

SBORNÍK PŘÍSPĚVKŮ

XXXV. Symposium o nových směrech výroby a hodnocení potravin

24. – 26. 5.2004

Skalský Dvůr

**Odborná skupina pro potravinářskou a agrikulturní chemii České
společnosti chemické**

Odbor potravinářské techniky a technologie ČAZV

Odbor výživy obyvatelstva a jakosti potravin ČAZV

Výzkumný ústav potravinářský Praha

Ústav chemie a analýzy potravin, VŠCHT Praha

**Ed. Holasová M., Fiedlerová V., Špicner J.
VÚPP, Praha 2004**

ISBN 80-902671-8-1

MONITORING HLADIN AKRYLAMIDU V POTRAVINÁCH ODEBRANÝCH NA ČESKÉM TRHU

Dunovská L., Čajka T., Hajšlová J.

Ústav chemie a analýzy potravin, VŠCHT Praha, Technická 3, 166 28 Praha 6

Tel./fax: +420-2-2435-3185, e-mail: lenka.dunovska@vscht.cz, jana.hajslova@vscht.cz

Úvod

Akrylamid je známá toxická látka, jejíž přítomnost v potravinách byla prokázána teprve v nedávné době. Tato látka byla klasifikována IARC (International Agency for research on Cancer) jako potenciální lidský karcinogen. Vysoké hladiny akrylamidu byly nalezeny v mnoha základních potravinách bohatých na škrob, zejména v bramborových a pekárenských výrobcích, v nichž se akrylamid tvoří během tepelného zpracování za vysokých teplot.

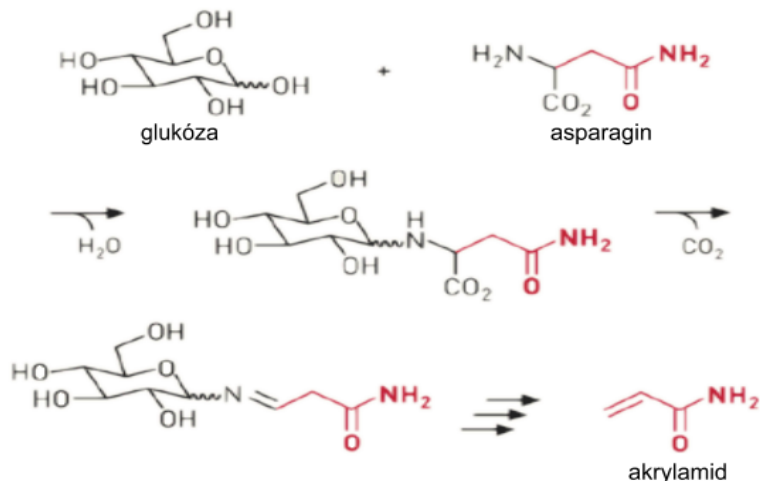
Tento objev vyvolal velký zájem vědců z celého světa a následně byl zahájen systematický výzkum, který má za úkol zodpovědět mnoho otázek souvisejících s touto látkou. Vedle toxikologických studií se jedná především o porozumění mechanismu jeho vzniku a způsoby redukce úpravou technologických podmínek. V současné době existují dvě skupiny metod pro stanovení akrylamidu v potravinách. První skupinou jsou metody založené na GC-MS po předchozí derivatizaci a druhou skupinou jsou metody založené na LC-MS/MS s analyzátorům typu triplequadropole.

V této práci je představena jednoduchá GC/HRTOF-MS metoda umožňující přímou analýzu akrylamidu bez derivatizace. Tato metoda byla využita k monitoringu hladin akrylamidu v potravinách na českém trhu.

