

Nová integrální strategie sledování organických polutantů v potravinách živočišného původu

**Kamila Kalachová, Jana Pulkrabová, Lucie Drábová,
Tomáš Čajka, Jana Hajšlová**

Ústav chemie a analýzy potravin

**XL. Symposium o nových směrech výroby a hodnocení potravin
Skalský Dvůr u Bystřice nad Pernštejnem, 3.– 5.5.2010**



CONFIDENCE **CONT**aminants in **F**ood and **F**eed: **I**nexpensive **DE**tecti**ON** for **C**ontrol of **E**xposure.



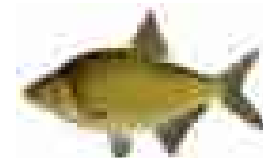
CONFIDENCE: Contaminants in food and feed: inexpensive DETECTION for control of exposure

Improving Food Safety in Europe: developing rapid tests for chemical contaminants in a new European research project.

Enter food through feed and non-feed routes for chemical contaminants in the food chain. This is the focus point of a new European research project called CONFIDENCE.

Cluster 1: Organic pollutants			Cluster 2: Veterinary pharmaceuticals		Cluster 3: Heavy metals	Cluster 4: Biotoxins		
WP1a POPs	WP1b PFCs	WP1c Pesticides	WP2a Cocci-diestats	WP2b Anti-biotics	WP3 Heavy metals	WP4a Alka-loids	WP4b Marine biotox.	WP4c Mycotoxins

CÍLE PROJEKTU CONFIDENCE



- Vyvinout nový postup přípravy vzorku pro simultánní stanovení širokého spektra kontaminantů v potravinách se zaměřením na ryby a potraviny na bázi cereálií.
 - Zrychlit a zjednodušit postup přípravy vzorku.
 - Snížit spotřebu organických rozpouštědel.
 - Snížit celkové finanční náklady.



Analyty

- *Dioxin-like* polychlorované bifenyly
- Bromované retardátory hoření
- Polycyklické aromatické uhlovodíky

Matrice

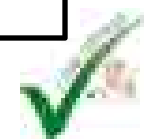
- Ryby, krmivo pro ryby

Analyty

- Polycyklické aromatické uhlovodíky

Matrice

- Potraviny na bázi cereálií



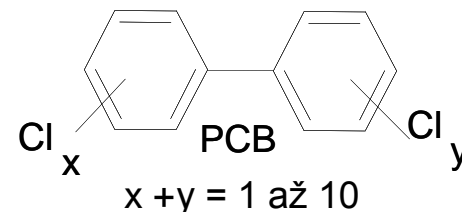
CÍLOVÉ SKUPINY KONTAMINANTŮ

■ POLYCHLOROVANÉ BIFENYLY (PCB)

Non-ortho PCB # 77, 81, 126, 169

Mono-ortho PCB # 105, 114, 118, 123, 156, 157, 167, 189

Indikátorové PCB # 28, 52, 101, 138, 153, 180

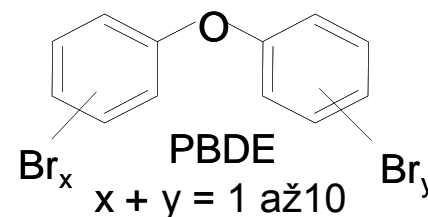


■ BROMOVANÉ RETARDÁTORY HOŘENÍ (BFR)

Polybromované difenyletery (PBDE) # 28, 47, 99, 100, 153, 154, 183

Hexabromcyklododekan (HBCD)

Polybromované bifenyly (PBB) # 153



■ POLYCYKlickÉ AROMATICKÉ UHLOVODÍKY (PAU)

