičnany v zelenine. Bratislava, Príroda 1985. 150 s.
2. PRUGÁROVÁ, A., Rostl. Výroba, 31, 1985, č. 11, s. 1143.
3. COOKE, M., J. High Resol. Chromatogr. and Chromatogr. Commun., 1983, č. 6, s. 383.
4. KATHAN, J. G., Gemüse, 118, 1982, č. 12, s. 405.
5. NAKAMURA, M., Microchim. Acta, 1983, č. 1—2, s. 69.
6. MILLIES, K. D. a kol., Mitt. Klostern. Rebe Wein, 36, 1986, č. 6, s. 264.

7. KÜCKE, M.: Erfahrungen mit der mikrobiologischen Nitratbestimmung in Pflanzenextrakten, Boden und Wasser. VDLUFA-Kongress, Karlsruhe 1984.
8. JACKSON, P. E. a kol., J. Chromatogr., 295, 1984, s. 471.
9. TATEO, F. a kol., Ind. Conserve, 57, 1982, č. 8, s. 283.
10. MALÍK, J., Výživa Zdravie, 32, 1987, č. 3, s. 57.
11. KAROVIČOVÁ, J. a kol., In: VIII. Laboralim 90, Bratislava SSPLPV SAV 1990.
12. PAVLAS, P.—ZELENSKÝ, I., In: Izotachoforetické dni 1989, s. 64.

Do redakcie došlo 20. 7. 1990

Определение нитратов в овощах

Резюме

Для определения нитратов была изучена возможность применения разных аналитических методов и испытана подходящность применения капиллярной изотакхофорезы и главным образом электролитической системы примененной и рекомендованной для анализа поверхностной и питьевой воды. Эта система была применена на разных модельных пробах и пробах разных сортов овощей.

Determination of nitrates in vegetables

Summary

Possibility of utilization of different analytical methods for the determination of nitrates was studied. The capillary isotachophoresis and, especially, an electrolytic system have been shown to be suitable for the analyses of both surface water and tap water. That system was tested with model samples, as well as with samples of various sorts of vegetables.