

Wie lässt sich Acrylamid nachweisen ?

Reiner Wittkowski

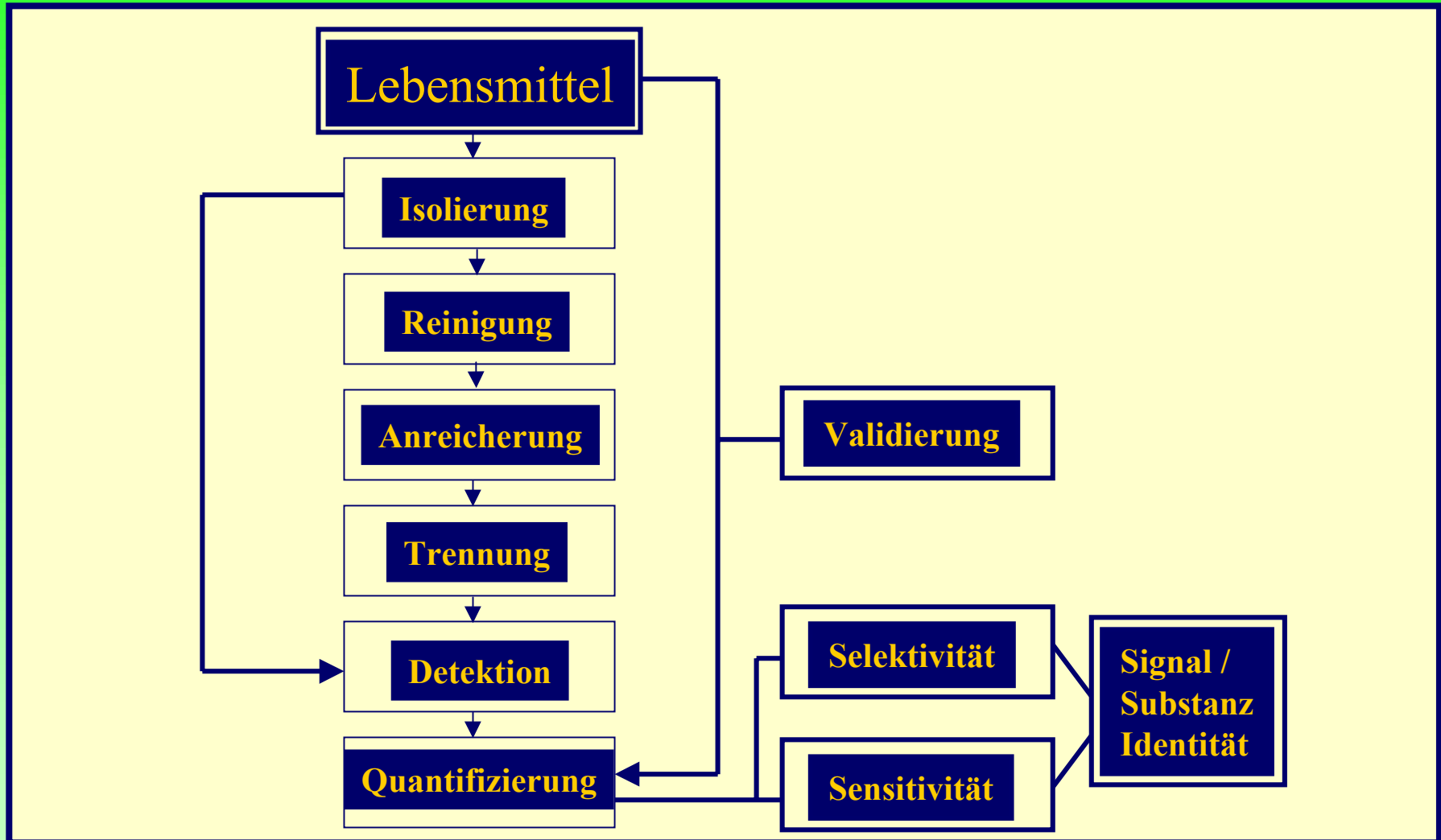
BgVV

Bundesinstitut für gesundheitlichen
Verbraucherschutz und Veterinärmedizin

Thielallee 88 - 92

14195 Berlin

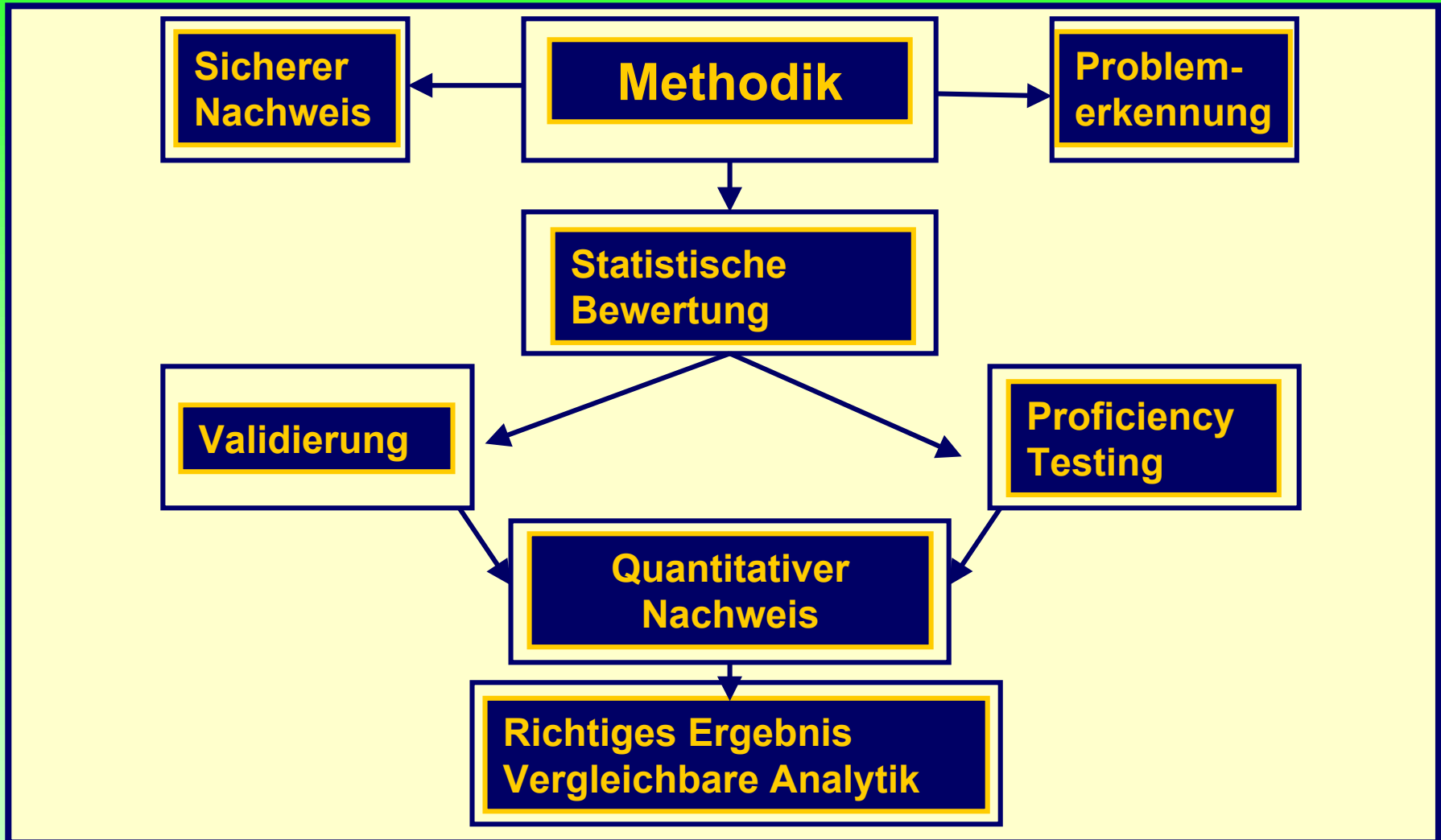
Generelles Schema der Lebensmittelanalytik



