



Gıda katkı maddelerinde yüksek hızlı analiz uygulamaları (UFLC / UFLC XR)



Yök. Kimyager Ozan HALIŞÇELİK - Ant Teknik Cihazlar Aplikasyon Uzmanı

Gıda katkı maddeleri, gıda üretimi, ambalajlanması veya saklanması aşamalarında gıdanın kıvamını arttırmak, tatlandırmak, besin değerini arttırmak, renk vermek, raf ömrünü uzatmak gibi amaçlarla gıdalarda kullanılan maddeler veya madde karışımlarıdır. Günümüzde gıda katkılarının kullanım izinleri ve kullanım oranları yasal yönetmeliklere göre düzenlenmekte ve gıda üreticileri, resmi kurumlar ve özel gıda laboratuvarları gıda katkı analizleri için analitik metodlara ihtiyaç duymaktadır. Söz konusu analitik metodların hızlı sonuç veriyor olması ise günden güne daha da ilgi çeken bir konu haline gelmiştir.

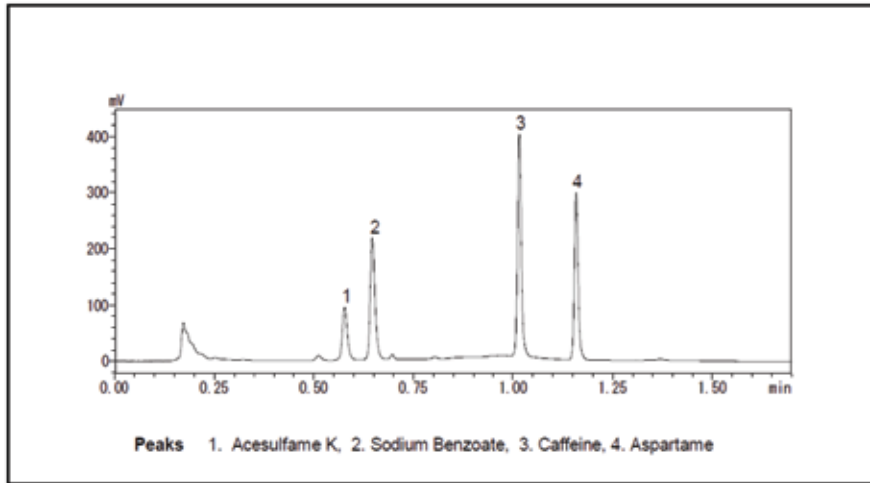
Yüksek hızlı HPLC'nin (UFLC) amacı laboratuvarda analizlerin verimliliği artırmaktır. Kullanıcılar için ise HPLC'nin hızlı sonuç vermesinin yanı sıra elde edilen analitik verilerin güvenilirliğinin yüksek olması birinci derecede önemlidir. Genel beklenti elde

edilen sonuçlarının en az konvansiyonel HPLC kadar güvenilir olması yönündedir. Örnek olarak, rezolüsyon onbinlerce analitik çalışmadan sonra bile mükemmel olmalı, küçük hacimli numune enjeksiyonu için zaman ve alan tekrarlanabilirliği mükemmel olmalı, sık parça değişimi gerektirmemeli ve cihaz kararlı bir şekilde çalışmalıdır.

Uygun partikül büyüklüğündeki kolon dolgu maddesi ile kolon uzunluğu arasındaki denge kolon performansını artıran en önemli etkidir. Gerçek yüksek çözünürlüklü analiz için karşılanması gereken bazı koşullar mevcuttur. Artan kolon basıncı ve azalan partikül çapı arasındaki denge noktasının bulunması, basınca dayanıklı bir sistemin tasarlanması, yüksek hassasiyetli ve dinamik aralığı geniş bir dedektör kullanılması ve akış yolunun minimum difüzyon sağlayacak şekilde optimize edilmesi bu koşullar arasındadır. Teknolojik olanaklar ve bilgi birikimi sayesinde

geliştirilen yüksek basınca dayanıklı UFLCXR sistemleri konvansiyonel likit kromatografiye göre 10 kat daha hızlı (analiz süresindeki kısalma analitik koşullara göre değişiklik gösterebilir) sonuç vermekte iken yüksek rezolüsyon değerleri de korunmaktadır.

