

Tento výukový materiál je autorským dílem, které je chráněno autorským právem VŠCHT Praha.

Některé části přednášky vycházejí z autorských děl třetích osob, která VŠCHT Praha užívá pro účely výuky svých studentů na základě zákonné licence.

Obsah této přednášky je určen výlučně pro výuku studentů VŠCHT Praha.

Obsah přednášky nesmí být rozmnožován, zaznamenáván, napodobován, publikován ani jinak rozšiřován bez písemného souhlasu majitele autorských práv.

Autorské právo neporušuje ten student VŠCHT Praha, který výlučně pro svou osobní potřebu zhotoví záznam či napodobeninu díla nebo užije dílo jiným způsobem, který dle zákona autorské právo neporušuje.

© VŠCHT Praha 2020



Nové trendy v kontrole potravin

- Rychlá instrumentální analýza s minimální přípravou vzorku
- Primárně necílená analýza – sledování profilů
- Cílená analýza zaměřená na očekávané (objevené) sloučeniny

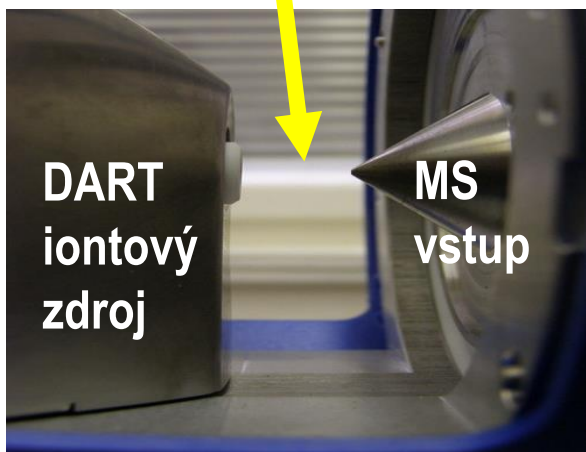
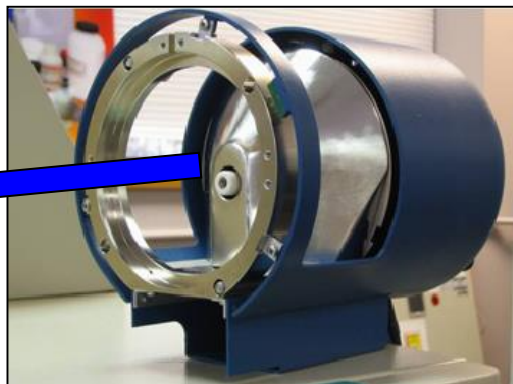
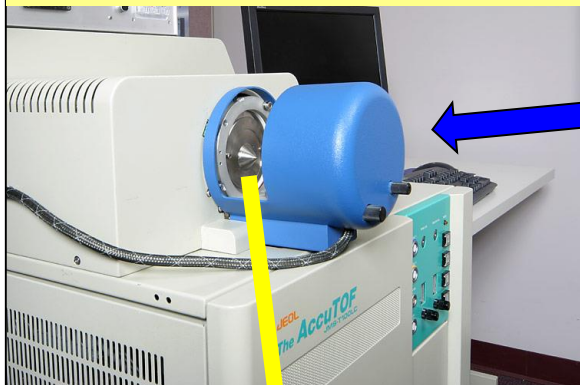
Možnosti moderních metod

- Identifikace neočekávaných sloučenin
- Retrospektivní analýza již naměřených dat
- Komplexní interpretační informace
 - složení, původ, dodržení technologie, falšování
- Zatím se nejedná o oficiální/normované metody



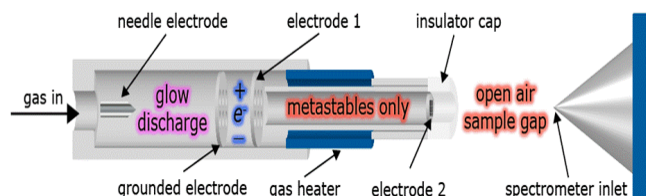
PŘÍMÁ MS → DART (DIRECT ANALYSIS IN REAL TIME)

MS-TOF ~ RP 7000 (FWHM)

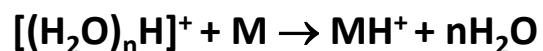
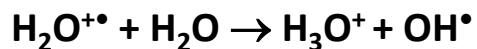
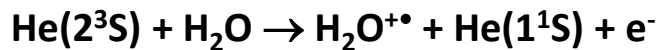