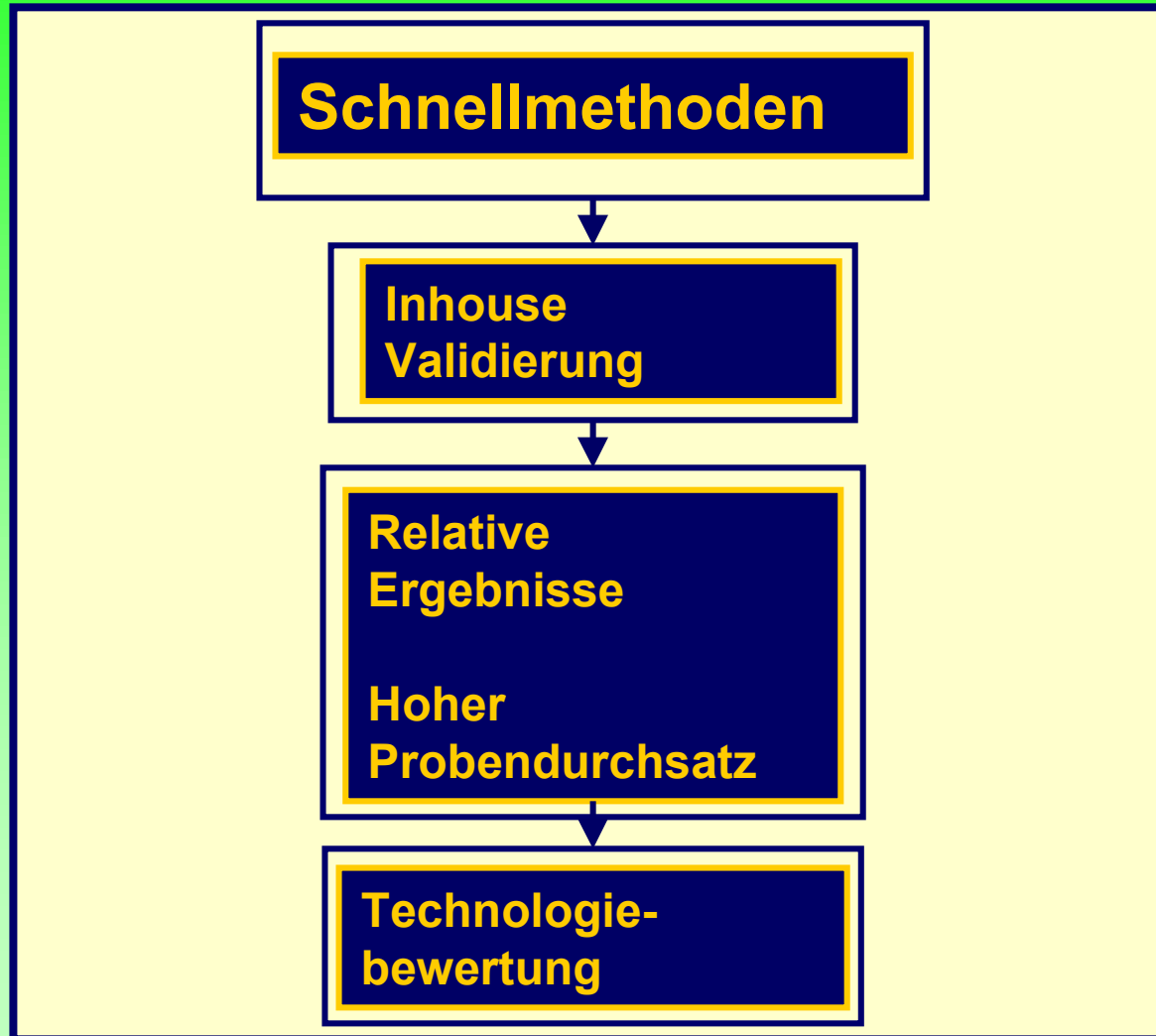
Konzentrationsbereiche in der Lebensmittelanalytik

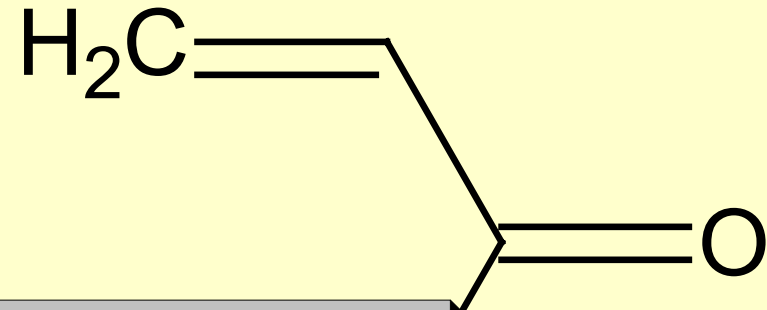
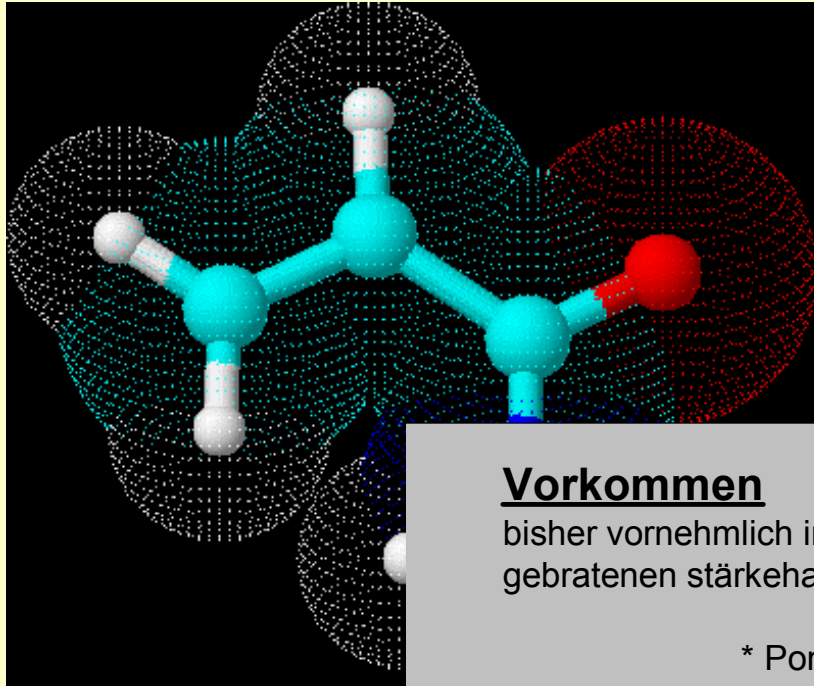
 0,27 Liter	1 % Prozent ist 1 Teil von hundert Teilen	10 Gramm pro Kilogramm	10 g/kg
 2,7 Liter	1 Promille ist 1 Teil von tausend Teilen	1 Gramm pro Kilogramm	1 g/kg
 2700 Liter	1 ppm (part per million) ist 1 Teil von tausend Teile	1 Milligramm pro Kilogramm	0,001 g/kg (10⁻³)
 2,7 Millionen Liter	1 ppb (part per billion) ist 1 Teil von 1 Milliarde Teile	1 Mikrogramm pro Kilogramm	0,000 001 g/kg (10⁻⁶)
 2,7 Milliarden Liter	1 ppt (part per trillion) ist 1 Teil von 1 Billion Teile	1 Nanogramm pro Kilogramm	0,000 000 001 g/kg (10⁻⁹)
 2,7 Billionen Liter	1 ppq (part per quadrillion) ist 1 Teil von 1 Billiarde Teile	1 Picogramm pro Kilogramm	0,000 000 000 001 g/kg (10⁻¹²)