Benz(a)anthracen

B[a]A

Cyklopenta(c,d)pyren

CP[cd]P

Benzo(a)pyren

B[a]P

Dibenzo(a,h)anthracen

DB[ah]A

Benzo(b)fluoranthen

B[b]F

Dibenzo(a,e)pyren

DB[ae]P

Benzo(c)fluoren

B[c]Fl

Dibenzo(a,h)pyren

DB[ah]P

Benzo(j)fluoranthen

B[j]F

Dibenzo(a,i)pyren

DB[ai]P

Benzo(k)fluoranthen

B[k]F

Dibenzo(a,l)pyrene

DB[al]P

Benzo(g,h,i)perylene

B[ghi]P

Indeno(1,2,3-cd)pyren

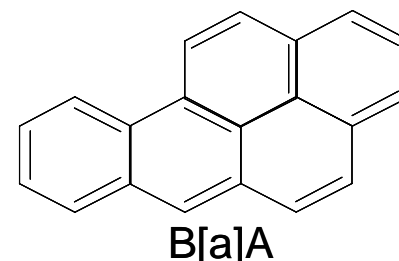
I[cd]P

Chrysen

Chr

5-Methylchrysen

5-MeChr



LEGISLATIVNÍ OPATŘENÍ



10.12.2006



Official Journal of the European Union

COMMISSION REGULATION (EC) No 1881/2006

of 19 December 2006

setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs

(Text with EEA relevance)

Stockholm Convention on persistent organic pollutants (POPs)

CONVENTION PROGRAMME COUNTRIES SECRETARIAT CONTACTS

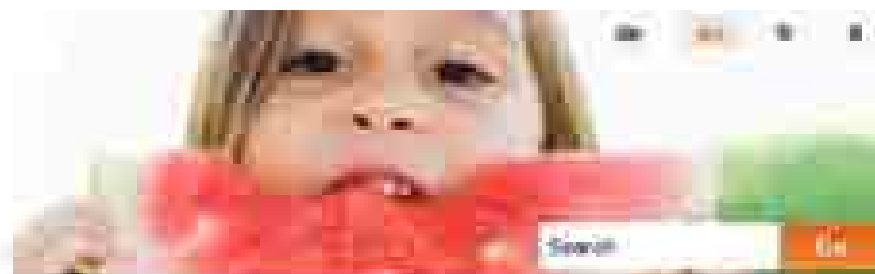
What are POPs?

Persistent Organic Pollutants (POPs) are organic chemical substances that do not break down easily. They persist in the environment and are transported over long distances. They are toxic to humans and the environment. They are also persistent in the environment.

- remain intact for exceptionally long periods of time (years, decades)
- become widely distributed throughout the environment, as a result of natural processes such as evaporation and long distance transport



European Food Safety Authority
Committed to ensuring that Europe's food is safe



Search [input] Go

Home | Press | **Work** | Publications | Press & Media | Networks | Calls for Contributions | Events | Page 1 of 1

Home > News > EFSA publishes scientific opinion for the...

10/07/2010

EFSA publishes scientific opinion for the...
News
10/07/2010

EFSA opinion on suitable indicators for both the occurrence and toxicity of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in food

Request for data on brominated flame retardants levels in foodstuffs
News
10/07/2010
Closed Calls for data
Consultation

Request for data on brominated flame retardants levels in foodstuffs

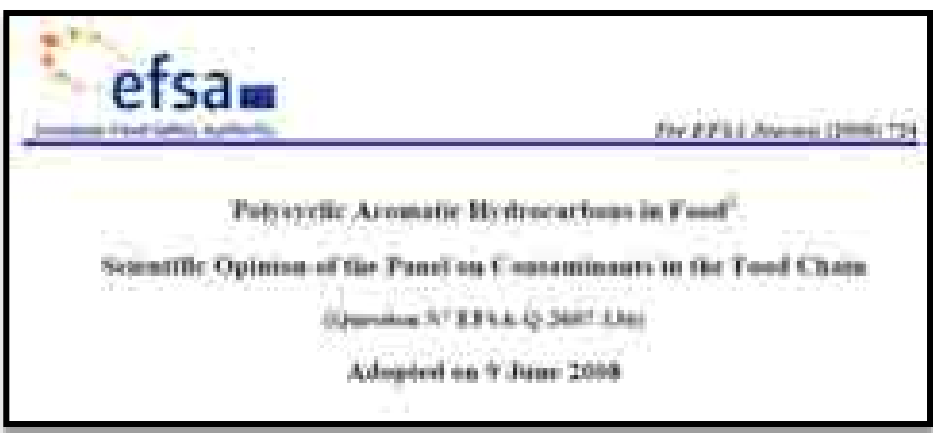
Deadline: 3 July 2010

Call for data

It is recommended to provide occurrence data on the following list of BFRs compounds:

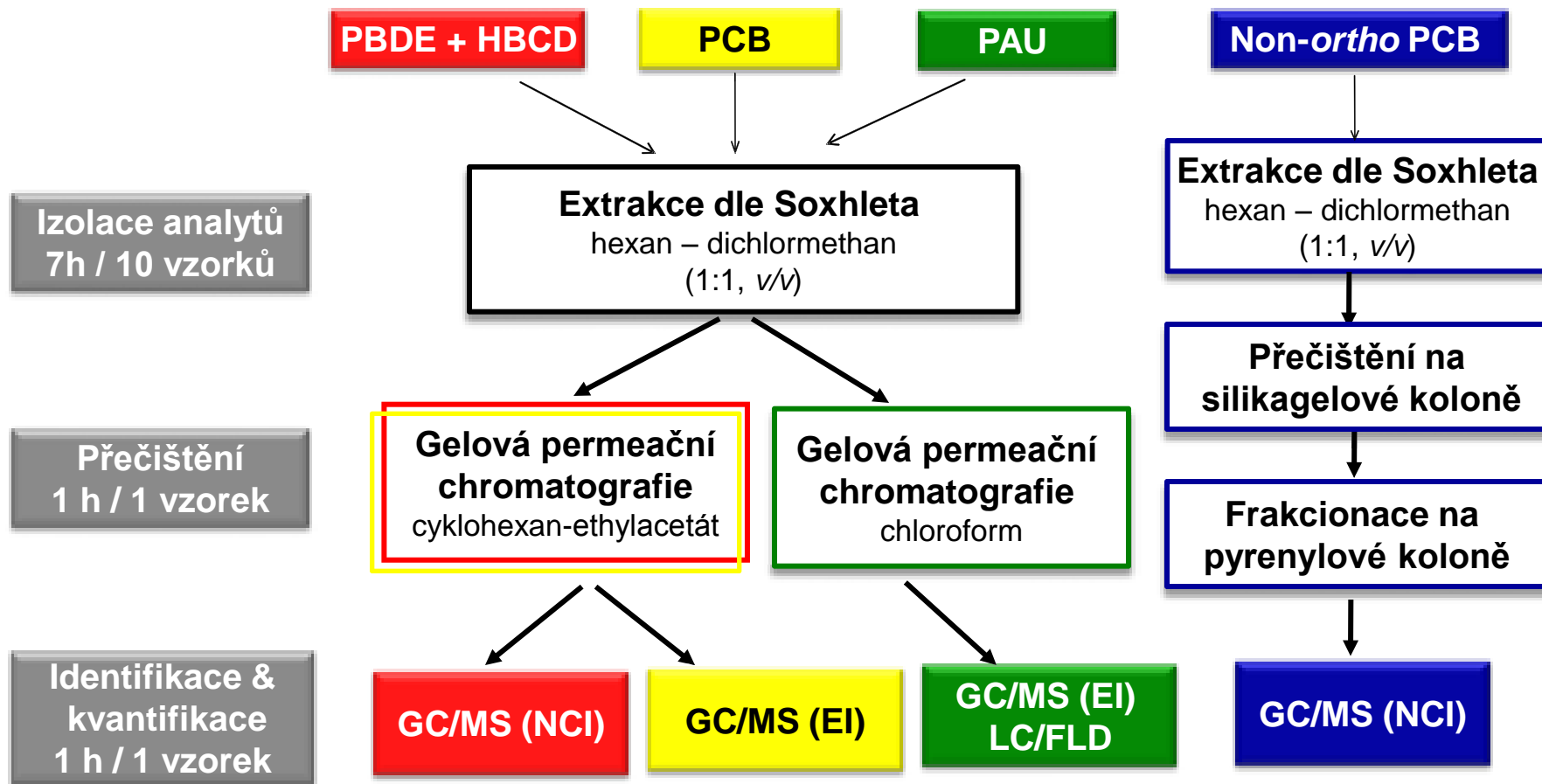
1. PBDEs: Polybrominated Diphenyl Ethers
2. PBBs: Polybrominated Biphenyls
3. HBCD: total amount of Hexabromocyclododecane
4. Tetrabromobisphenol A (TBBP-A) and other phenols
5. Emerging brominated flame retardants

Background



AKREDITOVANÉ POSTUPY STANOVENÍ

Časově náročné, pracné, vysoká spotřeba organických rozpouštědel... 