DART
iontový
zdroj

MS
vstup



Penningova ionizace



Rychlé měření

- vteřinová analýza

Vyhodnocení

Identifikace: přesná m/z

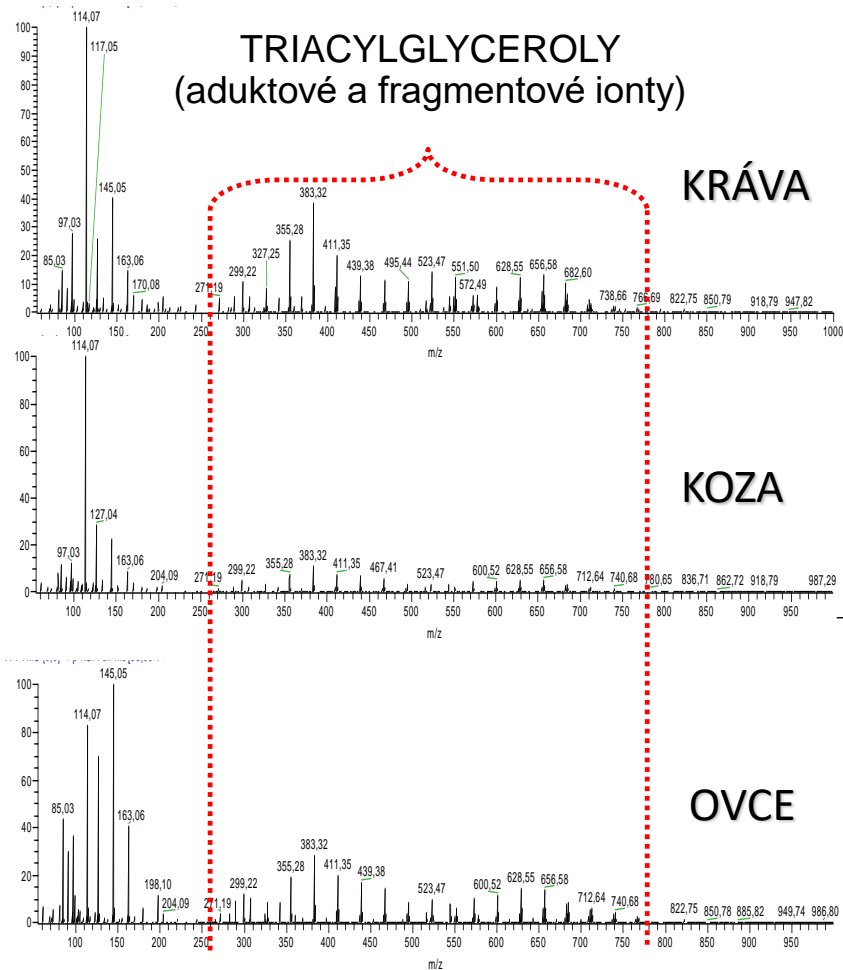
Kvantifikace: IS

Chemometrie

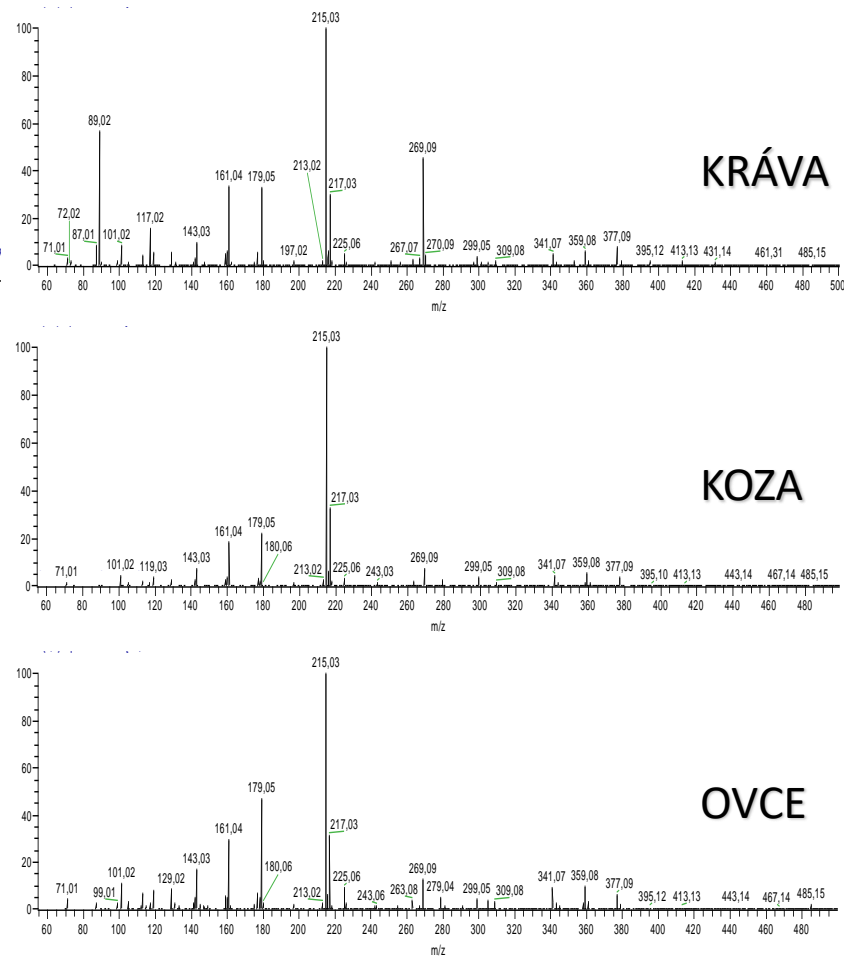


DART – TOFMS metabolické profily

DART[+] NAŘEDĚNÉ MLÉKO



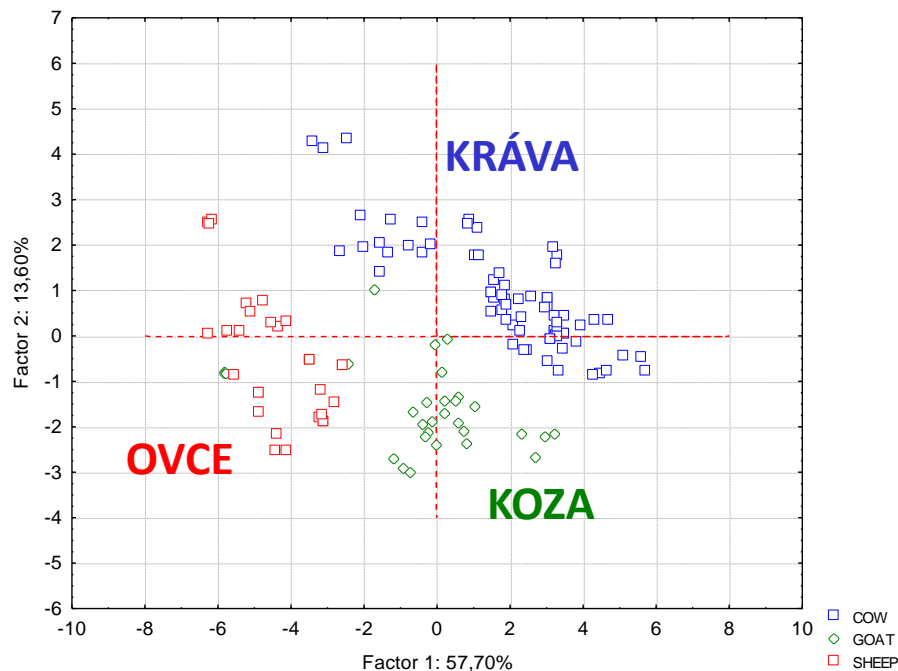
DART[-] NAŘEDĚNÉ MLÉKO



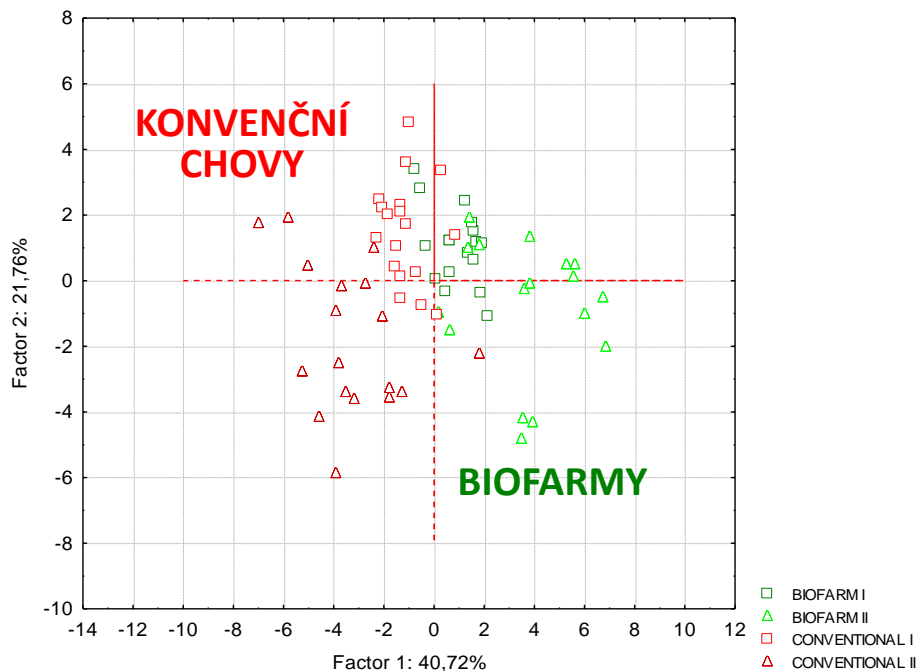
Statistické zpracování dat

CHEMOMETRICKÁ ANALÝZA – ANALÝZA HLAVNÍCH KOMPONENT

NAŘEDĚNÉ MLÉKO DART[+]
- 18 IONTŮ (PROMĚNNÝCH)



KRAVSKÉ MLÉKO (extrakt) DART[+]
- 22 IONTŮ (PROMĚNNÝCH)



DART–TOFMS:

Charakteristické látky metabolomu masa (vodný extrakt)

Sloučeniny detekované v **pozitivním** módu ionizace

Analyt	Elementární složení	[M+H] ⁺
Glycin	C ₂ H ₅ NO ₂	76,0399
Kadaverin	C ₅ H ₁₄ N ₂	103,1235
Kyselina γ -aminomáselná	C ₄ H ₉ NO ₂	104,0712
Histamin	C ₅ H ₉ N ₃	112,0875
Kreatinin	C ₄ H ₇ N ₃ O	114,0667
Prolin	C ₅ H ₉ NO ₂	116,0712
Threonin	C ₄ H ₉ NO ₃	120,0661
Nikotinamid	C ₆ H ₆ N ₂ O	123,0558
Skatol	C ₉ H ₉ N	132,0813
Hypoxanthin	C ₅ H ₄ N ₄ O	137,0463
Spermidin	C ₇ H ₁₉ N ₃	146,1657
Methionin	C ₅ H ₁₁ NO ₂ S	150,0589
Histidin	C ₆ H ₉ N ₃ O ₂	156,0773
Karnosin	C ₉ H ₁₄ N ₄ O ₃	227,1144
Anserin	C ₁₀ H ₁₆ N ₄ O ₃	241,1301

