



STÁTNÍ ZEMĚDĚLSKÁ
A POTRAVINÁŘSKÁ INSPEKCE
ÚSTŘEDNÍ INSPEKTORÁT
Květná 15, 603 00 Brno
tel.: 543 540 201, fax: 543 540 202

Vyřizuje: Ing. Alena Hegerová
Č.j.: SZPI/AF992-5/2018

Tel.: 542 426 630

E-mail: alena.hegerova@szpi.gov.cz

Datum: 4. 9. 2018

Vinospol, spol. s r.o.
Údolní 1076
696 11, Mutěnice
IČO: 269 42 607

právně zastoupený

advokátem, ev. č. [redacted]
datová schránka: [redacted]

Věc: Odpověď na žádost o poskytnutí informace dle zákona č. 106/1999 Sb, o svobodném přístupu k informacím, ve znění pozdějších předpisů

Vážený pane [redacted]

Státní zemědělská a potravinářská inspekce (dále „SZPI“ nebo „povinný subjekt“) obdržela dne 13. 8. 2018 Vaši žádost o poskytnutí informací dle zákona č. 106/1999 Sb., o svobodném přístupu k informacím, ve znění pozdějších předpisů (dále „zákon č. 106/1999 Sb.“).

SZPI požádala dne 20. 8. 2018 o upřesnění předmětné žádosti; upřesnění bylo doručeno povinnému subjektu obratem, dne 20. 8. 2018.

Bod č. 1 Poskytněte úplnou metodu „Stanovení gama-laktonů pro odhalování falšování vína přidavkem syntetického aroma chirální plynovou chromatografií s MS detekcí“, kód SZPI V138, pořadové číslo 314 (podle osvědčení o akreditaci č.: 313/2017), metoda SZPI 4821.

V tomto bodě žádosti bylo rozhodnuto o částečném odmítnutí Vaší žádosti v rozsahu poskytnutí celé metody SZPI 4821 s výjimkou obecných informací o pracovním postupu, vyhodnocování naměřených dat, interpretaci výsledků s ohledem na falšování vína a literaturu. Dané rozhodnutí Vám bude doručeno samostatně.

Pracovní postup

Postup

Jednotlivé analyty jsou kvantifikovány metodou externí kalibrace. Obsah γ -laktonů ve víně se stanovuje externími kalibracemi jako suma obou enantiomerů každého γ -laktonu. Pro přípravu kalibračních extraktů je jako matrice použito víno neobsahující žádný z analyzovaných γ -laktonů nebo víno modelové.

Připraví se pracovní roztok S1-lakt směsi γ -laktonů [10 mg.l⁻¹] a pracovní roztok S1- ϵ -C10 [10 mg.l⁻¹] v ethanolu pro přípravu standardních roztoků pro kalibrační přímku.

SZPI 810210724

Do sady vialek o objemu 40 ml se napipetuje 20 ml vína neobsahující žádný z analyzovaných laktonů nebo víno modelové a přidá se určité množství roztoku směsi standardů pro měření standardů kalibračních závislostí.

Pro ověření, že vnitřní standard neinterferuje se složkami zkušební vzorku vína, je nutné připravit blank.

Pokud by ve zkušebním vzorku vína byla koncentrace sledovaných laktonů mimo rozsah kalibrační přímky, je vhodné koncentrační řadu doplnit nebo provést ředění vzorku.

Příprava vzorku

20,0 ml vzorku se napipetuje do 40 ml vialky a přidá se 100 µl roztoku interního standardu ε-C10 (ε-Decalactone).

Extrakce

K připraveným vzorkům (standardním roztokům pro kalibrační přímku) se přidá $4,0 \pm 0,1$ g NaCl. Po rozmíchání se k roztoku napipetuje 400 µl CFC-113 (1,1,2-Trichloro-1,2,2-trifluoroethan). Vialka se ihned uzavře a směs se 15 minut třepe na laboratorní třepačce. Pro lepší oddělování fází se směs po vytřepání cca 15 minut chladí v lednici. Potom se vzorek odstředí na laboratorní centrifuze (3000 ot./min, 10 min). Po odstředění se spodní organická fáze pomocí Pasteurovy pipety převede do GC-vialky s insertem a vialka je pečlivě uzavřena. Takto připravený extrakt se přímo použije pro GC-MS analýzu.