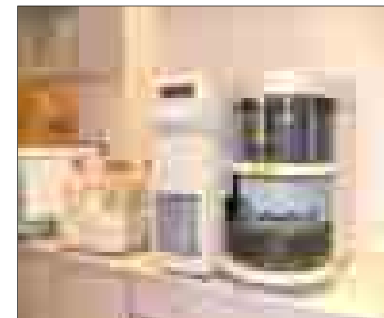


INTEGRALNÍ POSTUP STANOVENÍ 1



Izolace analytů & přečištění
25 min

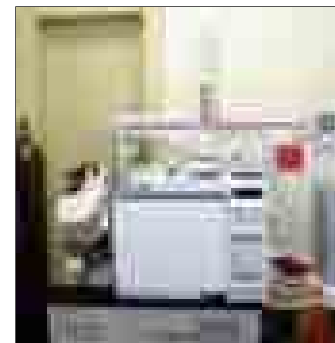
Extrakce kapalinou za zvýšeného tlaku
hexan-dichlormethan
Na₂SO₄, silikagel



ASE300, Dionex

Identifikace & kvantifikace
1 h

Identifikace & kvantifikace
GC/TOFMS (EI)

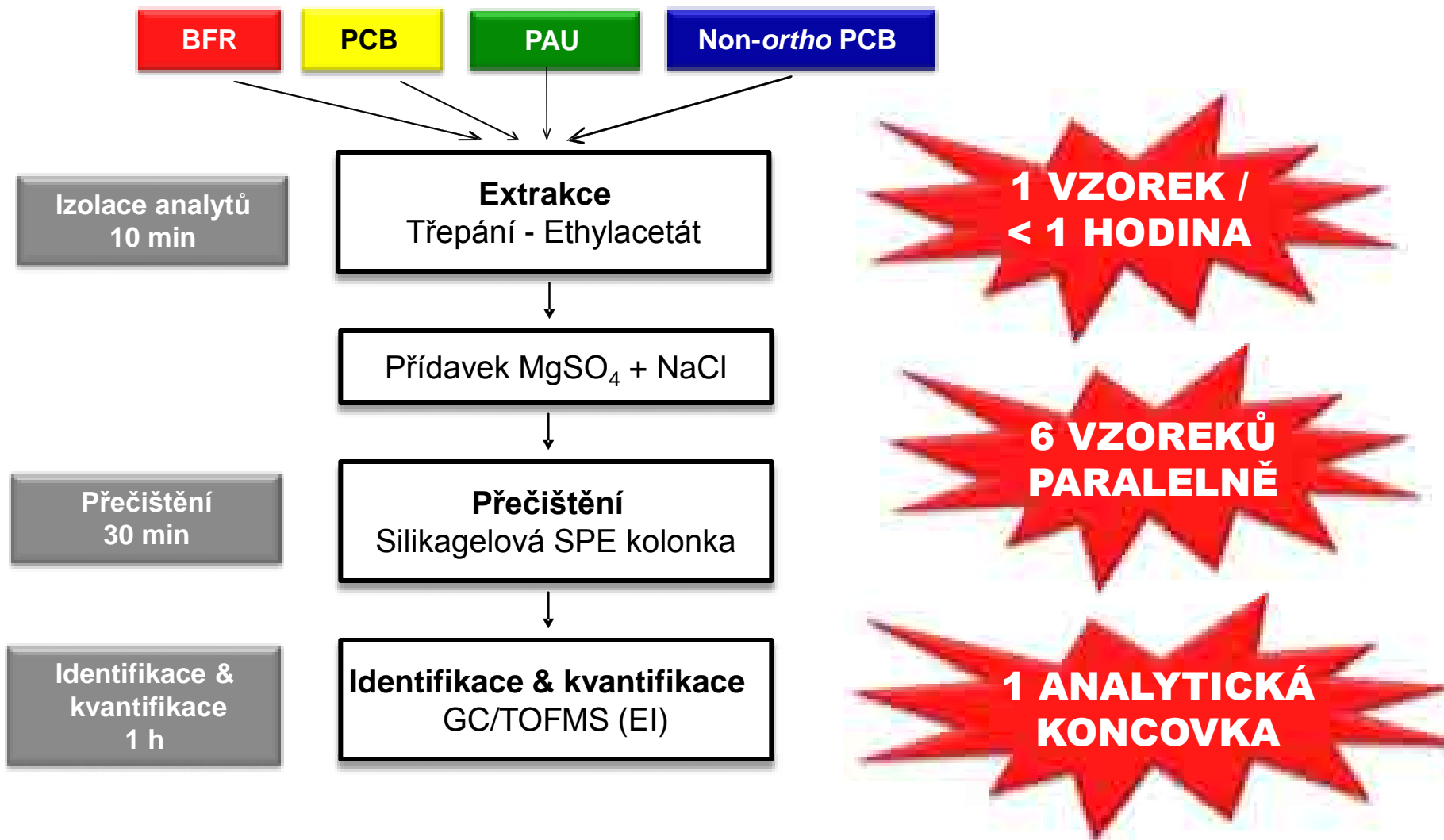


Agilent 6890N
Pegasus III, LECO Corp.

- PCB: 86 – 110%, RSD max 12%
- BFR: 80 – 90%, RSD max 12%
- PAH: 55 – 75 %, RSD až 28 %



INTEGRALNÍ POSTUP STANOVENÍ 2



VALIDACE INTEGRALNÍHO POSTUPU

Výtěžnost (%) a opakovatelnost RSD (%)

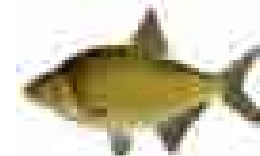
- rybí svalovina se známým přídatkem kontaminantů (n=6)
- hladina 1 a 2 = 1 a 5 µg/kg (PCB 138, 153 a PBDE 47 – 5 a 25 µg/kg)

Analyty	Hladina 1		Hladina 2		
	Výtěžnost [%]	RSD [%]	Výtěžnost [%]	RSD [%]	
Mono-ortho PCBs	PCB 105	113	9	108	11
	PCB 114	99	18	100	6
	PCB 118	95	9	87	13