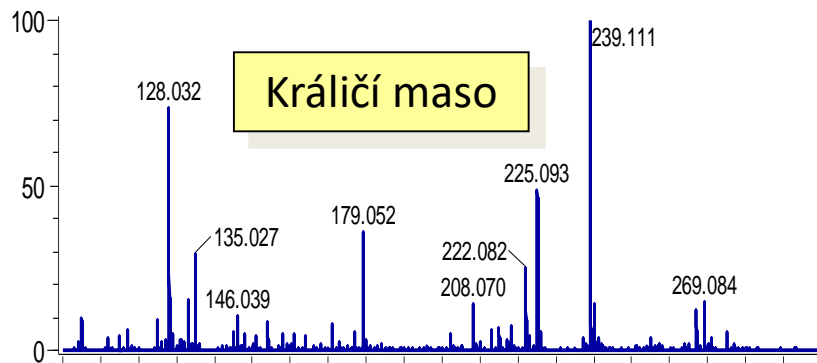
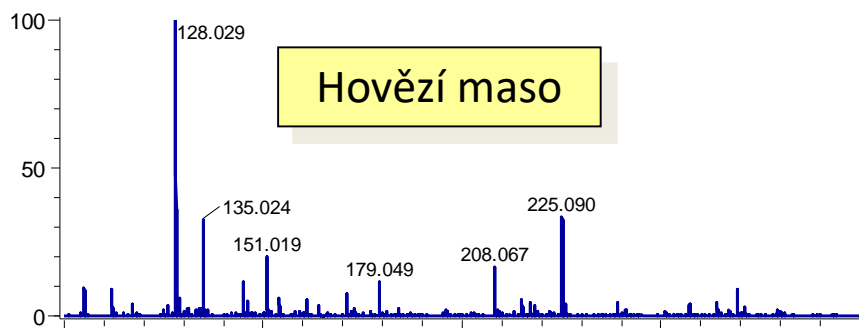
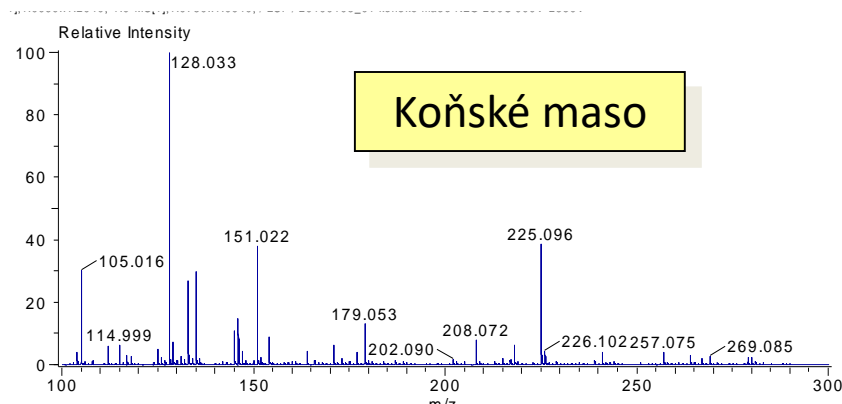
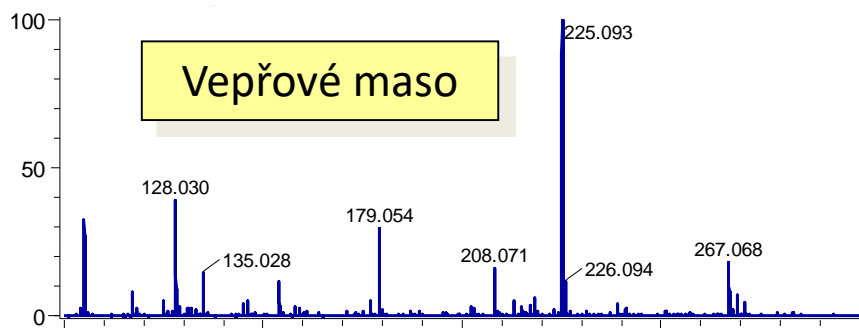
Sloučeniny detekované v **negativním** módu ionizace

Analyt	Elementární složení	[M–H] [–]
Kyselina mléčná	C ₃ H ₆ O ₃	89,0239
Kyselina glycerová	C ₃ H ₆ O ₄	105,0188
Kreatinin	C ₄ H ₇ N ₃ O	112,0511
Kyselina jantarová	C ₄ H ₆ O ₄	117,0188
5-Oxoprolin	C ₅ H ₇ NO ₃	128,0348
Hypoxanthin	C ₅ H ₄ N ₄ O	135,0307
Glutamin	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₃	145,0613
Kyselina glutamová	C ₅ H ₉ NO ₄	146,0453
Xanthin	C ₅ H ₄ N ₄ O ₂	151,0256
Glukosa	C ₆ H ₁₂ O ₆	179,0556
Karnosin	C ₉ H ₁₄ N ₄ O ₃	225,0988
Anserin	C ₁₀ H ₁₆ N ₄ O ₃	239,1144
6-Hydroxyl-1,6-dihydropurin ribonukleosid	C ₁₀ H ₁₄ N ₄ O ₅	269,0886



DART-TOFMS: Porovnání metabolomu různých druhů masa

Negativní mód ionizace

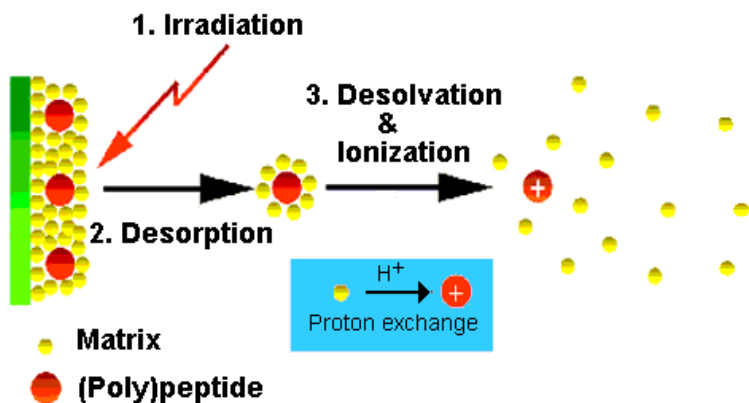


11:1.0960...1.2040...1.0*MS11:1.0730...1.0940: / ESI- / 20100108_01 konske maso NEG 250C 900V 2550V