Methodenentwicklung



Methodenentwicklung





Vorkommen

bisher vornehmlich in gerösteten, gebackenen und gebratenen stärkehaltigen Lebensmitteln wie

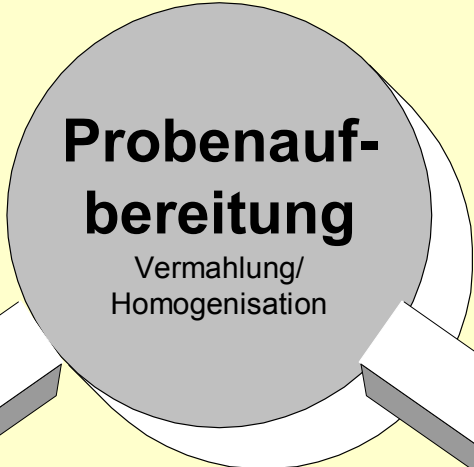
- * Pommes Frites
- * Chips
- * Bratkartoffeln, Röstli
- * Brot (z.B. Knäckebrötchen)
- * Backwaren

aber auch in

- * Kaffee
- * Kakao

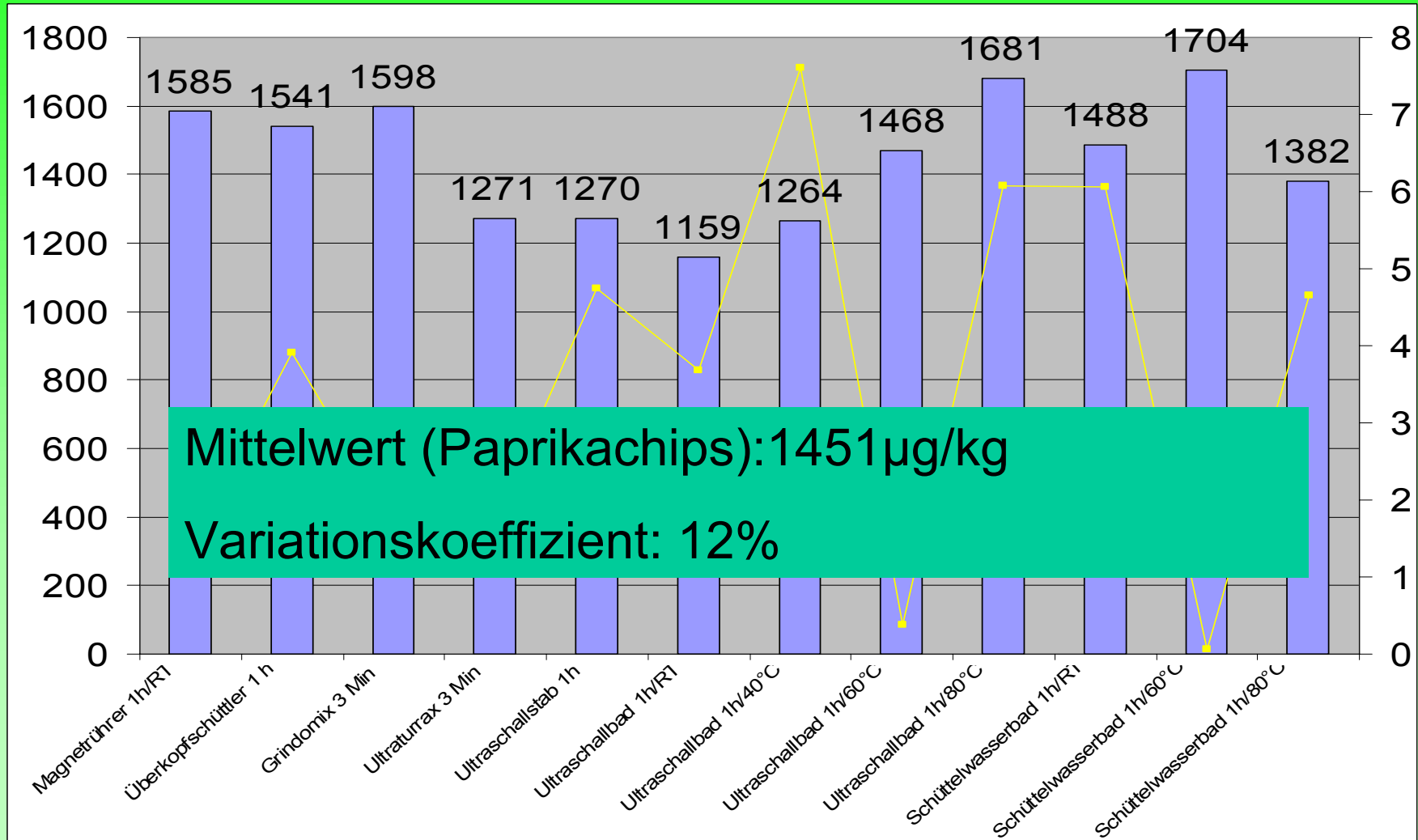


trockne und
fettarme/-freie
Lebensmittel
werden
vermahlen

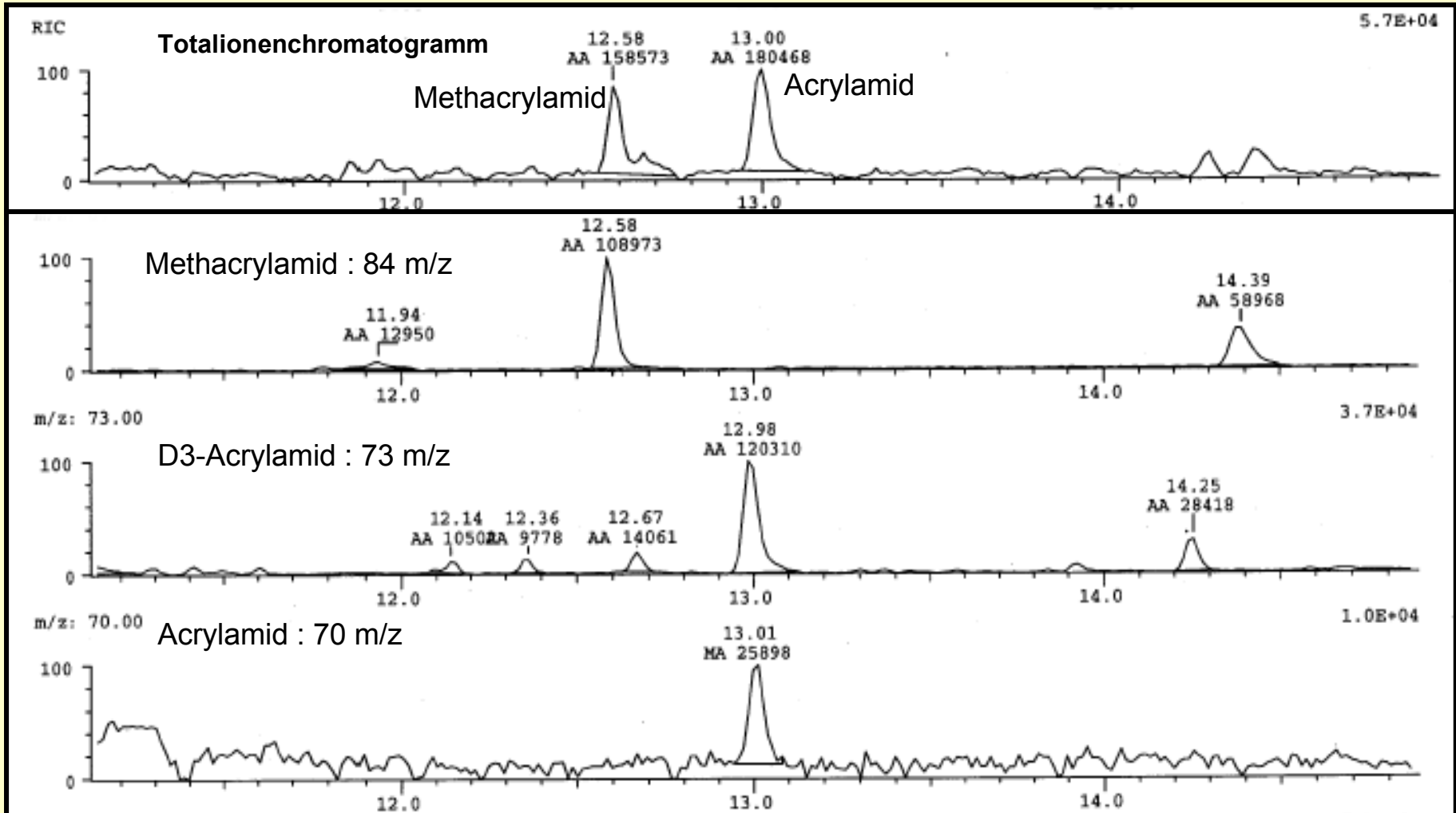


feuchte
stark fetth
Lebensm
werden m
Blend
(z.B. Grinc
homogen

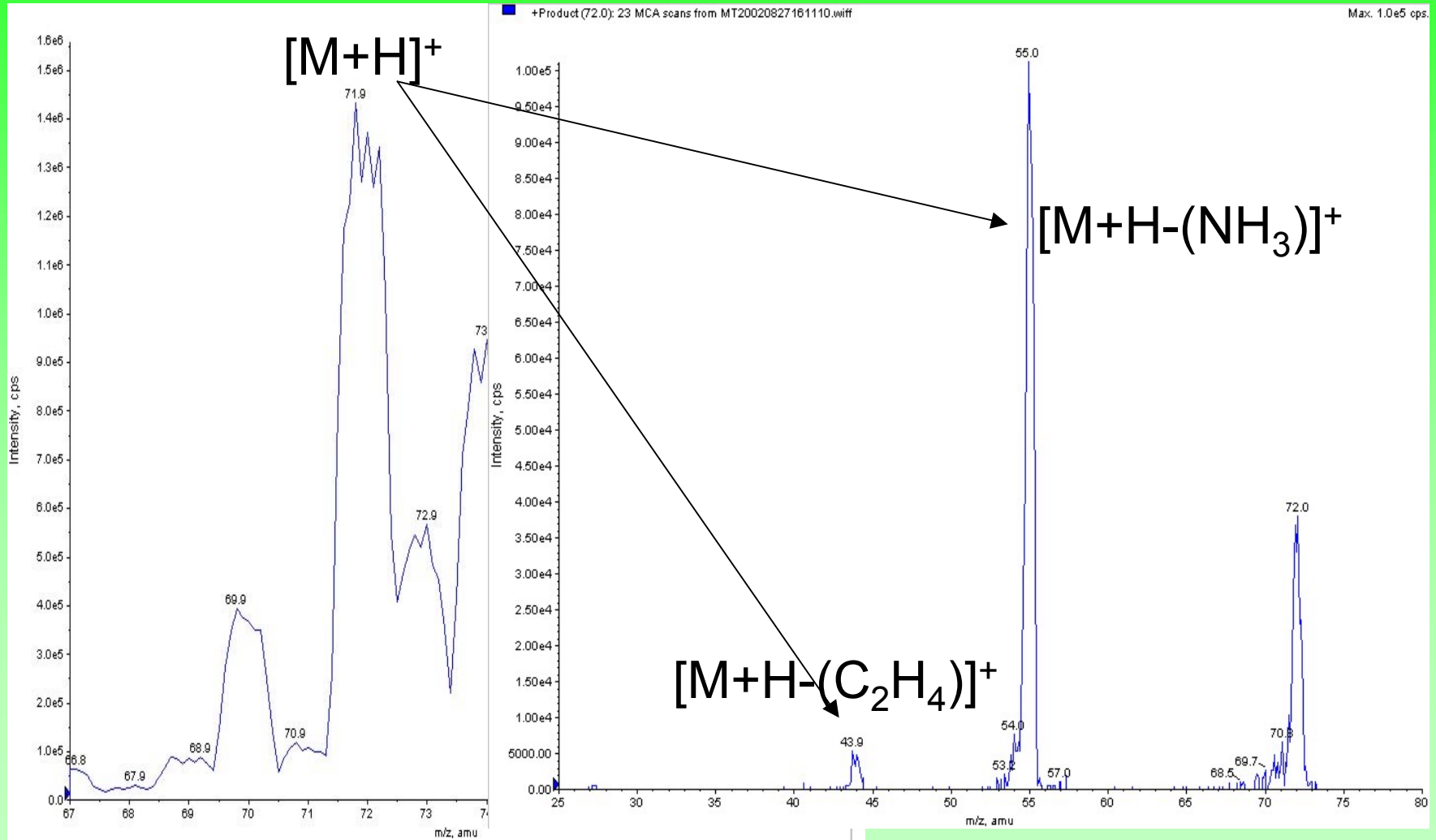
Extraktionsmethodenoptimierung an einem Paprikachipsmaterial