	PCB 123	85	14	79	7
	PCB 156	96	9	77	11
	PCB 157	91	8	95	9
	PCB 167	75	10	76	10
	PCB 189	106	16	93	15
	Indik. PCBs	PCB 138	82	8	78
PCB 153		96	5	74	10
PCB 180		84	11	77	8
Non-ortho PCBs	PCB 77	88	7	87	6
	PCB 81	91	4	84	5
	PCB 126	77	5	74	11
	PCB 169	105	10	101	11
PBDEs	PBDE 28	82	8	87	7
	PBDE47	86	9	93	7
	PBDE 99	97	7	95	5
	PBDE 100	98	8	107	6
	PBDE 153	95	7	95	6
	PBDE 154	95	8	94	5
	PBDE 183	93	6	94	7

Analyty	Hladina 1		Hladina 2		
	Výtěžnost [%]	RSD [%]	Výtěžnost [%]	RSD [%]	
EU PAHs	B[a]A	82	2	88	6
	B[a]P	97	6	96	4
	B[b]F	84	4	86	7
	B[c]Fln	76	6	85	2
	B[j]F	85	4	92	4
	B[k]F	85	5	90	4
	B[ghi]P	96	6	94	4
	Chr	89	6	91	6
	CP[cd]P	83	7	89	5
	DB[ah]A	94	6	95	5
	DB[ae]P	85	3	86	2
	DB[ah]P	83	3	86	3
	DB[ai]P	83	4	85	6
	DB[al]P	90	9	92	6
	I[cd]P	95	4	91	6
	5MeChr	79	6	78	6



Salmon trutta



Abramis brama

ANALÝZA REALNÉHO VZORKU

akreditovaná metoda = referenční hodnota (100 %)

Cejn (*Abramis brama*)

