

Stanovenie fosforečnanov a citranov v syroch kapilárnou izotachoforézou

ELENA BUBELÍNIOVÁ – MILAN SUHAJ – MILAN KOVÁČ

Súhrn. Vypracovala sa metóda kapilárnej izotachoforézy na stanovenie celkových fosforečnanov a citranov v syroch. Výsledky stanovení fosforečnanov a citranov v syroch kapilárnou izotachoforézou sa porovnávali so spektrofotometrickou metódou. Zistilo sa, že kapilárna izotachoforéza je rýchla, dostatočne presná a objektívnejšia ako spektrofotometria.

Fosforečnany a citrany sú súčasťou taviacich solí, ktoré sa pridávajú do topených syrov ako prídavné látky pred tavením syroviny. V ČSFR sa používajú soli CIFO, ktoré slúžia na úpravu pH syroviny. Ukázalo sa, že podmienkou správneho tavenia je prídavok 2–3 % taviacich solí do syroviny [1–3]. Bolo stanovené najvyššie prípustné množstvo fosforečnanov v syroch [4], ktoré sa kontroluje. Vyskytli sa však aj prípady prekročenia viac ako 8 % prípadov, pričom za hraničnú hodnotu sa považuje 15 g.kg⁻¹ [5].

Na stanovenie fosforečnanov a citranov sa používajú klasické metódy, napr. gravimetrické stanovenie celkového fosforu, spektrofotometrické stanovenie fosforu ako molybdénovej modrej [6] a gravimetrické stanovenie kyseliny citrónovej [7]. Tieto metódy sú však často prácne a zdĺhavé.

Cieľom našej práce bolo vypracovať metódu na stanovenie celkových fosforečnanov a citranov v syroch. Aplikovali sme metódu kapilárnej izotachoforézy, ktorá sa ako moderná rýchla separačná technika osvedčila na stanovenie ionogénnych látok v potravinách [8–10].

Materiál a metódy

Fosforečnany a citrany sme stanovovali v tvrdých syroch, v ktorých sa nachádzajú ako prirodzené zložky materiálu, a v topených syroch, kde sú zložkou prídavných taviacich solí. Všetky vzorky sme na analýzu odoberali z obchodnej siete v rôznom časovom období.

Príprava vzoriek na analýzu. Vzorku čerstvého syra (3,0 g) sme vysušili do konštantného úbytku hmotnosti pri 105 °C. V sušine sme stanovili obsah tukov štandardným extrakčným postupom. Zvyšok vzorky sme rozpustili v zmesi metanol–voda (1:3) a touto zmesou sme doplnili objem na 50 ml. Vzorku sme prefiltrovali, filtrát zriedili redestilovanou vodou v pomere 1:50 a dávkovali do izotachoforetického analyzátora.

Podmienky stanovenia. Izotachoforetický analyzátor ZKI 001, výrobca ÚRVJT, Spišská Nová Ves.

Elektrolytový systém. Vodiaci elektrolyt – 0,01 mol.l⁻¹ HCl, 0,0183 mol.l⁻¹, kyselina 6-aminokaprónová, 0,1 % MHEC; zakončujúci elektrolyt – 0,005 mol.l⁻¹ kyselina kaprónová, 0,005 mol.l⁻¹ histidín; hnací prúd v predseparačnej kapiláre 250 µA; hnací prúd v analytickej kapiláre 50 µA.

Fosforečnany v syroch sme stanovili aj pomocou porovnávacej spektrofotometrickej metódy. Postupovali sme metódou stanovenia fosforu fotometricky po reakcii na molybdénovú modrú [6]. Stanovenie fosforu predchádzalo spolpolnenie vzoriek pri 55 °C. Absorbancia reakčného produktu sa merala pri 610 nm, spektrálnej šírke štrbiny 0 cm⁻¹, integračnom čase 1 s a zosilnení 1 na spektrofotometri Specord M 40 (Carl Zeiss Jena, NDR).

Výsledky a diskusia

Výsledky stanovenia fosforečnanov a citranov v syroch kapilárnou izotachoforézou uvádzame v tab. 1. V tab. 2 porovnávame obsah fosforečnanov zistených spektrofotometricky a izotachoforézou. Hodnoty uvádzané v tabuľkách sa vzťahujú na pôvodné čerstvé syry. Z tab. 1 vyplýva, že prirodzený obsah sledovaných fosforečnanov vo vybraných netavených syroch sa pohybuje na úrovni 0,86–1,9 g.kg⁻¹ čerstvého syra. V topených syroch Lunex, Delikates, Favorit a Syrokrém bol priemerný obsah fosforečnanov v rozsahu 7,6–11,5 g.kg⁻¹, výťažnosť stanovenia 91,3–98,2 %. Obsah citranov v topených syroch bol 4,6–10,1 g.kg⁻¹, čo je v súlade s technologickým prídavkom. Výťažnosť stanovenia bola 96,4–98,0 %. V maďarskom syre Macko sme ob-

T a b u l k a 1. Stanovenie fosforečnanov a citranov v syroch kapilárnou izotachoforézou
T a b l e 1. Determination of phosphates and citrates in cheeses by capillary isotachopheresis

Vzorka ¹	Druh ²	Obsah fosforečnanov ³ [g.kg ⁻¹]	Výťažnosť ⁴ [%]	s _x	Obsah citránov ⁵ [g.kg ⁻¹]	Výťažnosť ⁴ [%]	s _y
Topené syry ⁶ 1	LUNEX ON 57 1301	8,1	98,2	0,453	4,6	97,3	0,214
2	FAVORIT ON 57 1301	7,6	97,6	0,154	10,1	96,4	0,413
3	DELIKATES ON 57 1201	11,5	97,8	0,254	6,4	97,9	0,416
4	SYROKRÉM ON 57 1301	9,3	98,7	0,055	5,9	98,0	0,273
5	MACKO	10,8	96,2	0,192			
Tvrdé syry ⁷ 6	EIDAM	1,9	91,3	0,141			
7	MORAVSKÝ BOCHNÍK	0,8	95,2	0,064			

1 – Sample, 2 – Type, 3 – Phosphate content, 4 – Recovery, 5 – Citrate content, 6 – Molten cheeses, 7 – Hard cheeses.