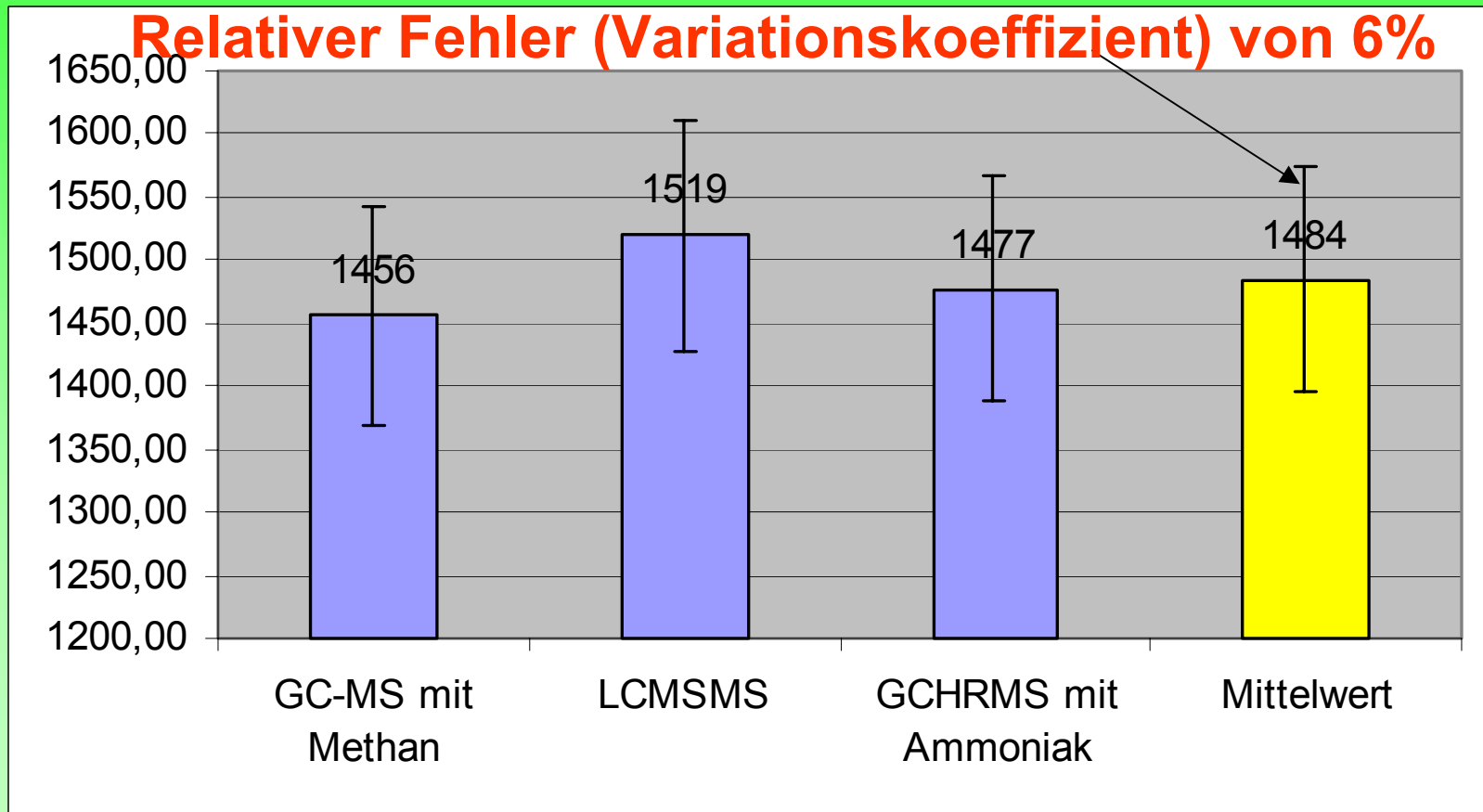
Messdaten GC-MS



Ionen vom Acrylamid

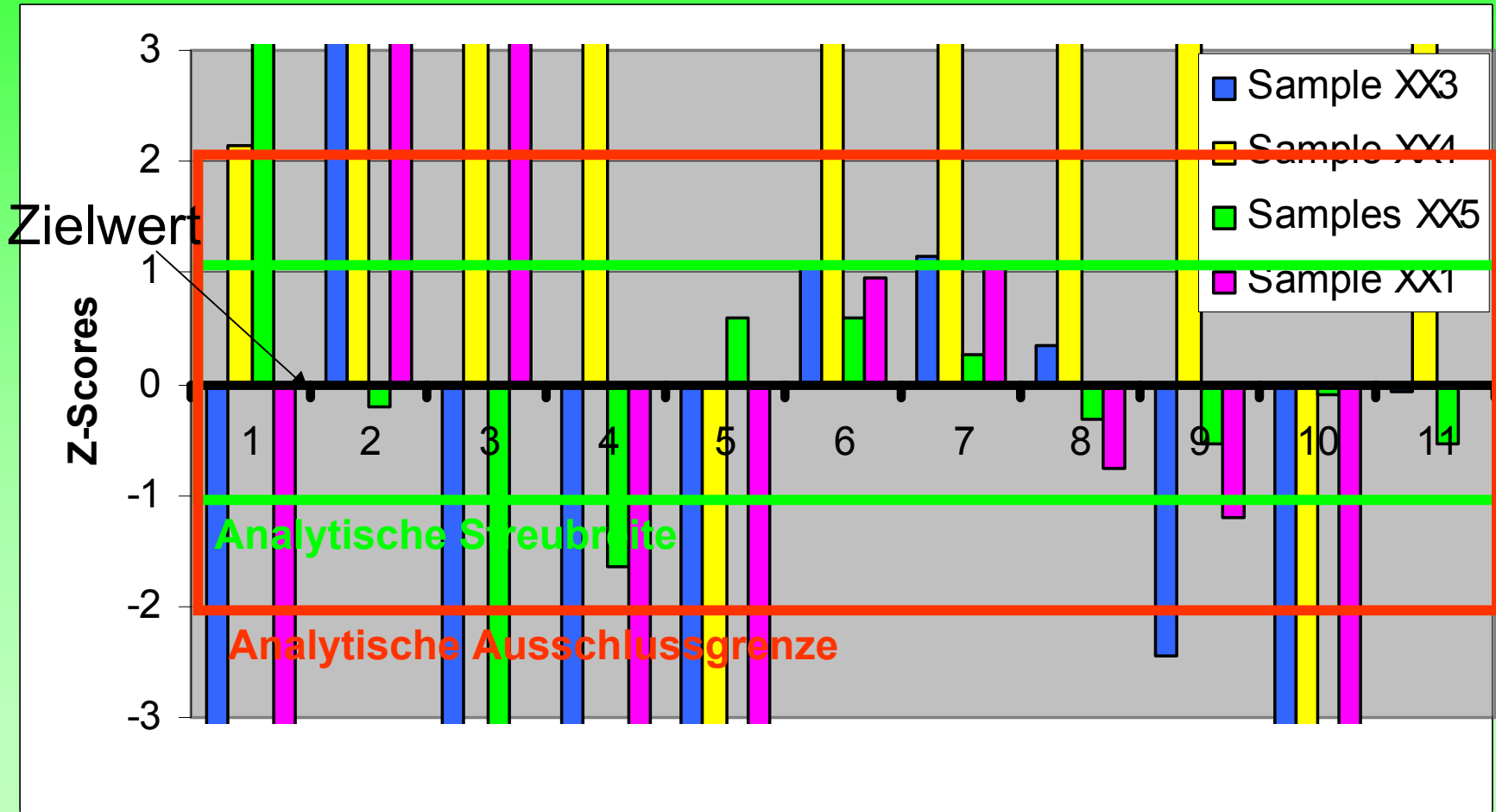


Vergleich der „Abweichungen“ bei einer Probe mit unterschiedlichen Detektionen



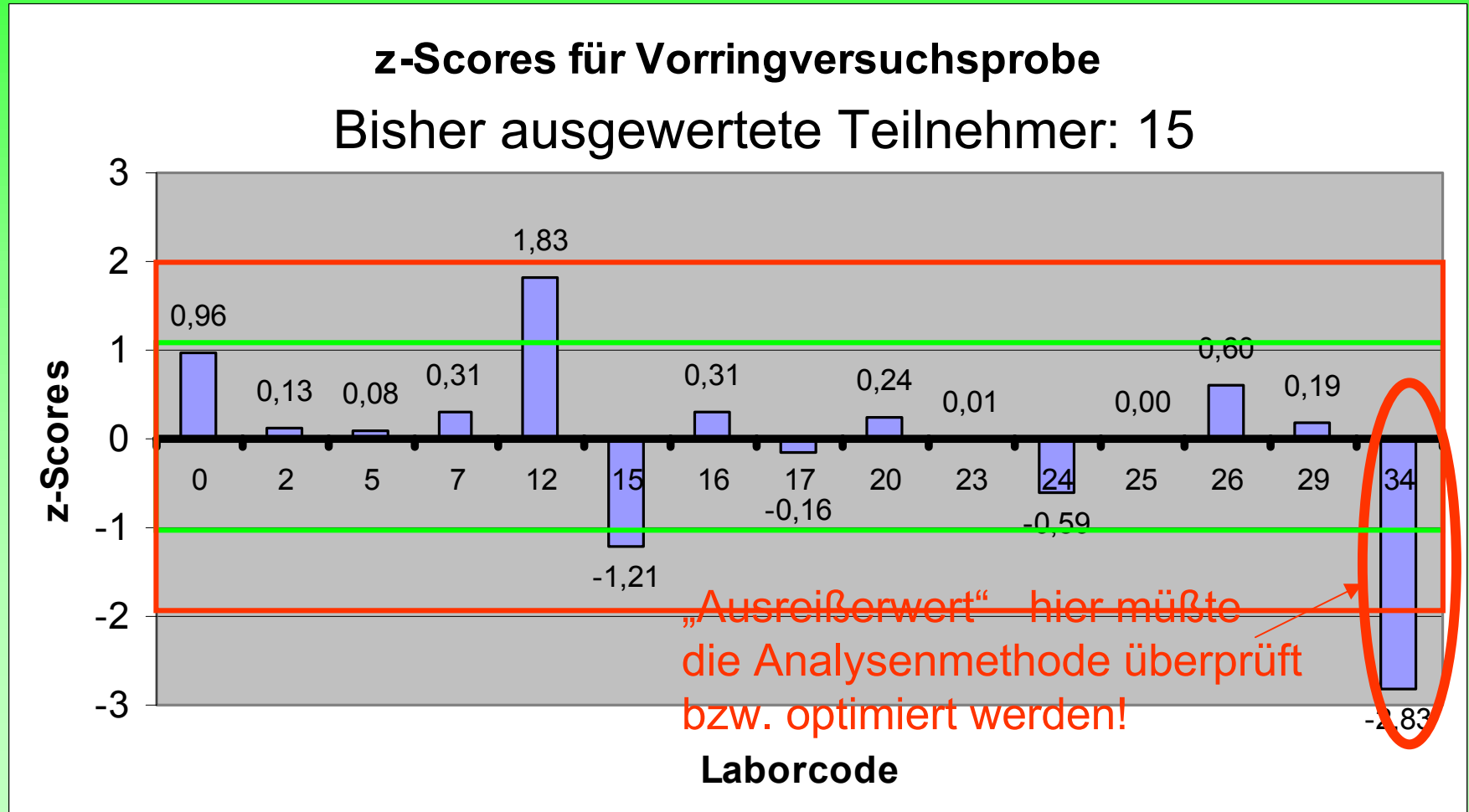
FDA Proficiency Testing Acrylamid

Bisher ausgewertete Datensätze: 11



BgVV Proficiency-Testing Acrylamid

Vorringversuch



Proficiency Test zu Acrylamid in Lebensmitteln

- Anwendertreffen, BgVV, 19. Juni 2002
- Vorringversuch, "Lernprobe" Juli 2002
 - Probenherstellung
 - Gehaltsbestimmung
 - Homogenitätsprüfung
 - Versand
 - Ergebnissrücklauf und Auswertung
- Proficiency Test, August / September 2002
 - Probenherstellung
 - Homogenitätsprüfung
 - Stabilitätsprüfung
 - Versand
 - Ergebnissrücklauf und Auswertung
 - Diskussion der Ergebnisse

Proficiency Test zu Acrylamid in Lebensmitteln

Ausblick

- **Kompetente Laboratorien**
- **Nachweislich geeignete Analysemethoden**
- **Vergleichbare Daten**
 - **Lebensmittelüberwachung**
 - **Expositionsrechnungen**
- **Technologische Einflüsse**
 - **Minimierungsstrategien**
 - **Substitutionsstrategien**