Analyty		Postup přípravy vzorku		
		Akreditovaný [µg/kg]	Integrovaný [µg/kg]	Výtěžnost [%]
Mono-ortho PCBs	PCB 105	3.22	2.98	93
	PCB 114	< 0.01	0.83	-
	PCB 118	5.05	4.13	82
	PCB 123	0.58	0.43	75
	PCB 156	1.71	1.35	79
	PCB 157	0.16	0.15	94
	PCB 167	0.82	0.64	79
	PCB 189	0.2	0.22	110
	Indik. PCBs	PCB 138	29.33	24.89
PCB 153		13.62	14.76	108
PCB 180		13.11	14.83	113
Non-ortho PCBs	PCB 77	0.55	0.49	89
	PCB 81	0.03	< 0.1	-
	PCB 126	0.05	< 0.1	-
	PCB 169	< 0.01	< 0.1	-
PBDEs	PBDE 28	< 0.01	< 0.5	-
	PBDE47	4.92	4.03	82
	PBDE 99	< 0.01	< 0.5	-
	PBDE 100	0.59	0.54	92
	PBDE 153	0.06	< 0.5	-
	PBDE 154	0.25	< 0.5	-
	PBDE 183	< 0.01	< 0.5	-

Uzený pstruh (*Salmon trutta*)

Analyty		Postup přípravy vzorku		
		Akreditovaný [µg/kg]	Integrovaný [µg/kg]	Výtěžnost [%]
PAHs	B[a]P	18.2	16.4	90
	B[a]A	60.6	62.3	103
	B[b]F	13.8	10.4	75
	B[k]F	7.8	7.3	94
	B[j]F	6.6	5.7	87
	B[ghi]P	6.7	6.6	92
	Chr	45.9	39.4	86
	CP[cd]P	42.6	36.8	86
	DB[ah]A	0.55	0.49	89
	DB[ae]P	0.48	< 0.5	-
	DB[ah]P	< 0.3	< 0.5	-
	DB[a]P	0.32	< 0.5	-
	DB[a]P	0.39	< 0.5	-
	I[cd]P	6.83	6.1	89
	5-MeChr	2.7	2.2	82
B[c]Fln	16.3	12.8	79	



Salmon trutta



Abramis brama

ZÁVĚR

- Vyvinut nový postup přípravy vzorku pro simultánní stanovení PCB, BFR a PAU v rybí svalovině.

43 ANALYTŮ / 1 ANALÝZA

- Zrychlení a zjednodušení postupu přípravy vzorku.
- Snížení spotřeby organických rozpouštědel.
- Snížení celkových finančních nákladů.

PRACOVNÍ CHARAKTERISTIKY

Analyty	DI-PCB	BFR	PAU
Výtěžnost [%]	74-113	82-107	76-94
RSD [%]	4-18	5-14	2-9
LOQ [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	0,1-0,5	0,5	0,05-0,5
LOD [$\mu\text{g}/\text{kg}$]	0,05-0,1	0,1-0,25	0,01-0,1

POŽADOVANÉ LOD

- **Dioxin-like PCB:**
1 ng WHO-PCB-TEQ/kg
- **BFR:** $\leq 0,1 \mu\text{g}/\text{kg}$
- **B[a]P:** $1 \mu\text{g}/\text{kg}$

PLÁNY DO BUDOUCNA

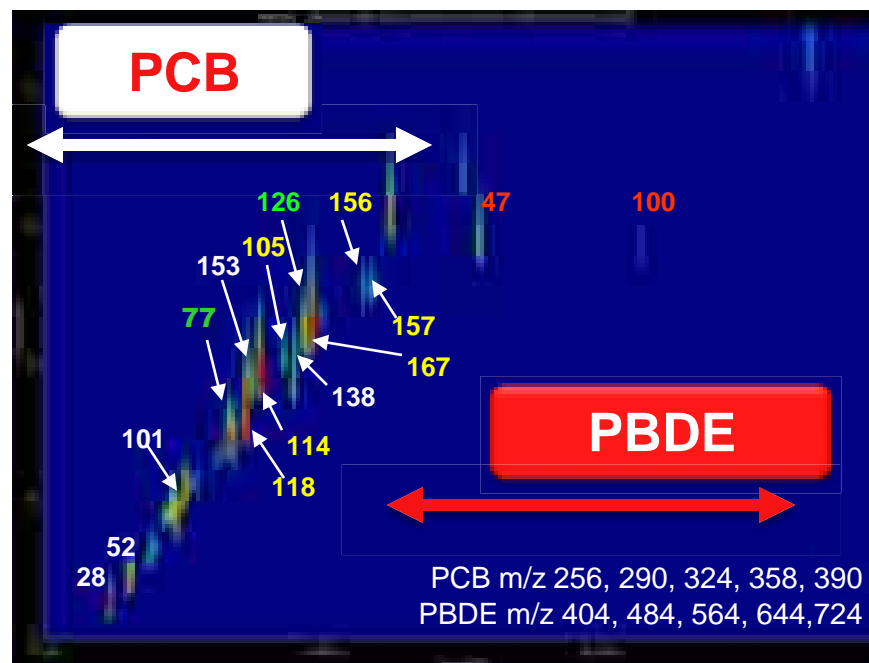
BPX 50 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
HT 8 (1 m × 0.1 mm × 0.1 μm)