Analiz hızı yükselip alıkonma zamanı düşerken, ayırım verimliliği korunarak konvansiyonel HPLC'de elde edilen bileşenlerin aynısı elde edilebilmektedir. Gıda laboratuvarlarındaki numune yoğunluğunun yüksek olması sebebiyle, gıda katkı maddeleri ile ilgili çok sayıda ultra hızlı likit kromatografi uygulaması bulunmakta ve geliştirilmeye devam edilmektedir. Aşağıda sentetik tatlandırıcılar, yağda çözünen vitaminler, gıda koruyucuları ve yapay renklendiriciler gibi bazı gıda katkı maddelerinin yüksek hızlı kromatografik analizlerinden örneklerle yer verilmektedir:



Alkolsüz İçeceklerde Sentetik Tatlandırıcı Analizi

SENTETİK TATLANDIRICILARIN YÜKSEK HIZLI ANALİZİ

Asesülfam K ve aspartam düşük kalorili alkolsüz içeceklerde ve diğer bazı gıda ve içeceklerde kullanılan sentetik tatlandırıcılardır. Aşağıda piyasada ticari olarak bulunan düşük kalorili bir alkolsüz içeceğe dair analiz örneğine yer verilmektedir:

NUMUNE HAZIRLIĞI

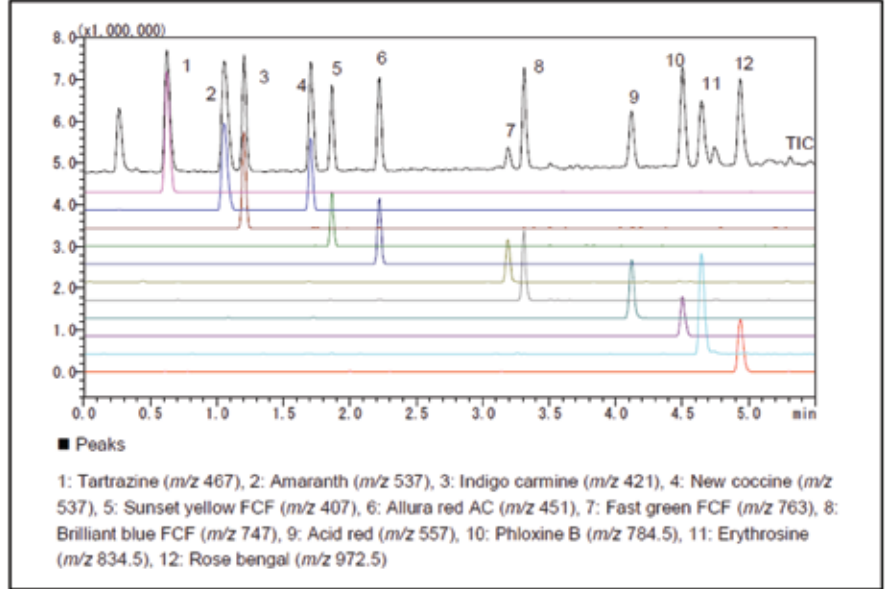
Numune gazsızlaştırılarak 0.45 µm'lik membran filtre ile filtre edilir.

Analitik Koşullar

Cihaz	Shimadzu Prominence UFLC Sistemi
Kolon	Shim-pack XR-ODS (50 mm x 3.0 mm iç çap)
Akış Hızı	1.4 mL/dk
Kolon Sıcaklığı	40 °C
Dedeksiyon	215 nm'de Semi-mikro akış hücresi
Enjeksiyon Hacmi	1 µL

**YAPAY RENKLENDİRİCİLERİN
YÜKSEK HIZLI ANALİZİ**

Bu uygulamada, yapay renklendirici olarak kullanılan 12 gıda katkı maddesinin LCMS sistemi kullanılarak gerçekleştirilen analizi örneğine verilmektedir. Her bir renklendirici sulfo veya karboksil grubu için içerdiği için negatif iyonlar tespit edilmiştir.