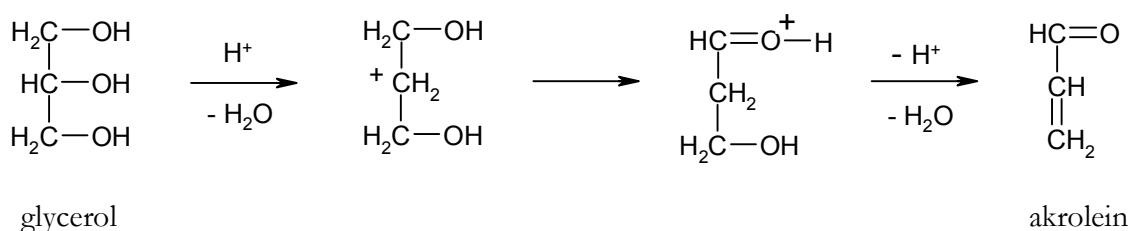
Mechanismus vzniku

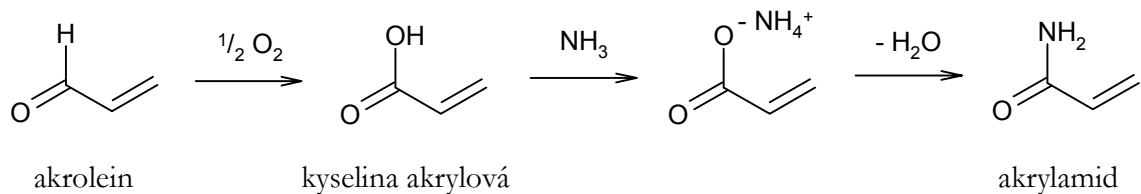
V současné době se předpokládají 2 alternativy vzniku akrylamidu během zpracování potravin.

1. Maillardovou reakcí mezi aminokyselinami a sacharidy, především reakcí asparaginu s glukózou.

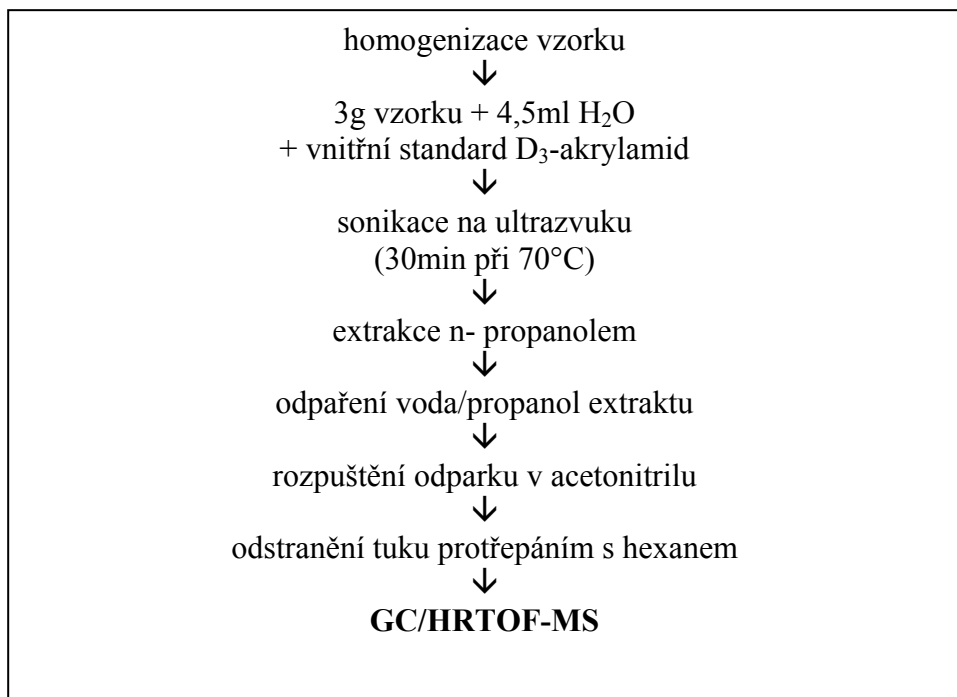


2. přeměnou lipidů za účasti dusíkatých sloučenin





Analytický postup



Podmínky chromatografického stanovení

GC – Nástřik

Technika: pulzní splitless
Objem: 1 μ L
Technika nástřiku: 250 °C
Pulz: 4 mL/min (1 min)