- **Schnellmethoden**

Danksagung

Alle Teilnehmer am PT

Dr. K. Jörissen

**Analysengruppe "Acrylamid"
im BgVV**

Fr. G. Gebhard

Dr. H. Klaffke

Dr. W. Mathar

Dr. R. Palavinskas

Hr. A. Stock

Fr. A. Thürling

Probennahme

- Entnahme einer repräsentativen Probe (z.B. 1kg-Maßstab) bzw. mehrerer Teilproben
- Zerkleinerung / Homogenisierung der Probe/Teilproben
- Entnahme von repräsentativen Subproben (100-200g)
- Herstellung einer Nassaufschlämmung (Slurry)

Proben-
aufarbeitung

Extraktion des Analyten

dabei zu beachten sind die chemischen Eigenschaften wie Temperaturempfindlichkeit, gute Löslichkeit in Wasser, schlechte Löslichkeit in hydrophoben Lösungsmitteln

Anreicherung/Isolierung

der Analyt wird:

- entweder direkt durch Endampfen des Extraktes und Aufnahme des Rückstandes (nach zuvoriger Entfettung) zur weiteren Analyse eingesetzt
- oder geeignet mit SPE-Materialien (Graphitkohle, Extrelut) aufgereinigt und aufkonzentriert

Analyterfassung
/Detektion

GC-MS oder LC-MS/MS

**Analyt-
extraktion**



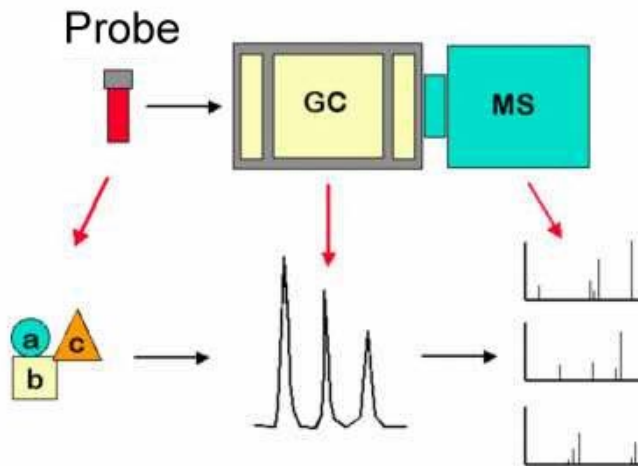
Analyt- Clean Up

Clean Up bzw. Aufreinigung des Analyten über:

