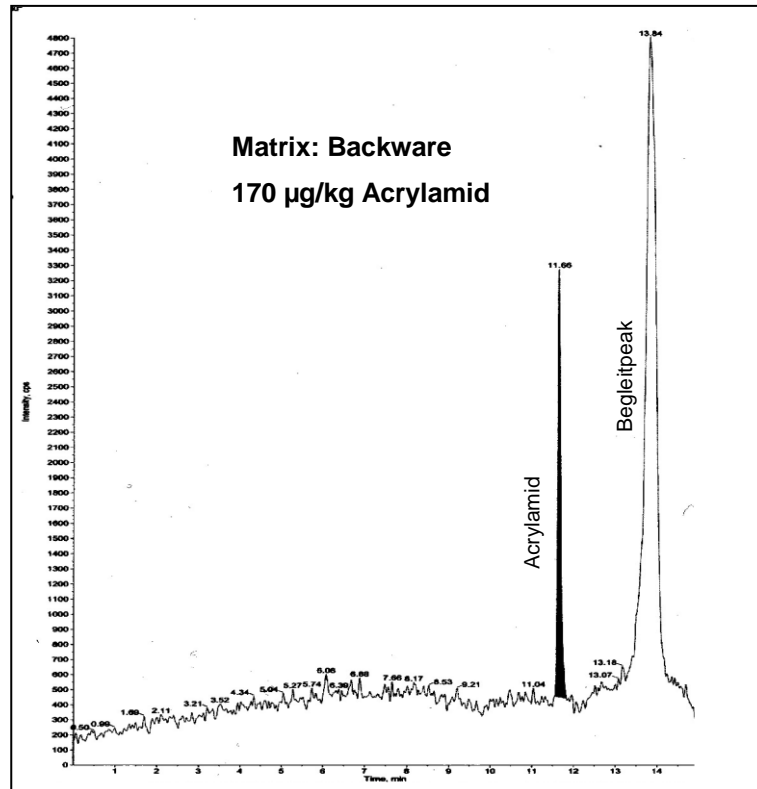


Acrylamid – Eine analytische Herausforderung



Chemische Eigenschaften von Acrylamid

$\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CO}-\text{NH}_2$; CAS-Nummer: 000079-06-1; Molgewicht $M = 71,08 \text{ g/mol}$; Dichte $D = 1,122 \text{ d/cm}^3$; Fließpunkt $F_P = 84 \text{ °C}$; farblose bis weiße Kristalle; sehr gut löslich in Wasser und Alkohol.

Acrylamid wurde im Frühjahr 2002 erstmalig als originär bzw. endogen gebildete Substanz in stark erhitzten, stärkehaltigen Lebensmitteln nachgewiesen (ppb- bis ppm-Bereich).

Messverfahren

Zur Bestimmung von Acrylamid in Lebensmitteln setzt sich zunehmend die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (High Performance Liquid Chromatographie, kurz HPLC) mit Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS) durch. Die Gründe liegen im vergleichsweise geringen Zeitaufwand für die Probenvorbereitung und -messung, den niedrigen Betriebskosten und der großen Selektivität und Spezifität der massenspektrometrischen Detektion.

Probenaufarbeitung

Aus der vorgetrockneten, zerkleinerten und entfetteten Probe wird nach Zugabe einer definierten Menge des dreifach deuterierten Acrylamids (Acrylamid- d_3 , $D_2C=CD-CO-NH_2$) als interner Standard, das Acrylamid mit Wasser extrahiert. Die Probelösung wird anschließend gereinigt und der erhaltene Extrakt analysiert. In Abhängigkeit von der Probenmatrix können zusätzliche Reinigungsschritte während der Aufarbeitung notwendig sein.

Probenmessung

Die eigentliche Probenmessung erfolgt mittels LC-MS/MS im MRM-Mode (Multiple Reaction Monitoring) mit ESI (Electrospray-Ionisation) positiv (siehe hierzu auch die LCI-Foci 7/8 2002: Massenspektrometrie - Technik für die Spurenanalytik und 9/2002: LC-MS/MS - Was ist das eigentlich?). Die Auswertung erfolgt über die Kalibrierung der Acrylamid-Peakflächen (siehe Abbildung: schwarz markiert) mit den Peakflächen des internen Acrylamid- d_3 -Standards.

Diese im LCI angewendete Messmethode gestattet den Nachweis von Acrylamidgehalten in Lebensmittel herab bis zu 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (Nachweisgrenze). Quantitative, statistisch abgesicherte Ergebnisse können ab 30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ gegeben werden (Bestimmungsgrenze).

Validierung

Da für die Bestimmung von Acrylamid in Lebensmitteln derzeit keine einheitliche normierte Analysenmethode existiert, initiierte das BgVV, Bundesinstitut für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin (jetziges BfR, Bundesinstitut für Risikobewertung) einen Laborvergleichsversuch (Proficiency Test) mit dem Ziel einer "laborübergreifenden" Methodvalidierung. Verschiedene Labore aus dem In- und Ausland u.a. auch das LCI nahmen hieran teil. Die Ergebnisse werden mit Spannung erwartet.

SÜSSWAREN (2003) Heft 1-2