

Súčasný stav v analýze aditívnych látok

TERÉZIA VACOVÁ — ALEXANDER SZOKOLAY — MILAN KOVÁČ

Súhrn. V rámci FAO je vypracovaný súbor analytických metód na stanovenie parametrov identity a čistoty potravinárskych aditívnych látok, ktoré sa dajú využiť pri vývoji aditívnych látok, ďalej ako metódy pre prevádzkovú a výstupnú kontrolu výroby aditívnych látok i pre kontrolu aditívnych látok ako vstupných surovín do potravinárskej výroby.

Požiadavky na systematickú kontrolu obsahov aditívnych látok v požívatinách v ČSSR sú dosiaľ ojedinelé, s výnimkou oblasti exportu a importu. Napriek tomu bude potrebné zabezpečiť analytické metódy pre túto kontrolu, keďže potravinárska výroba plne zodpovedá za akosť finálnych výrobkov. Z rozpracovaného materiálu Codex Alimentarius vyplýva návrh odporúčaných metód stanovenia aditívnych látok v požívatinách, pričom tieto metódy sú dostatočne overené a spoľahlivé. Na stanovenie ostatných aditívnych látok nie sú dosiaľ rozpracované metódy na takej úrovni, aby ich bolo možné odporúčať na všeobecné používanie. V prípadoch, že na stanovenie aditívnej látky existuje metóda schválená v ČSN alebo ON, treba pokladať normovanú metódu za záväznú a medzinárodne odporúčanú metódu iba za alternatívu.

Predložený materiál bol prerokovaný na zasadnutí Subkomisie pre šandardizáciu analytických metód v potravinárstve pri ČSAZ v r. 1986.

Problematike potravinárskych aditívnych látok sa venuje v súčasnosti veľká pozornosť, tak z hľadiska významu v potravinárskych technológiách, ako aj z hľadiska ich zdravotníckeho hodnotenia. Napriek tomu, že využívanie aditívnych látok u nás zaostáva za svetovým trendom (najmä pre ich nedostupnosť), našli už tieto látky uplatnenie takmer vo všetkých potravinárskych odboroch. Potravinárska výroba, ktorá je plne zodpovedná za zdravotnú neškodnosť finálnych výrobkov, mala by disponovať vhodnými analytickými metódami, umožňujúcimi analyzovať o. i. aditívne látky, ktoré sú v požívatinách cudzorodými látkami.

Ing. Terézia Vacová, CSc., Ing. Alexander Szokolay, DrSc., Ing. Milan Kováč, CSc.,
Výskumný ústav potravinársky, Trenčianska 53, 825 09 Bratislava.

Aditívne látky pre požívatiny musia spĺňať všetky hygienické požiadavky. Povolenie aditívnej látky pre potravinárske využitie je podmienené mnohými zdravotníckymi skúškami. Na základe rozhodnutia komisie expertov WHO je každá aditívna látka charakterizovaná hodnotou ADI — akceptovateľným denným príjmom. Technologické požiadavky a hodnoty ADI sú základnou bázou na určenie povolených dávok jednotlivých aditívnych látok do konkrétnych výrobkov. Z formulovaných odporúčaní Codex Alimentarius vychádzajú národné predpisy.

Analýza potravinárskych aditívnych látok v štádiu ich vývoja a schvaľovania je nevyhnutnou podmienkou zabezpečovania potrebnej čistoty a z toho vyplývajúcej zdravotníckej neškodnosti látok. Ide najmä o charakterizovanie látok z hľadiska obsahu ťažkých kovov a iných sprievodných nečistôt a ich udržanie na takých hraniciach, ktoré sú prípustné podľa kritérií FAO/WHO, keďže tieto kritériá sa rešpektujú i u nás pri schvaľovaní nových aditívnych látok pre využitie v potravinárskom priemysle. Analytické metódy, uplatňujúce sa v procese vývoja a schvaľovania aditívnych látok, nachádzajú uplatnenie aj pri ich kontrole ako vstupných surovín v potravinárskej výrobe.

Odhliadnuc od sledovania aditívnych látok v štádiu ich vývoja a schvaľovacieho procesu v oblasti zdravotníctva, možno v aplikačnom štádiu charakterizovať tri rozličné oblasti, ktoré sú viazané na možnosť využívania analytických metód.