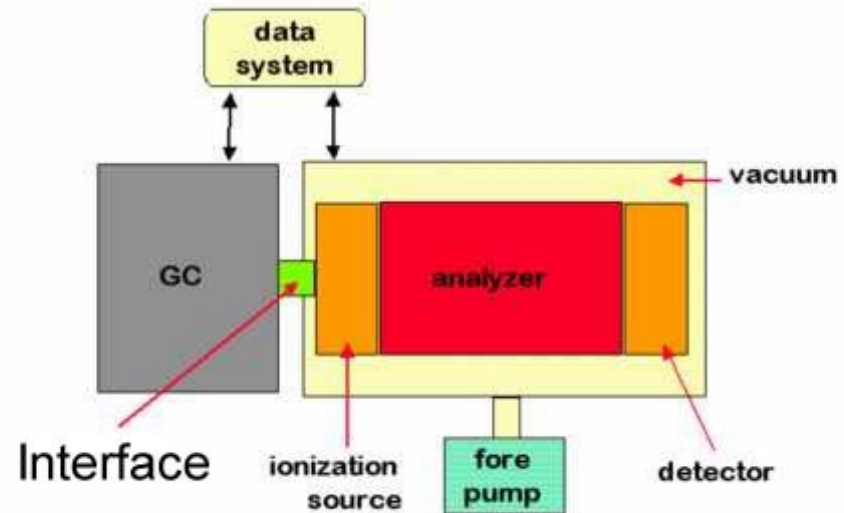
- * Flüssig/Flüssig-Extraktion
- * Festphasenaufreinigung (SPE)
- * andere Verfahren (SPME, SFE)
- * oder nur durch Aufkonzentrierung und Entfettung des Extraktes
- * gegebenenfalls Derivatisierung(z.B. Bromierung)