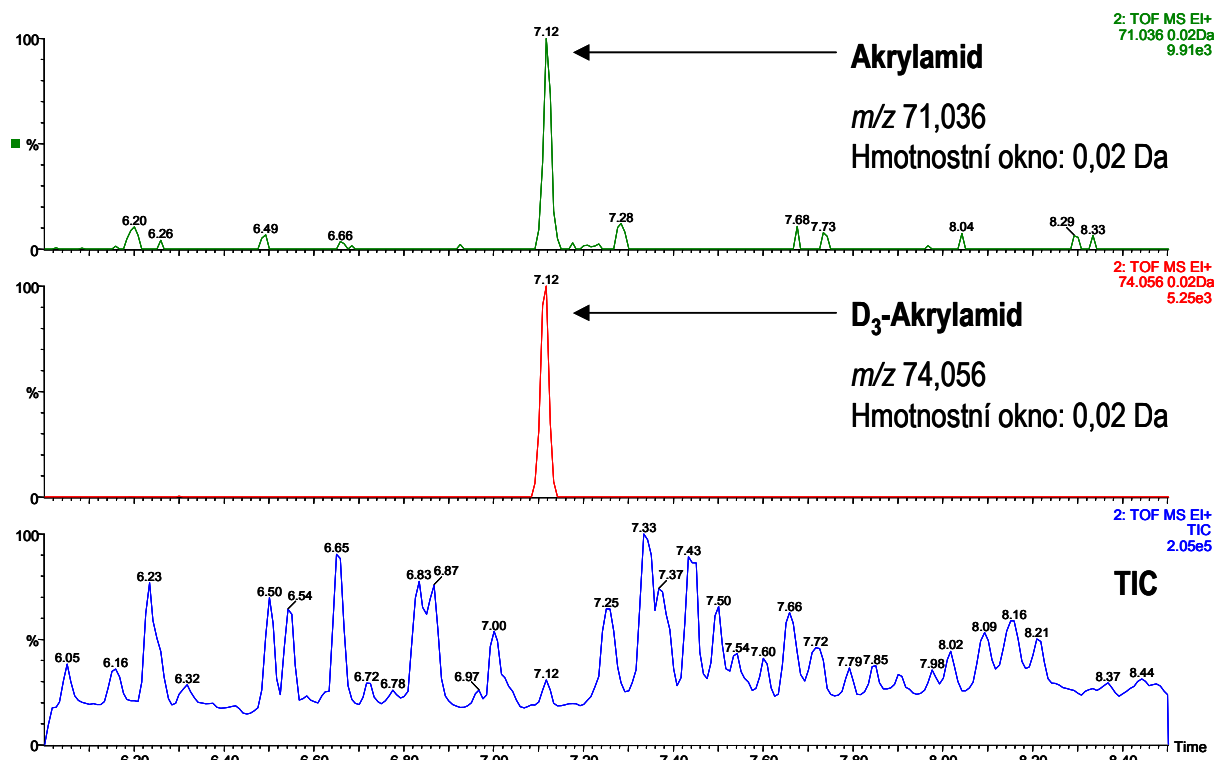
GC – Separace

Kolona: Innowax (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m)
Nosný plyn: Helium (průtok 1 mL/min)
Teplotní program: 70 °C (1 min)
 @ 20 °C/min to 200 °C (7,5 min)
Doba analýzy: 15 minut

HR/TOF-MS Podmínky

Ionizační technika: EI
Hmotnostní rozsah: 45–500 m/z
Akviziční rychlost: 2 Hz (tj. 2 spektra/s)
Kvantifikační ionty: Akrylamid: 71.037
 D₃-Akrylamid: 74.056

Chromatogram vzorku křehkého chleba



Pracovní charakteristiky

Detekční limit (LOD) je 10-30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ v závislosti na druhu matrice.

Opakovatelnost charakterizovaná relativní směrodatnou odchylkou (RSD) získaná z opakovaných analýz (6 měření) vzorku křehkého chleba na hladině 650 $\mu\text{g}/\text{kg}$ je 8 %.

Správnost metody byla ověřena účastí v mezilaboratorním testu FAPAS® Series 30 Round 5 v němž jsme uspěli se z-score 0,8.

Pro kompenzaci matričních efektů je využita technika isotopového zředování s použitím D₃-akrylamidu.