1. Charakterizovanie každej aditívnej látky z hľadiska jej identity a čistoty, a to podľa požiadaviek, ktoré sú definované ešte skôr, ako sa začne s výrobou látky. Ak látka vyhovuje predpísaným kritériám, možno ju predložiť na schválenie a začať s jej priemyselnou výrobou. Určené parametre identity a čistoty treba dodržať po celý čas výroby aditívnej látky, určenej pre využitie v potravinárskom priemysle. Možno teda konštatovať, že ide o uplatnenie analytických metód pri prevádzkovej a výstupnej kontrole v rámci výroby aditívnej látky a uplatnenie rovnakých metód pri ich kontrole ako vstupnej suroviny pre potravinársku výrobu.

2. V oblasti potravinárskej výroby ide o kontrolu akosti výrobkov, ktorá by mala zahrňovať i kontrolu dodržiavania hygienických predpisov v zmysle povolených dávok jednotlivých aditívnych látok.

3. Napriek tomu, že výroba potravín je niekedy odkázaná na dodávky aditívnych látok označených iba komerčnými názvami — bez označenia presného zloženia, ale pritom zodpovedá za akosť svojich výrobkov, je žiadúce, aby mala k dispozícii analytické metódy umožňujúce identifikovať zloženie rozličných aditívnych prípravkov. Metódy dôkazu jednotlivých aditívnych látok majú významné uplatnenie v oblasti exportu a importu, najmä preto, že predpisy sú v mnohých krajinách odlišné. Snahy o zjednotenie predpisov v používaní aditívnych látok sa v súčasnosti prejavujú v rámci štátov EHS, čo na jednej

strane zjednoduší situáciu pri hodnotení výrobkov, zvýši však nároky na rozpracovanie metód analýzy takých látok, ktoré nie sú na použitie povolené.

Pre charakteristiku aditívnych látok povolených pre potravinársky priemysel (na určenie parametrov identity a čistoty) je v rámci FAO vypracovaný súbor analytických metód. Niektoré z nich sú všeobecne platné pre viaceré aditívne látky (ide napr. o analýzy čistoty čo do obsahu ťažkých kovov), iné sú špecifické pre konkrétnu látku a vychádzajú z podmienok jej výrobného procesu. Kontrolujú obsah nečistôt, ktoré by mohli byť do látky zanesené z použitých surovín alebo z výroby, avšak vo finálnom produkte by sa mali vyskytovať v minimálnom množstve, prípadne vôbec nie. Ako príklady možno uviesť stanovenie ďalších organických látok v syntetickom farbive, stanovenie voľného glykolátu sodného v karboxymetylcelulóze (ako rezíduum z karboxymetylačného procesu) a pod. Analytické metódy na charakterizovanie identity a čistoty jednotlivých aditívnych látok sú dobre rozpracované a priebežne sa zdokonaľujú, príp. sa vypracúvajú ďalšie metódy pre novoschvaľované aditívne látky.

Menej rozpracované sú metódy dôkazu a určenia aditívnych látok v potravinárskych výrobkoch. Vyplýva to najmä z toho, že pre každú aditívnu látku treba vypracovať viacero postupov izolácie (z rozličných druhov výrobkov), pričom mnohé aditívne látky sú príbuzné s prirodzenými zložkami potravín, takže ťažko možno rozlíšiť podiel pochádzajúci z prídavku.

Vychádzajúc z predpokladu zdravotnej nezávadnosti aditívnych látok, ktoré sa aplikujú do potravín v povolených dávkach, sa problematike ich analýzy v potravinárskych výrobkoch doteraz nevenovala mimoriadna pozornosť. Mnohé prirodzené aditíva možno aplikovať do výrobkov bez zvláštného obmedzenia, teda praktický význam analytickej kontroly tu zaniká. Zdanlivo bezvýznamná je kontrola aditívnych látok v takých prípadoch, keď sa predávkovanie nad povolenú hranicu viditeľne prejaví na akosti výrobku (predpokladá sa, že v senzoricky akostnom výrobku je dodržaná dávka aditívnej látky), čo však nezodpovedá skutočnosti, pretože pôsobenie aditívnych látok v systéme závisí nielen od ich množstva, ale aj od ďalších faktorov, napr. spôsobu a poradia dávkovania, prostredia, teploty a i. Takisto zdanlivo bezvýznamná kontrola obsahov aditívnych látok, ktoré sa pokladajú za zdravotne úplne neškodné (príp. i nemetabolizovateľné), nadobúda význam, ak si uvedomíme princíp prenosu a možnosti nepriamej kontaminácie potravín sprievodnými nečistotami aditívnych látok, ktorá je minimálna, ak sa dodrží predpísané dávkovanie aditív.