GC-MS analýza

Provádí se minimálně dvě paralelní měření jednoho extraktu vzorku.

Vyhodnocení naměřených dat

Vyhodnocení GC-MS analýzy

Identifikace analytu

Identifikace píku v chromatogramu je založena na porovnání RRČ analytu (tj. RČ analytu ku RČ vnitřního standardu) s průměrným RRČ standardů v kalibrační řadě. RRČ analytu by se měl rovnat průměrnému RRČ standardů s tolerancí $\pm 0,5$ %.

RRČ je relativní retenční čas

RČ je retenční čas

U γ-laktonů a ε-C10 jsou sledovány m/z 85 a 128. Iontový poměr pro analyt by měl odpovídat iontovému poměru standardu.

Dalším způsobem confirmace identity píku může být porovnání záznamu hmotnostního spektra naměřeného v modu Fullscan s hmotnostním spektrem standardu.

Výpočet

Výpočet konstant lineární regresní závislosti R_i na c_i

Hodnoty konstant lineární regresní závislosti R_i (1) na koncentraci analytu c_i v kalibračních roztocích „a“ (směrnice) a „b“ (úsek na ose y) jsou vypočteny pomocí programu MS Excel.

$$R_i = \frac{PP_i}{PP_{IS}} \quad (1)$$

PP_i je suma ploch enantiomerů jednoho analytu γ-laktonu

PP_{IS} je suma ploch enantiomerů vnitřního standardu

b = úsek na ose y lineární regresní závislosti R_i (1) na c_i v kalibračních roztocích

a = směrnice regresní závislosti R_i (1) na c_i v kalibračních roztocích

Výpočet koncentrace γ-laktonu ve vzorku

Koncentrace analytu ve zkušebním vzorku (c_a) se vypočítá pomocí následujícího vztahu:

$$c_a = \frac{R_{vz} - b}{a} \quad (2)$$

kde:

$$R_{vz} = \frac{PP_{vz}}{PP_{IS}} \quad (3)$$

R_{vz} je poměr sumy ploch píků analytu γ -laktonu ve vzorku k sumě ploch píků vnitřního standardu.

PP_{vz} je suma ploch enantiomerů analytu γ -laktonu ve vzorku

Intepretace výsledků

Obsah jednotlivých γ -laktonů, jako suma enantiomerů příslušného γ -laktonu, se vyjadřuje v $\mu\text{g/l}$. Zastoupení jednotlivých enantiomerů γ -laktonu je vyjádřeno jako poměr enantiomerů R a S formy v procentech vycházející z poměru ploch píků enantiomerů. V případě přírodního aroma dominuje ve vzorku vína R forma daného γ -laktonu, u syntetických aromat je poměr R:S forem γ -laktonů 50:50 %. Výsledky laboratorního rozboru jsou vyhodnocovány na základě níže uvedených skutečností:

- komplexního posouzení typu vína - vína s dlouhodobým zráním, červená vína, sladká vína, geografický původ vína
- koncentrací sledovaných γ -laktonů ve vzorku (Dekano-1,4-lakton, Undekano-1,4-lakton, Dodekano-1,4-lakton)
- poměrů jejich R a S enantiomerů vycházející z dostupné vědecké literatury.

S přihlédnutím k výše uvedeným skutečnostem se přidavek syntetického aroma do vína považuje za prokázaný v případě, že dva nebo více laktonů jsou přítomny ve vzorku v koncentraci vyšší než je mez stanovitelnosti a se zastoupením R formy nižším než 55 %. Vzorek je hodnocen jako vyhovující v případě, že koncentrace sledovaných laktonů jsou pod mezí stanovitelnosti. Pokud neplatí ani jedna z uvedených podmínek, je vzorek interpretován jako nehodnocen.

V případě, kdy dvě paralelní měření jednoho extraktu vzorku poukazují na vzorek s přídavkem syntetického aroma, je nutné provést analýzu ještě jednou včetně kompletní přípravy vzorku.