GC-MS

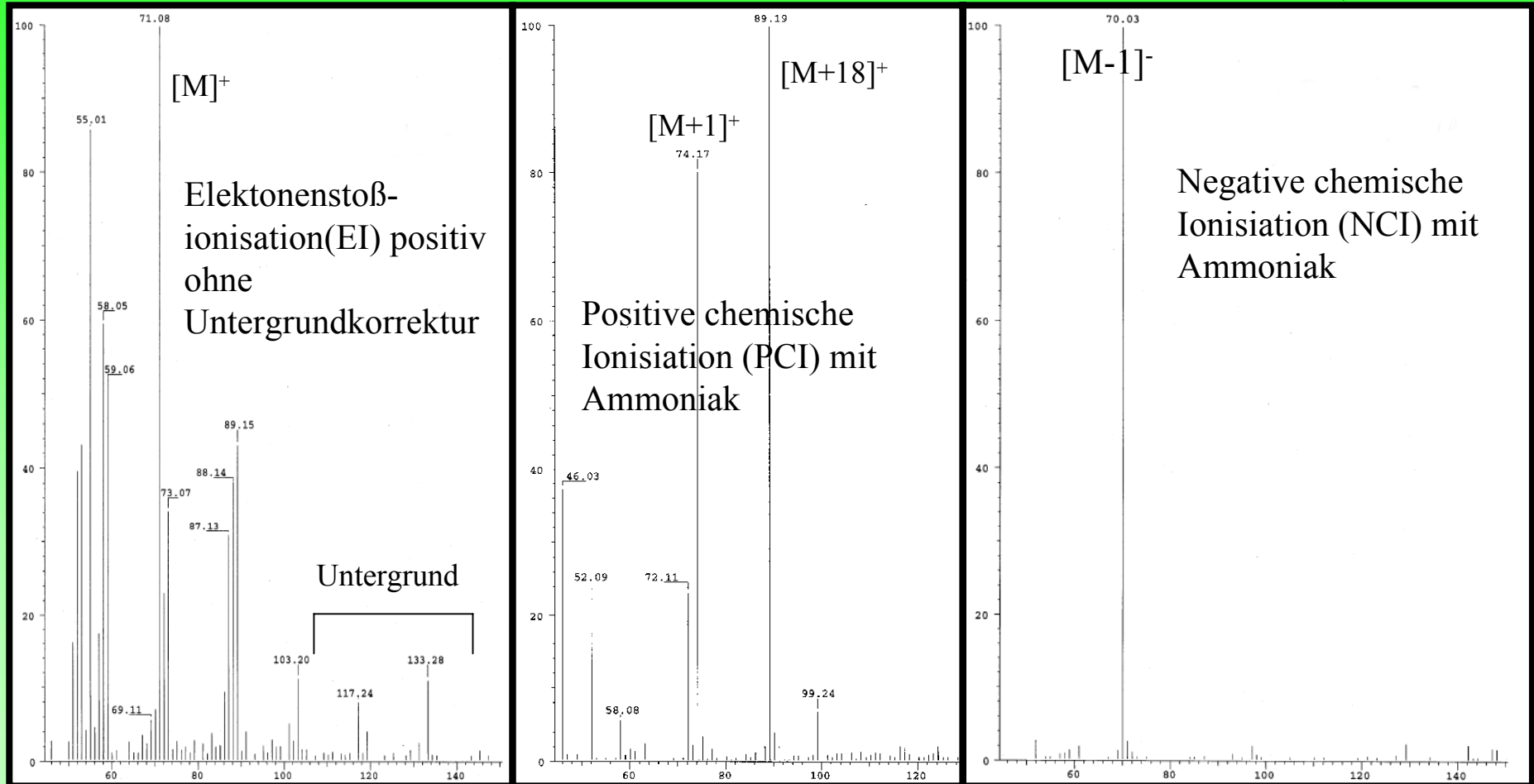
GC-MS Aufbau



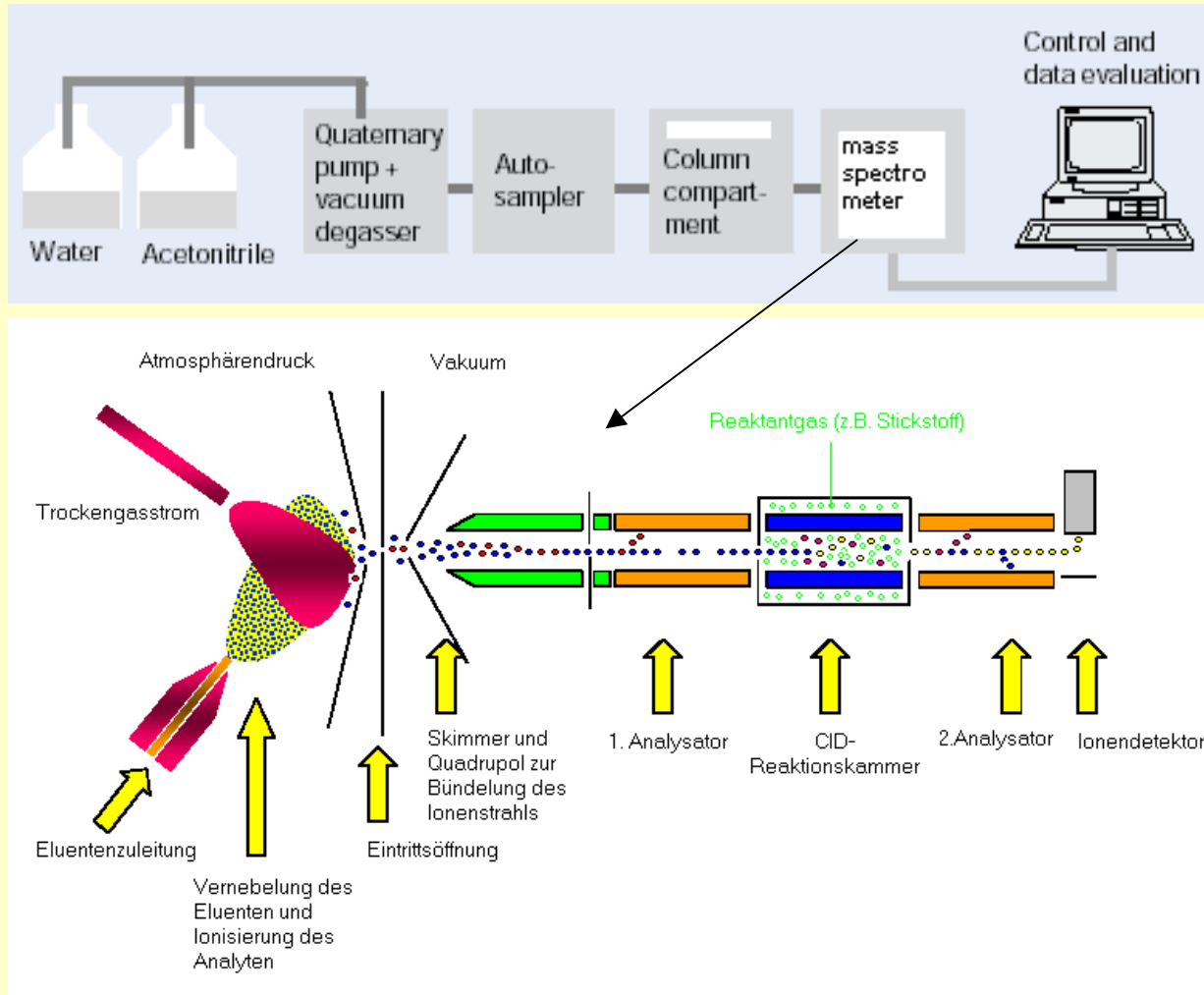
Mass spectrometer components



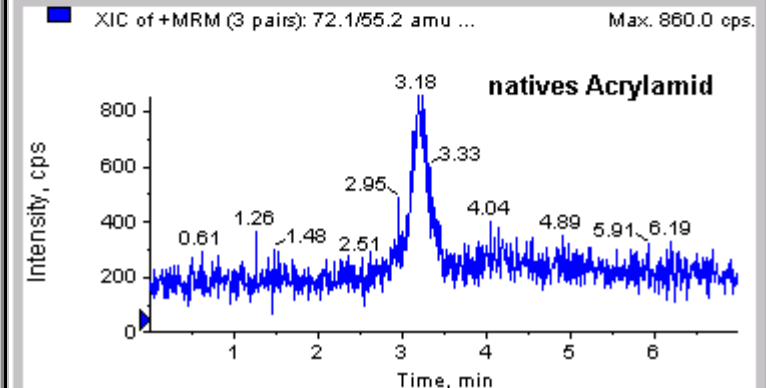
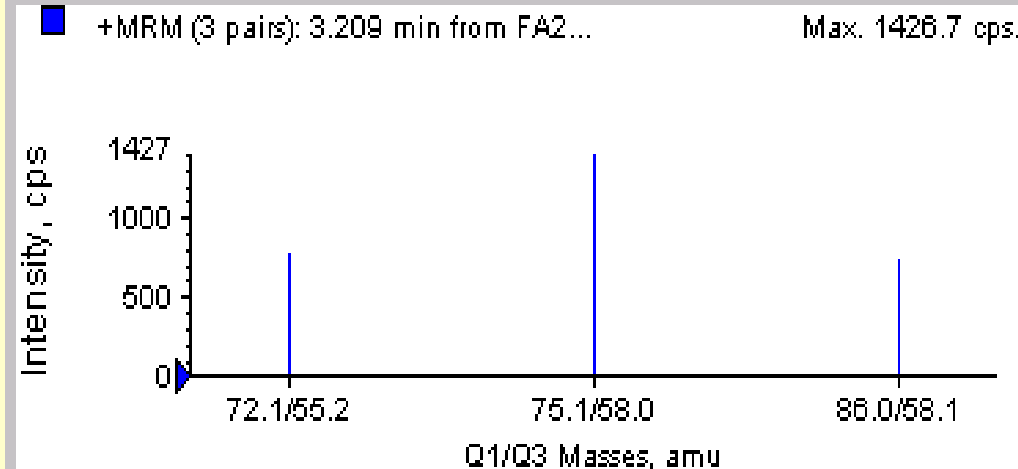
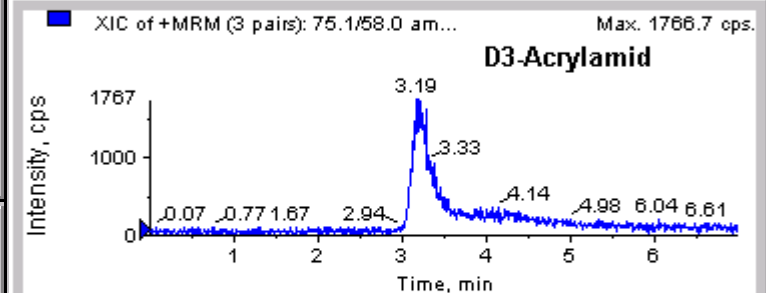