Yapay Renklendirici Standart Numune Karışımlarının Analizi

Analitik Koşullar

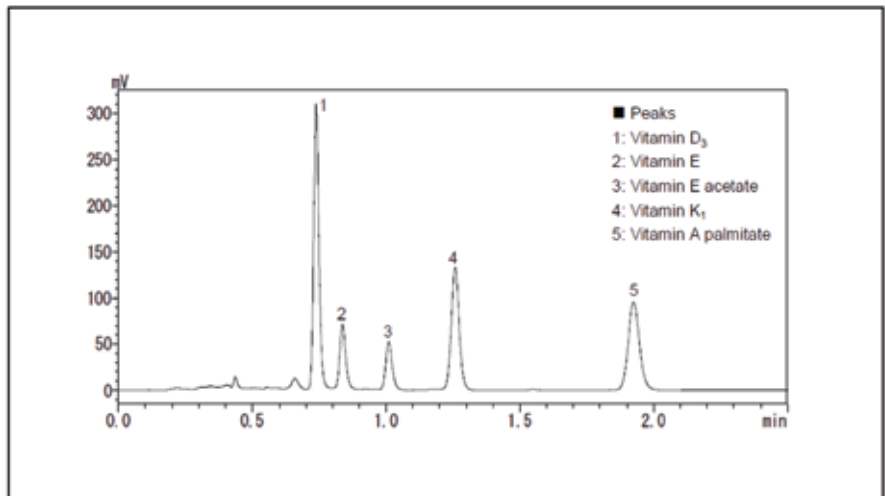
Cihaz	Shimadzu Prominence UFLC Sistemi + LCMS-2010EV
Kolon	Shim-pack XR-ODS (50 mm x 2.0 mm iç çap)
Akış Hızı	0.5 mL/dk
Kolon Sıcaklığı	40 °C
Dedeksiyon	MS; DUIS-Negatif, Tarama
Enjeksiyon Hacmi	5 µL

**YAĞDA ÇÖZÜNEN VİTAMİNLERİN
YÜKSEK HIZLI ANALİZİ**

Bu uygulamada yağda çözünen vitaminler ve vitamin türevlerinin ayırımına ilişkin bir analiz örneğine verilmektedir.

NUMUNE HAZIRLIĞI

Metanol kullanılarak her bir standart numuneden 200 mg/L konsantrasyonlu bir çözelti hazırlanmıştır.



Yağda Çözünen Vitaminler Standart Numune Karışımlarının Analizi

Analitik Koşullar

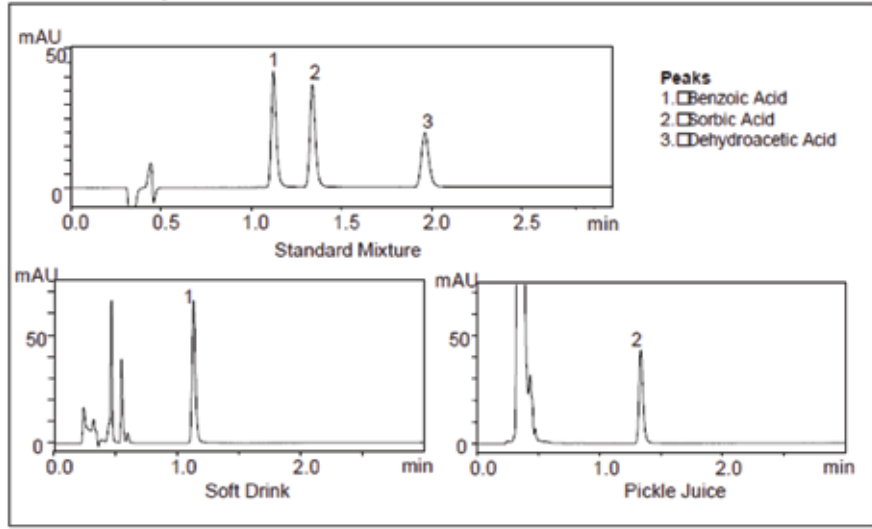
Cihaz	Shimadzu Prominence UFLC Sistemi
Kolon	Shim-pack XR-ODS (75 mm x 3.0 mm iç çap)
Akış Hızı	1.2 mL/dk
Kolon Sıcaklığı	50 °C
Dedeksiyon	280 nm'de semi-mikro akış hücresi ile absorbands
Enjeksiyon Hacmi	4 µL

GIDA KORUYUCULARININ YÜKSEK HIZLI ANALİZİ

Benzoik asit (sodyum benzoat olarak), sorbik asit (potasyum sorbat olarak) ve sodyum dehidroasetat gıdalarda koruyucu madde olarak kullanılmaktadır. Aşağıda benzoik asit, sorbik asit ve dehidroasetik asitin eşzamanlı analizine ilişkin bir analiz örneğine verilmektedir.