PŘÍMÁ HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE – MALDI/TOF

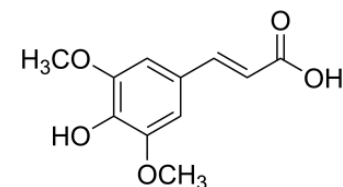
MALDI (Matrix Assisted Laser Desorption Ionization)



Vhodné matrice

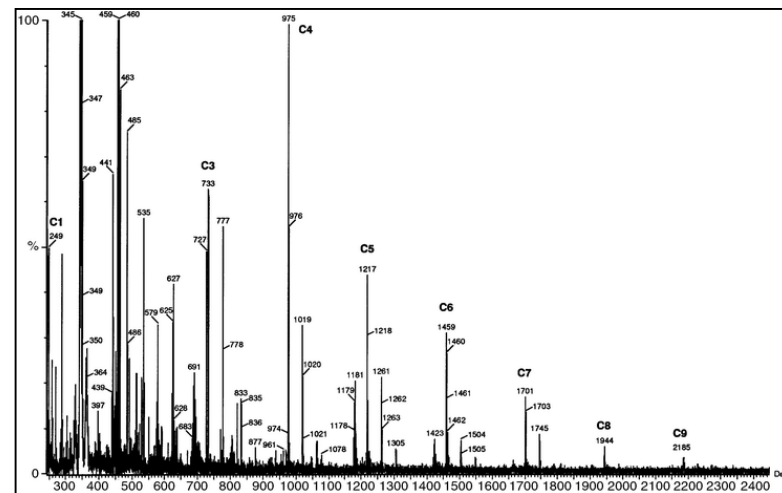
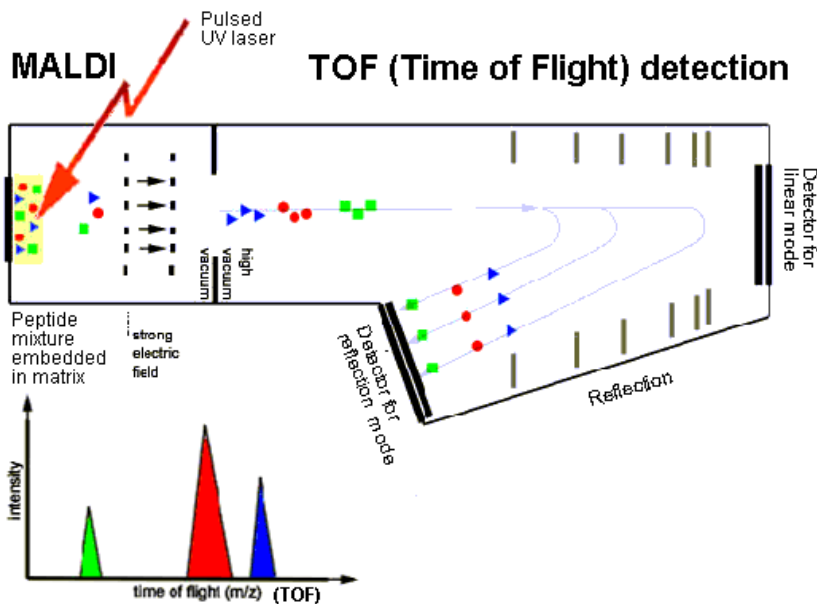
- *absorbují záření použitého laseru*

2,5-dihydroxybenzoová k. nebo sinapová k.
(promíchání nebo převrstvení)



UV: (N₂ laser - 337 nm; Nd:YAG laser 355 nm)

IČ: (Er:YAG laser - 2940 nm)

