

Oznaczanie kationów w produktach spożywczych

Instrukcja opracowana w Katedrze Chemii Środowiska

1. Wstęp

Wśród ważnych, pełniących w przyrodzie wiele funkcji makroelementów można wyróżnić sód i potas. Sód jest bardzo powszechnym w przyrodzie pierwiastkiem, a w organizmie człowieka pełni wiele kluczowych funkcji, szczególnie w kontekście regulacji gospodarki wodnej, natomiast zaburzenia jego stężenia mogą prowadzić do wielu poważnych problemów. Oprócz utrzymywania równowagi osmotycznej organizmu w płynach ustrojowych, czyli regulacji objętości wody w organizmie, a przy tym ochrony przed odwodnieniem, wśród zadań tego pierwiastka możemy wyróżnić utrzymywanie równowagi kwasowo-zasadowej (wspólnie z potasem i chlorem), udział w przewodzeniu impulsów nerwowych, a razem z potasem powodując różnicę stężeń po dwóch stronach błony komórkowej, umożliwia przenoszenie impulsów oraz uczestniczy w transporcie glukozy i aminokwasów przez błony komórkowe. Zbyt niski poziom sodu w organizmie nazywany jest hiponatremią, natomiast zbyt wysoki hipernatremią. Współcześnie częściej jesteśmy narażeni na hipernatremię, ze względu na zbyt duże spożycie soli wraz z produktami spożywczymi.

Obok sodu za prawidłową gospodarkę wodno-elektrolitową i kwasowo-zasadową organizmu odpowiada również jon potasowy. Potas jest jednym z trzech najważniejszych minerałów dla naszego organizmu, jest też niezbędny dla prawidłowej pracy serca i zapobiega obrzękom. O braku tego pierwiastka w organizmie mogą też świadczyć skurcze mięśni nóg występujące podczas wysiłku i upałów oraz podenerwowanie lub zmęczenie. Potas występuje we wszystkich produktach z wyjątkiem tłuszczów i cukrów, natomiast największa jego zawartość znajduje się w suszonych owocach, a także w awokado i bananach.

Doskonałym narzędziem do oznaczania opisanych makroskładników w produktach spożywczych jest kapilarna elektroforeza strefowa. Typowym detektorem używanym w przypadku tej techniki jest detektor UV-Vis. Kationy jednak nie absorbują promieniowania z tego zakresu. Rozwiązaniem tego problemu okazuje się być zastosowanie pośredniej detekcji spektrofotometrycznej, która wykorzystywana jest w przypadku oznaczania analitów, które nie wykazują absorpcji promieniowania w zakresie UV-Vis. Taki rodzaj detekcji polega na tym, że do elektrolitu podstawowego dodaje się związek, który silnie pochłania promieniowanie.

2. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest sporządzenie krzywych kalibracyjnych dla kationów sodu i potasu oraz analiza ilościowa produktów spożywczych (woda, wino, napój izotoniczny oraz nalewka) za pomocą kapilarnej elektroforezy strefowej z detekcją UV-Vis.

3. Odczynniki i aparatura

- aparat do elektroforezy kapilarnej HP^{3D}CE z detektorem DAD,
- pipety automatyczne,
- probówki polipropylenowe o pojemności 1,5 ml,
- 15 mM 4-aminopirydyna o pH 5,8,
- roztwory standardowe chlorku sodu o stężeniach: 0,04; 0,08; 0,15; 0,25; 0,4 μmol/ml,
- roztwory standardowe chlorku potasu o stężeniach: 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0 μmol/ml,
- woda mineralna, wino, napój izotoniczny, nalewka,
- woda dejonizowana.

4. Wymagane środki ostrożności:

- ✓ W trakcie wykonywania ćwiczenia student powinien nosić odzież ochronną.
- ✓ Roztworów nie należy wdychać i pipetować ustami.
- ✓ Identyfikacja zagrożeń (Klasyfikacja zgodnie z dyrektywami UE 67/548/EWG lub 1999/45/WE):
4-aminopirydyna: - T+ Produkt bardzo toksyczny R28, Xi Produkt drażniący; R36/38.
- ✓ Pierwsza pomoc:
 - w razie kontaktu ze skórą: spłukać dużą ilością wody z mydłem.
 - w razie kontaktu z oczami: przepłukać dużą ilością wody, przy szeroko otwartej powiece.
 - w przypadku wystąpienia podrażnień skontaktować się z lekarzem.w przypadku połknięcia NIE prowokować wymiotów. Nieprzytomnej osobie nigdy nie podawać nic doustnie. Wypłukać usta wodą. Zasięgnąć porady medycznej.

5. Wykonanie ćwiczenia:

1. Sporządzenie krzywej kalibracyjnej:

Wykonać krzywe kalibracyjne dla NaCl oraz KCl. W tym celu poddać analizie elektroforetycznej roztwory standardowe NaCl o stężeniach: 0,04; 0,08; 0,15; 0,25; 0,4 $\mu\text{mol/ml}$ oraz KCl o stężeniach: 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0 $\mu\text{mol/ml}$, wykorzystując zoptymalizowane warunki elektroforetyczne:

- kapilara krzemionkowa o wymiarach 64,5 cm \times 75 μm ,
- 15 mM 4-aminopirydyna o pH 5,8,
- hydrodynamiczne wprowadzenie próbki poprzez przyłożenie ciśnienia 25 mbar przez 20 sekund,
- przykładane napięcie w celu rozdzielania 30 kV,
- temperatura kapilary 25°C,
- analityczna długość fali podczas detekcji 240 nm.

Z otrzymanych elektroforegramów odczytać wysokości i pola powierzchni sygnałów analitycznych (pików).

2. Przygotowanie próbek produktów spożywczych:

W probówkach polipropylenowych wino rozcieńczyć dziesięciokrotnie, napój izotoniczny stukrotnie, a nalewkę czterystukrotnie, natomiast próbkę wody mineralnej odgazować na łaźni ultradźwiękowej, po czym rozcieńczyć dwustukrotnie. Tak przygotowane próbki poddać analizie elektroforetycznej w wyżej opisanych warunkach. Odczytać wysokości i pola powierzchni otrzymanych pików.

6. Opracowanie wyników

a) Metodą najmniejszych kwadratów wykreślić krzywe kalibracyjne, wyznaczyć ich równania oraz współczynniki korelacji R^2 .

b) Wyliczyć dokładność (wyrażoną odzyskiem) dla poszczególnych stężeń krzywej kalibracyjnej.

c) Oznaczyć zawartość kationów sodu oraz potasu w próbkach produktów spożywczych.

d) Skomentować uzyskane wyniki.

Literatura:

1. "Techniki elektromigracyjne - teoria i praktyka" [Red.] Buszewski B., Dziubakiewicz E., Szumski M., Wydawnictwo Malamut, Warszawa 2012, ISBN 978-83-925269-9-5.
2. W.B. Farquhar, D.G. Edwards, C.T. Jurkowitz, W.S. Weintraub, Dietary Sodium and Health: More Than Just Blood Pressure, *Journal of the American College of Cardiology*, 65 (2015) 1042–1050.
3. C.M. Weaver, Potassium and health, *Advances in Nutrition*, 4 (2013) 368–377.