NUMUNE HAZIRLIĞI

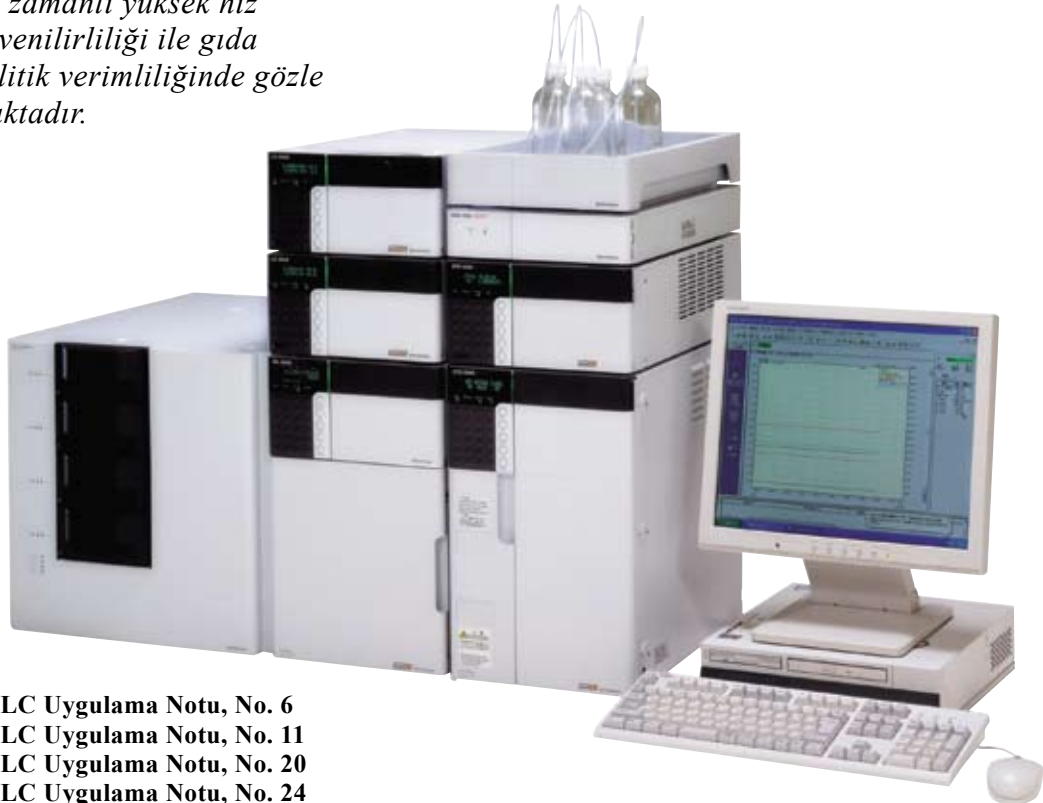
Alkolsüz içecek ve turşu suyu saf su kullanılarak 10 kat seyreltilmiş ve 0.45 µm'lik bir membran filtreden geçirilmiştir.



Gıdalarda Benzoik Asit, Sorbik Asit ve Dehidroasetik Asit Analizine İlişkin Uygulama



Prominence UFLC, eş zamanlı yüksek hız ve analitik kesinlik/güvenilirliği ile gıda laboratuvarlarının analitik verimliliğinde gözle görünür artış sağlamaktadır.



Referanslar:

- Shimadzu Prominence UFLC Uygulama Notu, No. 6
- Shimadzu Prominence UFLC Uygulama Notu, No. 11
- Shimadzu Prominence UFLC Uygulama Notu, No. 20
- Shimadzu Prominence UFLC Uygulama Notu, No. 24