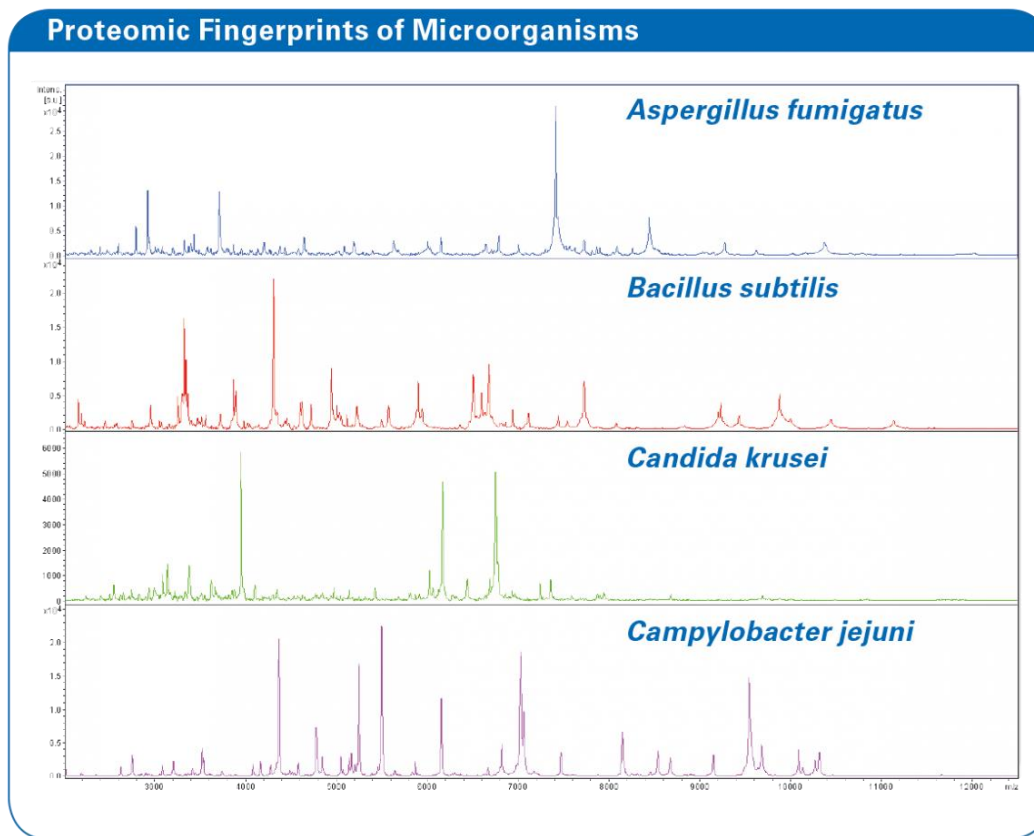


PŘÍMÁ HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE – MALDI/TOF

Příklad aplikace: rychlá detekce toxinů, bakterií - proteomické fingerprinty

Spektrální a profilové databáze - rychlý komparační algoritmus

Nenahrazuje plně alternativní metody (kultivace, PCR)



Porovnání syrového a homogenizovaného mléka

- 20 °C – temperace mléka
- 2 ml + 43 ml water (deioniz. Millipore)
+ 15 mL 10% CuCl₂
- 100 rpm for 30 min
- 6 ml - krystalizace

Eur Food Res Technol (2009) 229:175–178
DOI 10.1007/s00217-009-1039-7

SHORT COMMUNICATION

First tests of standardized biocrystallization on milk and milk products

Johannes Kahl · Nicolaas Busscher · Paul Doesburg ·
Gaby Mergardt · Machteld Huber · Angelika Ploeger



FTIR - infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací

Food Chemistry 190 (2016) 1109–1115



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Food Chemistry

journal homepage: www.elsevier.com/locate/foodchem

Analytical Methods

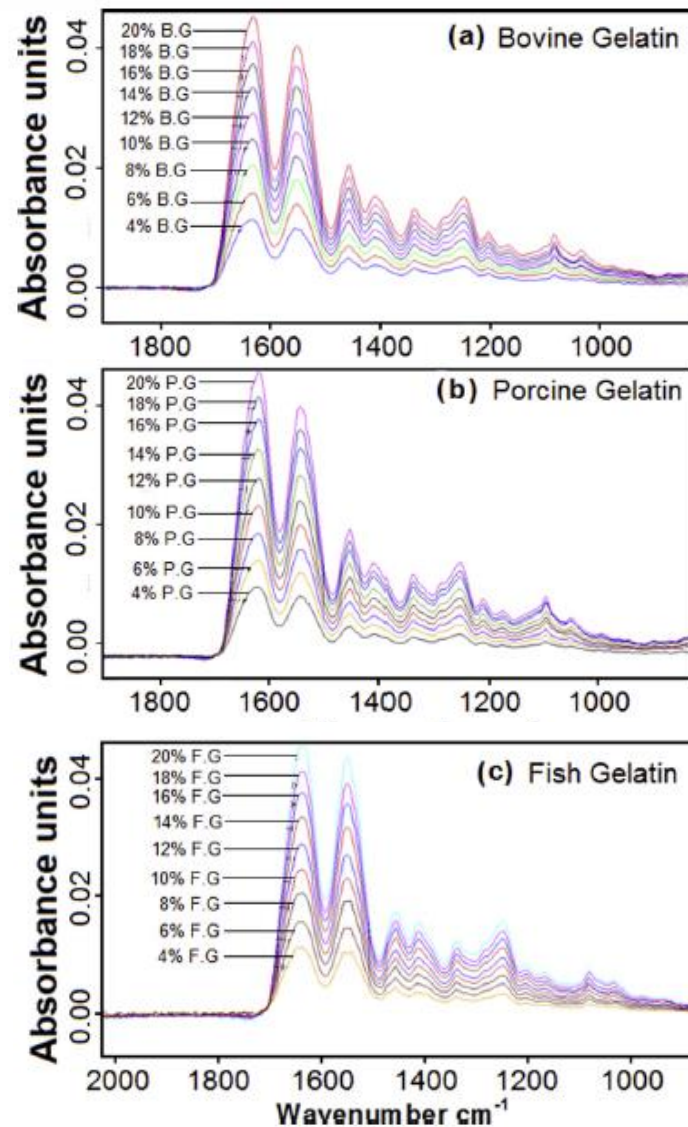
An evaluation of Fourier transforms infrared spectroscopy method for the classification and discrimination of bovine, porcine and fish gelatins

Nur Cebi, M. Zeki Durak*, Omer Said Toker, Osman Sagdic, Muhammet Arici

Yildiz Technical University, Chemical and Metallurgical Engineering Faculty, Food Engineering Department, 34210 Istanbul, Turkey