V rámci nášho potravinárskeho priemyslu sa v súčasnosti aditívne látky analyzujú iba ojedinеле. Význam dôkazu a stanovenia aditívnych látok v potravinách je nesporný vo sfére importu a exportu potravinárskych výrobkov. Napriek tomu, že sa zatiaľ u nás nevyžaduje priebežná kontrola obsahu apli-

kovaných aditívnych látok v požívatinách, treba sa na takúto možnosť pripraviť ako na súčasť zdravotného zabezpečenia potravinárskych výrobkov.

Pracovná skupina pre analýzu aditívnych látok, fungujúca v rámci Subkomisie pre štandardizáciu analytických metód v potravinárstve pri ČSAZ, vypracovala r. 1980 zoznam metód stanovenia aditívnych látok v požívatinách. Ako záväzné sa uvádzali metódy schválené ČSN alebo ON, odporúčané metódy vychádzali z tuzemských a zahraničných publikácií [1]. V oblasti normovania metód na stanovenie aditívnych látok u nás nedošlo odvtedy k zmenám. Počet aplikovaných aditívnych látok sa však rozšíril a došlo k nebývalému rozvoju metód analýzy aditívnych látok vo svete. Praktický význam nadobudlo i stanovenie takých látok, ktoré nie sú u nás povolené pre potravinárske účely. Počet publikovaných informácií o metódach analýzy aditívnych látok je veľký a neustále narastá, pričom pre praktické uplatnenie možno vybrať iba dostatočne overené a spoľahlivé metódy. Niektorými metódami analýz aditívnych látok v požívatinách sa zaoberajú i u nás publikované práce [2, 3].

Analýzou aditívnych látok v potravinárskych výrobkoch sa zaoberal výbor Codex Alimentarius pre aditívne látky na svojom 17. zasadnutí (1985), ktorý konštatoval, že ide o rozsiahlu problémovú oblasť a na podnet výboru sa urobil prieskum a určili sa priority pre ďalšiu činnosť v tejto oblasti. Pri rešpektovaní prísnych nárokov na analytické metódy je v súčasnosti rozpracovaný informačný materiál o metódach analýzy pre všetky aditívne látky, ktoré sa registrujú v údajovej banke FAO. Z materiálu vyplýva, že pre mnohé aditívne látky zatiaľ neexistujú vhodné analytické metódy, ktoré by bolo možné odporúčať pre všeobecné uplatnenie. Ide napr. o rozličné modifikované prípravky škrobu a celulózy, monovacylglyceroly a diacylglyceroly, sacharózoestery mastných kyselín, želatínu a iné.

Z hľadiska Codex Alimentarius treba vypracovať metódy stanovenia pre všetky aditívne látky, bez ohľadu na to, či sú povolené na aplikácie s určitým obmedzením alebo bez obmedzenia. Materiál, spracúvaný v rámci Codex Alimentarius, nepokladá sa za definitívny a má sa priebežne dopĺňať [4].

Pre aditívne látky povolené v ČSSR sa odporúčajú metódy uverejnené v publikácii *Official Methods of Analysis*, 14. vyd., Arlington, Virginia, USA, Association of Official Analytical Chemists, 1984, kde sú a) metódy označené ako „final action“, b) metódy označené ako „first action“.

U nás treba pokladať za záväzné metódy i naďalej tie, ktoré sú schválené záväznými ČSN, resp. ON. Na stanovenie ďalších aditívnych látok povolených u nás pre potravinárske aplikácie možno odporúčať ďalej uvedené metódy, ktoré odporúča Codex Alimentarius ako overené a platné. V prípade existujúcich záväzných normovaných metód treba pokladať medzinárodne odporúčané metódy iba za alternatívne. Metódy pre ostatné aditívne látky nie sú dosiaľ rozpracované na dostatočnej úrovni.