Standard PCB a PBDE

- Mono-ortho PCB – 105, 118, 123, 156, 157, 167, 189
- Non-ortho PCB – 77, 81, 126, 169
- Indikátorové PCB – 28, 52, 138, 153, 180
- PBDE – 28, 47, 99, 100, 153, 154, 183

PAU →



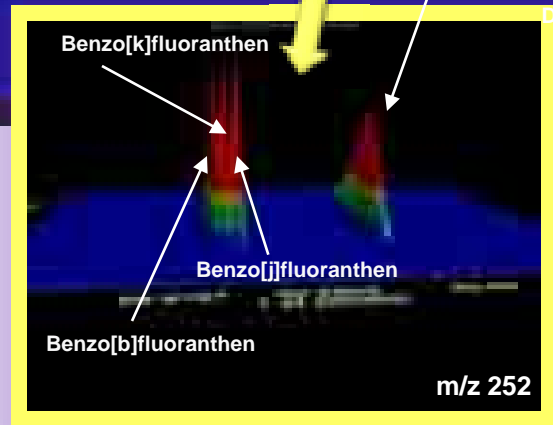
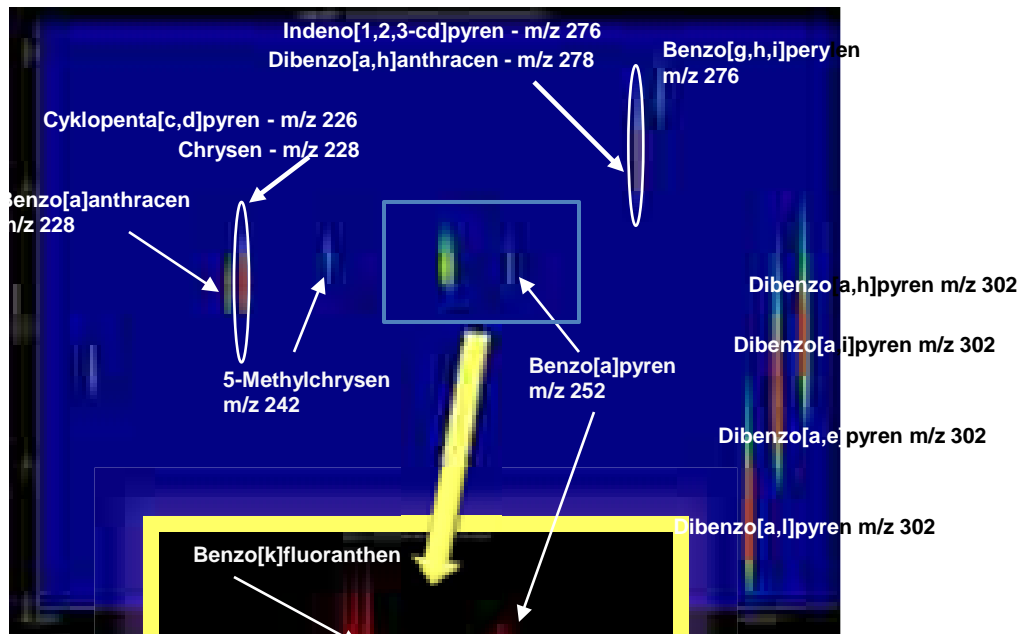
Žlutá – mono-ortho PCB
Zelená – non-ortho PCB
Bílá – major PCB
Červená – PBDE