Porovnání spekter želatiny

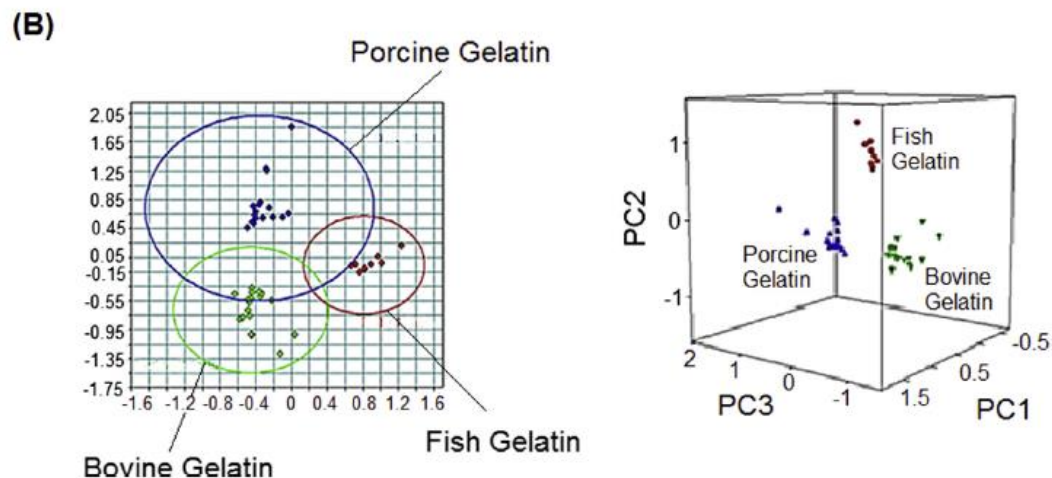
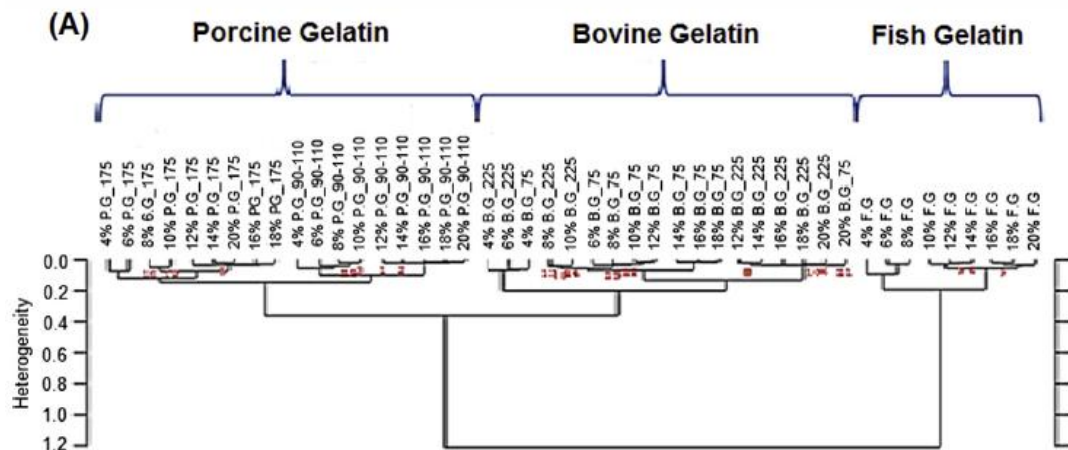
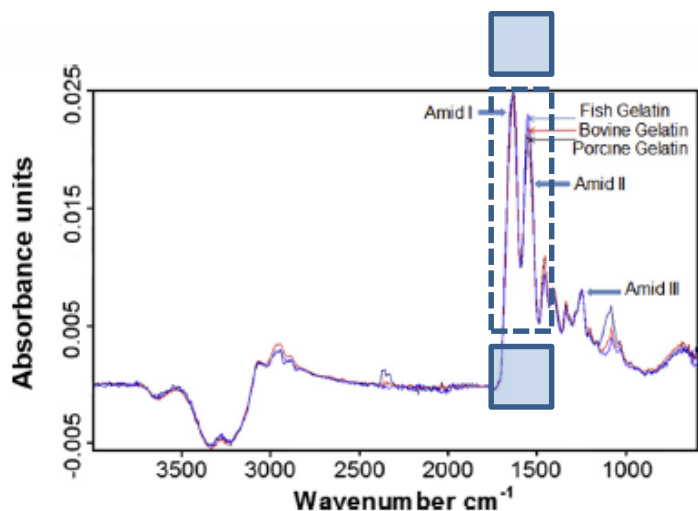
- ATR technika
- roztoky ve vodě (různé %)
- rozsah specifického spektra
2000 - 600 cm^{-1}



FTIR - infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací

Porovnání původu želatiny

- rozsah specifického spektra pro PCA (1. derivace):
1722 - 1487 cm^{-1}



NMR - nukleární magnetická rezonance

Food Research International 75 (2015) 106–114



ELSEVIER

Contents lists available at ScienceDirect

Food Research International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/foodres

NMR fingerprinting as a tool to evaluate post-harvest time-related changes of peaches, tomatoes and plums

Claudio Santucci ^a, Leonardo Tenori ^b, Claudio Luchinat ^{a,*}

^a Magnetic Resonance Center (CERM), University of Florence, Via Luigi Sacconi, 6, 50019 Sesto Fiorentino, Italy