Zoznam medzinárodne odporúčaných metód na stanovenie aditívnych látok v požívatinách
(pre látky povolené v ČSSR):

Skupina látok Aditívna látka	Zdroj metódy	Poznámky
ANTIOXIDANTY Tokoferoly	a	Fotometrické stanovenie α -tokoferolu a α -tokoferolacetátu v potravinách a krmivách
Kyselina askorbová	a	Fotometrické stanovenie askorbátov, benzoátov, sorbátov a sulfidov v mäse
Propylgalát	a	HPLC stanovenie 7 antioxidantov v tukoch a olejoch
Butylhydroxyanizol	a	dtto
Butylhydroxytoluén	a	dtto
Kyselina citrónová	a	Gravimetrické stanovenie v mliečnych výrobkoch
	b	Pentabromacetónová metóda pre víno, nápojové koncentráty, likéry a chlieb
CHEMICKÉ KONZERVAČNÉ LÁTKY Kyselina benzoová a benzoát Na	a	3 kvalitatívne testy, titračné a fotometrické stanovenie pre potraviny, nápoje a mliečne výrobky
	b	TLC metóda pre potraviny
	b	GLC stanovenie kyseliny benzoovej a sorbovej pre viaceré potraviny
	b	Fotometrické stanovenie askorbátov, benzoátov, sorbátov a sulfidov v mäse
Sorbát Ca, K	b	dtto
	b	GLC stanovenie kyseliny benzoovej a sorbovej vo viacerých potravinách
	b	Fotometrické stanovenie kyseliny sorbovej oxidačnou metódou v syroch
	a	Fotometrické stanovenie v čerstvých syroch, kyslej smotane, jogurte a víne
Oxid siričitý	a	Gravimetrické a titračné stanovenie pre potraviny
Kyselina mravčia	a	Destilácia a titrácia alebo gravimetrické stanovenie prchavých mastných kyselín: octovej, maslovej, mravčej, propiónovej, všeobecne pre potraviny
$K_2O_2S_5$	a	Využitelná je Monierova—Williamsova metóda na stanovenie SO_2
KYSELINY, ZÁSADY, SOLI Kyselina citrónová	a	Gravimetrické stanovenie v mliečnych výrobkoch
	b	Pentabromacetónová metóda pre víno, nápojové koncentráty, likéry a chlieb
Kyselina jablčná	a	Ionexová chromatografia a fotometria pre javorový sirup
	a	Stĺpcová chromatografia a titrácia pre víno, likéry a nápojové koncentráty
	a	Polarimetrické stanovenie v ovocných výrobkoch

Kyselina fosforečná	a	Gravimetrické alebo fotometrické stanovenie ako celkový P alebo P_2O_5 pre viaceré potraviny
Kyselina mliečna a mliečnany Na, K, Ca	a	Fotometrické stanovenie — vyjadrenie ako Na_3PO_4
Kyselina octová a octany Ca, Na, K	a	Fotometrické stanovenie v mliečnych výrobkoch, ovocných výrobkoch, vajciach a víne
Kyselina vínna a vínany K, Na	a	GLC stanovenie vo vajciach
Kyselina fumárová	a	Stĺpcová chromatografia a titrácia pre chlieb, pečivo, vajcia a rybie výrobky
Dusičnany K, Na	a	GLC stanovenie vo vajciach
Jodid K	a	Identifikácia papierovou chromatografiou v chlebe a pečive
	a	Titračné stanovenie v syroch, likéroch, ovocných výrobkoch, nápojových koncentrátoch a vínach
	a	Dôkaz kyseliny vínnej v syroch
	a	Stanovenie celkového a voľného vínanu v práškoch
	a	Polarografické stanovenie pre potraviny (roztoky a prášky)
	b	Fotometrické stanovenie NO_2^- po redukcii dusičnanov na dusitany na kadmiovej kolóne
	a	a stanovenie z rozdielu — metóda pre syry
	a	Kvalitatívny dôkaz Br^- a I^-
LÁTKY CHUŤOVÉ, VONNÉ A POVZBUDZUJÚCE Glutamát Na	b	Potenciometrická titrácia pre potraviny všeobecne
Sorbitol	a	GLC stanovenie v potravinách
	a	GLC stanovenie fruktózy, glukózy, sorbitolu a sacharózy v ovocných šťavách
LÁTKY UPRAVUJÚCE KONZISTENCIU Agar	a	Dôkaz v mäse a bujónoch
Kyselina alginová a algináty Ca, K, Na	a	Dôkaz v čokoládových nápojoch, mrazených dezertoch a výrobkoch
Guarová guma, arabská guma, karagénany	a	Dôkaz v majonézach a dressingoch (test nevyužitelný v prítomnosti škrobu)
Tragant	a	Dôkaz v dressingoch (test využitelný v prítomnosti škrobu)
Pektín	a	Dôkaz v srvátkových syroch
	a	Dôkaz a IR-stanovenie v mrazených smotanových krémoch a mrazených dezertoch
	a	Gravimetrické stanovenie v kakaových produktoch
	b	Gravimetrické stanovenie v ovocných produktoch
ROZPŮŠŤADLÁ Etanol	a	Pyknometrické alebo hydrometrické stanovenie v pive, likéroch, aromatizujúcich extraktoch, ovocných produktoch, nealkoholických nápojoch a koncentrátoch a sirupoch pre cukrovinky