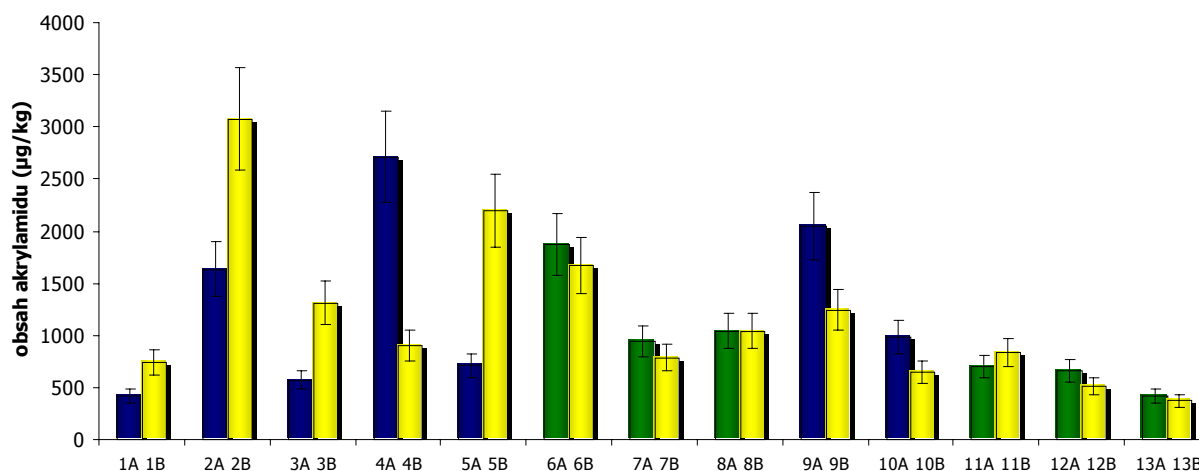
Akrylamid ve výrobcích z českého trhu

Analyzováno bylo 45 druhů vzorků reprezentujících různé kategorie. Jednalo se o výrobky z brambor, obilí a kávu.

druh matrice	počet vzorků	c AA ($\mu\text{g}/\text{kg}$)			
		nejvyšší	nejnižší	průměr	medián
kekry	7	726	75	307 ± 230	258
chléb	5	160	64	111 ± 35	102
vločky	3	71	nd	46 ± 36	64
hranolky (předsmažené)	7	154	47	95 ± 41	87
káva	4	234	414	338 ± 88	352.5
chipsy	19	2713	67	1031 ± 652	834

Hodnocení variability nálezů v bramborových chipsích daného výrobce

Bylo vyšetřeno 13 párů chipsů stejné značky reprezentujících různé výrobní šarže.



Z grafu je patrné, že u sedmi z odebraných vzorků je obsah mezi balíčky z různých šarží významný (vzorky 1,2,3,4,5,9,10). Fakt, že se obsah akrylamidu liší mezi šaržemi a mezi výrobci může být způsoben jak vstupními surovinami a jejich skladováním, tak olejem použitým k jejich výrobě, teplotami zpracování nebo technologií výrobního procesu.

Závěr

- ke stanovení akrylamidu je využita nově vyvinutá metoda GC/HRTOF-MS umožňující přímou analýzu akrylamidu bez derivatizace
- vyšetření vzorků odebraných na českém trhu prokázalo velkou variabilitu hladin akrylamidu jak mezi jednotlivými kategoriemi výrobků, tak i mezi vzorky reprezentujícími stejnou skupinu potravin
- z analýz dvou vzorků chipsů z různých výrobních šarží je patrné, že u některých vzorků je významný rozdíl obsahu akrylamidu mezi šaržemi (důvodem může být variabilita vstupních surovin či různé technolog. podmínky)

Navazující experimenty

V dalších experimentech bude zkoumána dynamika vzniku akrylamidu v bramborových chipsích během technologického procesu. K tomuto experimentu budou odebírány meziprodukty přímo v reálném výrobním procesu. Sledován bude i obsah prekurzorů akrylamidu (asparaginu a sacharidů) ve vstupních surovinách.

Tato studie byla realizována v rámci projektu podporovaného European Commission, Priority 5 on Food Quality and Safety (Contract n°FOOD-CT-2003-506820 Specific Targeted Project), HEATOX (Heat-generated food toxicants– identification, characterisation and risk minimisation).