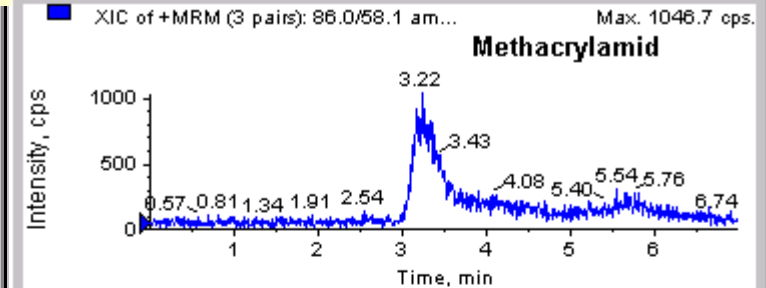
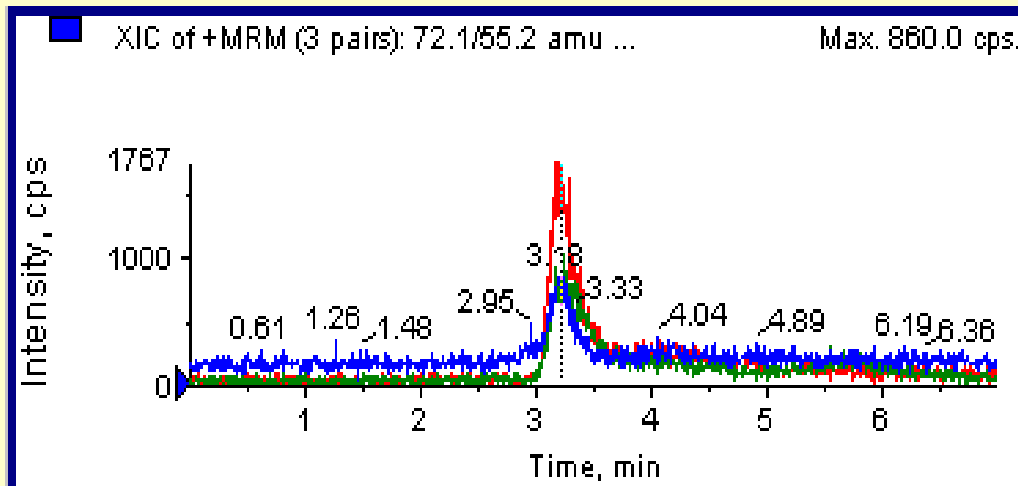
Abnahme der Information zum Molekül
Aber : Zunahme der Selektivität und Empfindlichkeit



LC-MS/MS



Messdaten LC-MS/MS



Gesamtfehler