Glycerol	a	Stanovenie pomocou refrakčného indexu pre nealkoholické nápoje a koncentráty
	b	GLC stanovenie v aromatizujúcich extraktoch a vínach
Propán-2-ol	a	Stanovenie priamym vážením alebo oxidáciou v pive, likéroch, arómach, víne a octe
	a	Titračné stanovenie vo vajciach (aj dôkaz)
	a	Meranie farby na prístroji Lovibond Tintometer pre kokosovú múčku
	a	Dôkaz v likéroch
1,2-dichlóretán	a	Titračné stanovenie pre citrónové extrakty, citrónové a pomarančové arómy, kazeín, škoricové, klinčekové a pepermitové extrakty
	a	GLC stanovenie

Označenie zdroja metódy vyplýva z predchádzajúceho textu.

Literatúra

1. SZOKOLAY, A., Posudzovanie cudzorodých látok v požívatinách z hľadiska racionálnej výživy. Bratislava, SSRV 1981.
2. PRÍBELA, A., Analýza cudzorodých látok v požívatinách. Bratislava, Alfa 1974.
3. DAVÍDEK, J. a kol., Laboratorní příručka analýzy potravin. Praha, SNTL 1977.
4. Codex Alimentarius Commission, CX/FA 85/11 — Add. 1, FAO/WHO 1985.

Настоящее положение в анализе непищевых добавлений

Резюме

В рамках ФАО разработан комплекс аналитических методов определения параметров идентичности и чистоты непищевых добавлений в пищевой промышленности, которые применимы в развитии непищевых добавлений, далее в качестве методов для производственного и выходного контроля продукции непищевых добавлений и для контроля непищевых добавлений в виде входного сырья в производство пищевых продуктов.

Будет необходимо обеспечить аналитические методы для контроля содержания добавлений в пищевых продуктах поскольку пищевая промышленность полностью отвечает за качество конечных продуктов. Из материала по Codex Alimentarius вытекает предложение рекомендованных методов определения непищевых добавлений в продуктах питания, причем эти методы достаточно проверенны и достоверны. Для определения других непищевых добавлений не были до сих пор разработаны методы на таком уровне, чтобы их можно было рекомендовать для всеобщего применения. Если для определения непищевого добавления существует метод, утвержденный в ЧСН или ОН, необходимо считать нормированный метод обязательным а международно рекомендованный метод лишь альтернативой.

The state of the art of the analysis in the sphere of additives

Summary

In the framework of FAO the complex of analytical methods for the evaluation of identity and purity parameters of food additives was elaborated. These methods can be utilized for the additives development as well as for the operation and output controls of additive production and for the control of additives which are the input feedstocks in food production.

It is necessary to prepare analytical methods for the control of food additives because the food production is fully responsible for the final products quality. The Codex Alimentarius recommended methods for the food additives determination in food are reliable and they are also sufficiently evaluated. Methods for the determination of some other additives don't reach such level to be possible to recommend them for general use. If the approved method in ČSN (Czechoslovak Standard) or in ON (Branch Standard) exists for the additive determination, it is necessary to consider this standard method for the obligatory one. The internationally recommended method can be considered only for the alternative one.