

Gıda Analizlerinde Yeni bir Analitik Yöntem: Kapiler Elektroferez

F. Bedia Erim Berker

İ.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya bölümü, 34469, Maslak, İstanbul
erim@itu.edu.tr

Özet

Kapiler Elektroferez son yıllarda gıda analizlerinde gıda kimyasal bileşenlerinin tayini, kalite kontrolü ve güvenilirliği analizlerinde hızla yaygınlaşan bir analitik tekniktir. Bu çalışmada laboratuvarımızda çeşitli gıda maddeleri için geliştirdiğimiz kapiler elektroforetik teknikler sunulacaktır. Geliştirdiğimiz yöntemler, ada çayı poşetlerinin içerdiği antioksidan maddelerin tayini ya da işlenmiş et ürünlerinde nitrit ve nitrat gibi kanserojen etkisi olan bileşenlerin tayini gibi sağlık açısından önem taşıyan bileşenlerden, meyve suyu ve şarap örneklerinin anyon tayinleri, tereyağı ve margarinlerde doymuş yağ asitleri ve meyve sularında karbonhidrat tayinleri gibi gıda bileşenlerinin miktar tayinini amaçlayan tekniklere kadar geniş bir alanı kapsamaktadır.

Anahtar kelimeler: Kapiler elektroferez, misel elektrokinetik kromatografi, gıda, analiz

Giriş

Kapiler Elektroferez (CE), pek çok uygulama alanında güçlü bir analitik teknik olarak yaygınlaşmaktadır. Gıda analizlerinde tekniğin diğer kromatografik yöntemlere göre avantajı, basitliği, hızı ve ayırma etkinliğidir. Özellikle kompleks yapıda matriks içeren gıda örneklerinde kolaylıkla temizlenebilen ve kromatografik kolonlara göre çok ucuz olan silika kapilere, örnek ön hazırlama işlemi gerektirmeden doğrudan injeksiyon yapılabilme avantajı analiz süresini ve kimyasal tüketimini önemli ölçüde azaltmaktadır.

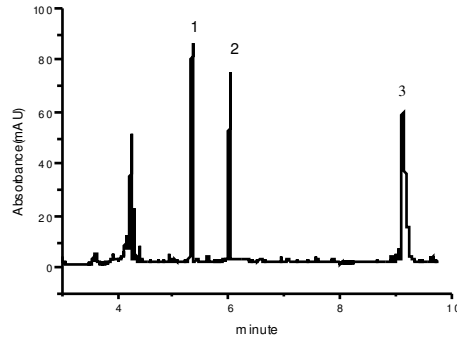
Bu çalışmanın amacı, bir süredir laboratuvarımızda geliştirdiğimiz gıda örneklerine yönelik kapiler elektroforetik yöntemleri tanıtmaktır.

Poşet adaçayı içeriğindeki iki antioksidan maddenin, karnosik asit ve rosmarinik asidin, kapiler elektroforez yöntemi ile tayini

Karnosik asit ve rosmarinik asit adaçayının en büyük oranda içerdiği iki antioksidan maddedir. Bu çalışmada ülkemizde çok tüketilen ve piyasada bir çok ticari isimde satılan poşet çay içeriğindeki bu iki önemli antioksidan maddenin CE yöntemi ile tayini amaçlanmıştır.

Çalışmada önce iki antioksidan madde için en uygun çözücü ve en uygun ekstraksiyon şartlarının tespiti için bir seri çözücü ile denemeler yapılmıştır. Her iki antioksidanın aynı anda optimal ekstraksiyonu için en uygun çözücü metanol ve uygun ekstraksiyon yöntemi ultrasonik ekstraksiyon olarak saptanmıştır. Ultrasonik yöntemle elde edilen ekstraktlar filtre edilerek doğrudan enjekte edilmişlerdir. Zaman içine karnosik asidin kamosole bozunduğu tespit edildiğinden, karnosik asidin bozunma miktarı zamanla incelenmiş ve analiz süresi bozunma olmayacak kısalıkta tutulmuştur. Geliştirilen yöntemin tekrarlanırlığı ve doğruluğu saptanmıştır. Karnosik ve rosmarinik asit için minimum deteksiyon sınırları sırasıyla 2.79 µg/ml ve 3.18 µg/ml olarak tespit edilmiştir.

Yöntem marketlerden temin edilen adaçayı poşetlerine uygulandığında karnosik asit içeriklerinin 2.99 ile 7.16 mg/g arasında rosmarinik asit içeriklerinin 2.50 ile 4.01mg/g arasında değiştiği tespit edilmiştir. Şekil 1, adaçayı örneğinin ekstraktının elektroferogramını vermektedir. 1 No lu pik kumarin (iç standart) 2 No lu pik karnosik asit ve 3 No lu pik rosmarinik asidi göstermektedir (1)



Şekil 1. Adaçayı ekstraktının elektroferogramı

Et ve Sebze Ürünlerinde Nitrit ve Nitratın Yan yana Tayini

Nitrat ve nitrit iyonları et ürünlerinde yaygın olarak kullanılan iki koruyucu maddedir. Ayrıca nitrat iyonu bazı yeşil yapraklı sebzelerin içeriğinde bulunur. Bilindiği gibi gıda ürünlerindeki nitrat nitrite indirgenebilir, nitrit iyonu da seponder ve tersiyer aminlerle kanserojen nitrosoaminleri oluşturur.