Cejn (*Abramis brama*) ▶

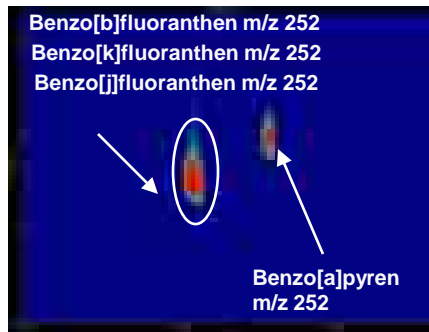
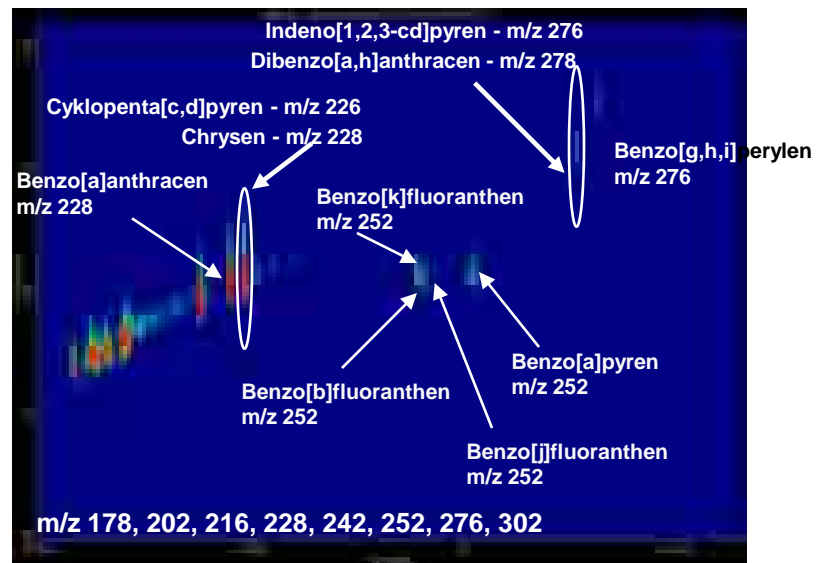
PLÁNY DO BUDOUCNA

BPX 50 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
HT 8 (1 m × 0.1 mm × 0.1 μm)

Standard PAU ▼



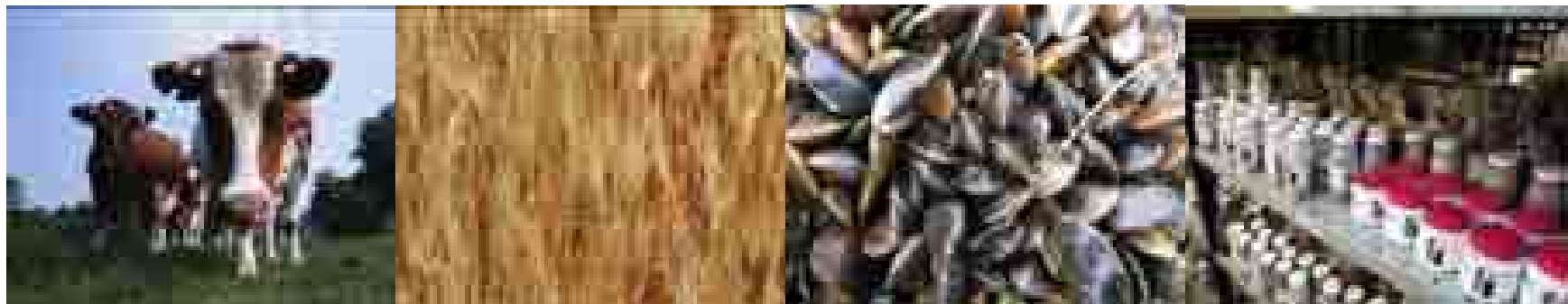
▼ Uzený pstruh



BPX 5 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)
HT 8 (1m × 0.1 mm × 0.1 μm)



Děkuji za pozornost...



kamila.kalachova@vscht.cz