Literatura

Pro tvorbu metody byla využita následující literatura:

- [1] Ravid, U., Elkabetz, M., Zamir, C., Cohen, K., Larkov, O. and Aly, R. (2010), Authenticity assessment of natural fruit flavour compounds in foods and beverages by auto-HS–SPME stereoselective GC–MS. *Flavour Fragr. J.*, 25: 20–27.
- [2] Pérez-Olivero, S. J., M. L. Pérez-Pont, J. E. Conde a J. P. Pérez-Trujillo. Determination of Lactones in Wines by Headspace Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography Coupled with Mass Spectrometry. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*. 2014, 2014, 1-10 ISSN 2090-8865.
- [3] Hansen, A.-M. S., Frandsen, H. L. and Fromberg, A. (2016), Authenticity of raspberry flavor in food products using SPME-chiral-GC-MS. *Food Sci Nutr*, 4: 348–354.
- [4] Lampe, U. (2015), Untersuchungen zur Authentizität von Weinaroma am Beispiel der γ -Lactone. 38th World Congress of Vine and Wine, 06005. DOI: 10.1015/oivconf/201506005

Bod č. 2 *Poskytněte veškeré dokumenty, záznamy a přílohy vztahující se k metodě ad 1., její interpretaci a jejímu validačnímu programu, tj. zejména, nikoliv však výlučně, pracovní postup, vyhodnocování naměřených dat, interpretaci výsledků s ohledem na falšování vína, kritickou rešerši, literaturu, validační parametry, podmínky revaluace systému, validační protokol.*

Váš dotaz byl částečně zodpovězen poskytnutím informace odkazem dne 27.8.2018 (č.j. dokumentu: SZPI/AF992-4/2018). Dále je Váš dotaz zodpovězen následovně:

Informace o pracovním postupu, vyhodnocování naměřených dat, interpretaci výsledků s ohledem na falšování vína a literatura jsou součástí odpovědi v bodě č. 1 (viz výše).

Kritická rešerše

V tomto bodě žádosti bylo rozhodnuto o částečném odmítnutí Vaší žádosti. Dané rozhodnutí Vám bude doručeno samostatně.

Validační parametry

Informace byla poskytnuta dne 27. 8. 2018 (č.j. dokumentu: SZPI/AF992-4/2018).

Podmínky revalidace systému

Validace metody byla provedena při jejím zavádění a výsledky měření byly použity pro vytvoření Validačního protokolu.

Revalidace systému je prováděna při každé sérii měření pro kontrolu způsobilosti systému, jsou sledovány hodnoty směrnic kalibračních křivek pro jednotlivé γ -laktony.

Validační protokol

Naleznete jej v příloze této zprávy.

Certifikáty k referenčním materiálům

Naleznete je v příloze této zprávy.

Evidenční list přístroje

Naleznete jej v příloze této zprávy.

Bod č. 3 Poskytněte osvědčení č.: 313/2017 ze dne 29. května 2017 vydané Českým institutem pro akreditaci, o.p.s., včetně všech příloh.

Informace byla poskytnuta odkazem dne 27.8.2018 (č.j. dokumentu: SZPI/AF992-4/2018).

Bod č. 4 Podle dodatku přílohy osvědčení č.: 313/2017 ze dne 29. května 2017 zkušební laboratoř Státní zemědělské a potravinářské inspekce uplatňuje flexibilní přístup k rozsahu akreditace u metody ad 1. a může tuto metodu modifikovat při zachování principu měření. Poskytněte veškeré modifikace, ke kterým zkušební laboratoř Státní zemědělské a potravinářské inspekce přistoupila u metody ad 1. od podání žádosti o udělení akreditace. Poskytněte veškeré seznamy činností, které byly a jsou prováděny v rámci flexibilního rozsahu u metody ad 1.

V tomto bodě žádosti bylo rozhodnuto o částečném odmítnutí Vaší žádosti. Dané rozhodnutí Vám bude doručeno samostatně.

S pozdravem

Mgr. Jaroslav Stross
pověřen vedením Odboru kancelář úřadu

Přílohy:

- Validační protokol_4821.pdf
- Certifikáty k referenčním materiálům.pdf
- Evidenční list přístroje.pdf