T a b u l k a 2. Stanovenie fosforečnanov v syroch kapilárnou izotachoforézou a spektrofotometricky

T a b l e 2. Comparative determination of phosphates in cheeses by capillary isotachopheresis and spectrophotometrically

Vzorka ¹	Druh ²	Obsah PO ₄ ³⁻ (spektrofotometricky) ³ [g.kg ⁻¹]	s _{rel} [%]	Obsah PO ₄ ³⁻ (kap. izotachoforézou) ⁴ [g.kg ⁻¹]	s _{rel} [%]
1	EIDAM	0,891	2,51	0,893	3,03
2		0,729	0,95	0,766	2,02
3	MORAVSKÝ BOCHNÍK	0,349	4,21	0,503	1,59
4		0,499	2,36	0,504	1,88
5	LUNEX	6,740	1,85	9,75	0,81
6		6,501	2,36	9,67	0,25

¹ – Sample, ² – Type, ³ – PO₄³⁻ content (spectrophotometrically), ⁴ – PO₄³⁻ content (cap. isotachopheresis).

sah citranov nezistili, keďže taviace soli vyrábané v MLR neobsahujú citrany, resp. kyselinu citrónovú [2]. Prirodzený obsah citranov v netopených syroch sme nezistili.

V tab. 2 porovnávame celkový obsah fosforečnanov v syroch stanovený kapilárnou izotachoforézou a spektrofotometricky. Z uvedených údajov vidieť, že v prípade tvrdých syrov dávajú obidve metódy porovnateľné výsledky. Fotometrickou metódou sa v topených syroch zistil nižší obsah fosforečnanov ako kapilárnou izotachoforézou, pretože fosforečnany dávajú podľa uvedeného postupu pri rovnakej koncentrácii PO₄³⁻ rôznu výťažnosť fotometrického stanovenia. Zistené hodnoty fosforečnanov v topených syroch nepresahujú najvyššie prípustné množstvo [4].

Vypracovaná analytická metóda na stanovenie fosforečnanov a citranov dáva dostatočne presné a reprodukovateľné výsledky. Kapilárna izotachoforéza umožňuje stanoviť sledované látky nielen v syroch, ale aj v iných potravinárskych výrobkoch, v ktorých sa obsah týchto zložiek má kontrolovať.

Literatúra

1. Taviací soli pro sýry, ČSN 68 2000, Prům. Potr., 8, 1984, s. 35.
2. PIJANOWSKI, E.: Základy chémie a technológie mliekárstva. 2 zv. Bratislava, Príroda 1978.
3. Taviací soli pro sýry, ČSN 68 2000. Praha, Ústav pro normalizaci a měření 1983.
4. SZOKOLAY, A.: Posudzovanie cudzorodých látok v požívatínach z hľadiska racionálnej výživy, Bratislava, SSRV 1981.

5. PAPAJOVÁ, J.: Mliekárstvo, Bull. pre internú potrebu pracovníkov mliek. priemyslu, 19, 1988, s. 1.
6. PRÍBELA, A.: Analýza prírodných látok v požívatinách. Bratislava, Alfa 1978.
7. DAVÍDEK, J.: Laboratorní příručka analýzy potravin. Praha, SNTL 1981.
8. EVERAETS, F. M. – BECKERS, J. L. – VERHEGGEN, Th. P. E. M.: Isotachophoresis – Theory, Instrumentation and Applications. Amsterdam, ESPC 1976.
9. OFFIZORZ, P. – KRÜGER, E. – RUBACH, K., Monatsschr. Brauwiss., 4, 1984, s. 168.
10. BOČEK, P. – DEML, M. – GEBAUER, P. – DOLNÍK, V.: Analytical Isotachophoresis. Weinheim–Basel–Cambridge–New York, Verlag Chemie 1988.

Do redakcie došlo 27. 9. 1989

Определение фосфатов и цитратов в сырах методом капиллярного изотахофореза

Резюме

Был разработан метод капиллярного изотахофореза для определения общих фосфатов и цитратов в сырах. Результаты определений фосфатов и цитратов в сырах методом капиллярного изотахофореза были сравнены с спектрофотометрическим методом. На основе определённых результатов можно сказать, что метод капиллярного изотахофореза является скорым и достаточно точным методом для определения фосфатов и цитратов в сырах и более объективный чем спектрофотометрический метод.

Determination of phosphates and citrates in cheese by capillary isotachophoresis

Summary

A method of capillary isotachphoresis has been worked out for the determination of total phosphates and citrates in cheese. The results of the analyses of phosphates and citrates in cheese by the capillary isotachphoresis method were confirmed with those obtained by a spectrophotometric method. On the basis of the obtained results it can be stated that the capillary isotachphoresis method is fast and sufficiently precise for the said analyses. It is also more objective than the spectrophotometric method.