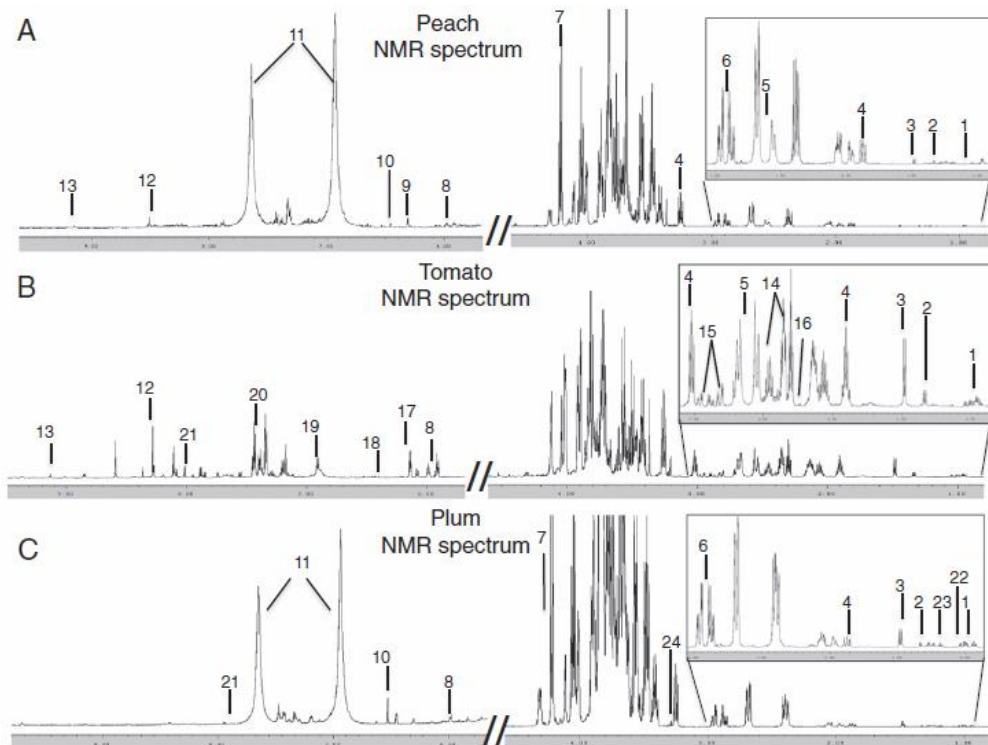
^b FiorGen Foundation, Via Luigi Sacconi, 6, 50019 Sesto Fiorentino, Italy

Měření NMR spekter - fingerprintů

- ovoce - oloupané a rozmixované + pufrý + odstředění
- změny v závislosti na době skladování → odhad doby skladovatelnosti
- NMR spectrum - pulsní technika se supresí píku vody



NMR - nukleární magnetická rezonance



1H-NMR spektra: broskev - A; rajské jablko - B a švestka - C.

1, Leu, Ile, Val; 2, Lactate; 3, Ala; 4, GABA; 5, Citrate; 6, Asn; 7, Sucrose; 8, UDPG and Uridine; 9, Flavonoids; 10, Fumarate; 11, Polyphenols; 12, Formate; 13, Trigonelline; 14, Glu and Gln; 15, Asp and Asn; 16, Succinate; 17, ATP; 18 Ferulate; 19, Tyr; 20, Trp; 21, UDP; 22, α -ketobutyrate; 23, Ethanol; and 24, Methanol.

Trend of the assigned metabolites along the collections of peaches, tomatoes and plums.

	Peaches		Tomatoes		Plums	
	Trend LP ^a	Trend LSD ^b	Trend LP	Trend LSD	Trend LP	Trend LSD
Alanine	^c	↓ ^d	↑ ^e	↑	↑	↑
Asparagine	^	√ ^f	^	^	/	^
Aspartate	/ ^g	/	↑	^	/	/
ATP	/	/	√	^	/	/
Choline	^	√	↓	^	√	↑
Citrate	/	/	^	^	/	/
Ethanol	↑	√	^	^	↑	↑
Ferulate	/	/	↑	↑	/	/
Flavonoids	^	^	/	/	√	^
Formate	/	/	↓	↓	/	/
Fucose	↑	↑	/	/	↑	↑
Fumarate	^	↓	↑	√	↑	↑
GABA	^	√	^	^	^	^
Galacturonate	^	↑	√	^	S ^h	↑
Glutamine	/	/	↓	^	/	/
Isoleucine	/	/	↓	^	/	/
Lactate	^	√	↓	^	↑	^
Methanol	↑	↑	↓	↓	^	↑
Polyphenolics	↓	√	/	/	^	↑
Succinate	/	/	↑	^	/	/
Sucrose	√	√	↑	↑	↑	^
Trigonelline	√	↑	↓	↑	/	/
Tryptophan	↑	↑	↓	^	/	/
Tyrosine	√	^	↓	^	/	/
UDP	^	√	↑	↑	^	^
UDPG	^	√	√	^	^	^
Uridine	√	^	↑	^	√	√
Valine	^	√	√	↑	↑	^
α -Ketobutyric acid	/	/	/	/	↑	↑

^a LP = local products.

^b LSD = large-scale distribution.

^c ^ = higher in the second collection with respect to the first and the third.

^d ↓ = decrease along the collections.

^e ↑ = increase along the collections.

^f √ = lower in the second collection with respect to the first and the third.

^g / = not assigned in the NMR spectra.

^h S = stable along the collections.