Geliştirilen CE yönteminin esası, kapiler kolonu pozitif yüklü bir polimerlerle kaplayarak kapiler içindeki elektroosmotik akış yönünü tersine çevirmeye dayanmaktadır. Böylece elektroforetik mobiliteleri çok büyük olan küçük inorganik anyonların elektroosmotik akışla aynı yönde hareketi sağlanarak çok hızlı ayırma zamanına ulaşılabilir. Çalışmamızda kendi geliştirdiğimiz bir yöntemle polietilenimin (PEI) kaplı kapilerlerde nitrit ve nitrat iyonu için ayırma çok kısa zamanda (2.7 dakika) gerçekleştirilmiştir. Et ve sebze ürünleri deiyonize suda blenderde parçalanarak elde edilen süspansiyon, 15 dakika 50 °C'lik sıcak su banyosunda bekletildikten sonra, filtre edilerek doğrudan enjeksiyon gerçekleştirilmiştir. (2). Bu yöntemle dört farklı et ürünü salam,sucuk,sosis ve jambonda nitrit ve nitrat tayini yapılmıştır. Sebze örneklerinde nitrit tespit edilmemiş ancak ıspanak, maydanoz ve dereotunda nitrat miktarlarının yüksek olduğu saptanmıştır.

İnorganik anyonların ve organik asitlerin meyve sularında ve şarapta tayini

Bu çalışmada 12 adet inorganik anyon ve organik asit karışımının aynı anda tayini gerçekleştirilmiştir. PEI kaplı kapilerler kullanılarak polarite tersine çevrilmiştir. Ancak ayrılan iyonlar UV aktif olmadıklarından dolayı deteksiyon tekniği uygulanmış tampon olarak seçilen 2,6-piridindikarboksilik asit kromofor özelliği nedeniyle dolaylı deteksiyonu mümkün kılmıştır. Bu yöntemle klorür, sulfat, okzalat, tartarat, malat, süksinat, iyodat, sitrat, asetat, laktat, fosfat, propiyonat anyonları bir arada ayrılmıştır. Yöntem çeşitli meyve suları ve beyaz şarap içinde anyonların tespitine uygulanmıştır (3, 4).

Doymuş yağ asitlerinin misel elektrokinetik kromatografisi ile tereyağı ve margarin içeriğinde tespiti

Misel Elektrokinetik kromatografisi (MEKC), bir CE türü olup nötral yapıdaki maddeleri ayırmak için kullanılır. Yöntemin esası CE tamponuna kritik misel konsantrasyonunun üstünde bir konsantrasyonda ilave edilen yüzey aktif maddenin oluşturduğu misel agregatları ile çözücü fazı arasında ayrımı istenen maddelerin partiyonuna dayanır. Bu çalışmada çözünürlüğü karbon sayısı arttıkça azalan doymuş yağ asitlerini ayırmak için MEKC yöntemi geliştirilmiştir. Yüzey aktif madde olarak bir yüksüz bir de negatif yüklü yüzey

Türkiye 9. Gıda Kongresi; 24-26 Mayıs 2006, Bolu

aktif madde, sırasıyla Brij 35 ve sodyum dodesil benzen sulfanat (SDBS) birarada asetonitril içeren Tris tampon içinde kullanılmıştır. SDBS aynı zamanda UV aktif olmayan yağ asitlerinin dolaylı deteksiyonunu da sağlamıştır. C sayısı 8 den karbon sayısı 20 ye kadar 13 doymuş yağ asidinin bir arada ayrımı gerçekleştirilmiştir. Yöntem tereyağı ve margarin içeriğindeki doymuş yağ asitlerinin analizine uygulanmıştır (5).

Meyve Suları İçinde Karbohidrat Analizi

Bu çalışmamızda insan metabolizmasında proteinlerle karbohidratların ilişkisine dayanarak, CE de ayırma ortamı olarak 8 adet amino asit, 16 adet mono ve disakkaridin ayrılması için ayırma ortamı olarak denenmiştir. Ayrılan sakkaridler, glukoz, fruktoz, sukroz, fukoz, ksiloz, ramnoz, riboz, mannitol, ksitol, laktoz, arabinoz, liksoz, sellibioz, maltoz, mannoz, ve galaktoz. Glisil-glisin 16 adet karbohidratın ayrılması için en uygun ayırma ortamı olarak tespit edilmiştir. Yöntem meyve sularında sukroz, glukoz ve fruktoz tayinine uygulanmıştır (6).

Kaynaklar

1. Başkan S, Öztekin N, Erim F.B. 2006. Determination of carnosic acid and rosmarinic acid in sage by capillary electrophoresis. Food Chem, in press.
2. Öztekin N, Nutku M.S., Erim F.B. 2002. Simultaneous determination of nitrite and nitrate in meat products and vegetables by capillary electrophoresis. Food Chem, 76:103-106.
3. S. Nutku and F.B.Erim (1999). Polyethyleneimine-coated capillary electrophoresis capillaries for the analysis of organic acids with an application to beverages, J. Microcolumn Sep., 11: 541-543.
4. Öztekin N, Erim F.B. 2001. Simultaneous determination of inorganic anions and organic acids by capillary electrophoresis. Turk.J.Chem, 25:145-150.
5. Erim F.B., Xu X and Kraak J.C. 1995. Application of micellar electrokinetic chromatography and indirect UV detection for analysis of fatty acids, J. Chromatogr. A 694: 471-479.
6. Gürel A, Hızal J, Öztekin N, and Erim F.B. 2006. Separation of carbohydrates by capillary electrophoresis using a dipeptide as separation electrolyte. In review

Teşekkür

Çalışmaların büyük bir kısmı İ.T.Ü. Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir. Adaçaylarında Antioksidan tayini TUBITAK (grant TBA6-2312, 103T053) projesinin bir parçasıdır.