

Ing. Petra Jankovská: **Studium minoritních látek vázaných na potravinářsky významné polysacharidy**
Školitel: **Doc. Ing. Jana Čopíková, CSc.**
Studijní program: **Chemie a technologie potravin**
Studijní obor: **Technologie potravin**
Datum obhajoby: **19.6.2003**

SOUHRN

Ferulová kyselina a další fenolové kyseliny odvozené od skořicové kyseliny, jako např. kávová, p-kumarová, protokatechová a syringová kyselina jsou součástí rostlinných materiálů. Fenolové kyseliny se váží na polysacharidy buněčné stěny, hemicelulosity, pektiny a v mnoha rostlinných druzích jsou součástí lignanů a ligninu. Těmto fenolovým kyselinám jsou připisovány antioxidační, antimikrobiální a antikarcinogenní účinky. Fenolové kyseliny zamezují také oxidaci LDL (*low-density lipoproteins*), které jsou součástí cholesterolu a mají protizánětlivé účinky.

Tato disertační práce se zabývá studiem ferulové kyseliny ve vyslazených řepných řízcích a kakaových produktech a meziproduktech a posouzením vlivu technologie extrakce cukru a technologie zpracování kakaových bobů na kakaovou hmotu na obsah ferulové kyseliny. Pro stanovení ferulové kyseliny byl použit jednak soubor vyslazených řepných řízků odebraných z různých cukrovarů v České republice během několika kampaní a také soubor vzorků odebraných v cukrovaru Modřany z jednotlivých komor extraktoru KDP 1500. Obsah ferulové kyseliny v těchto vzorcích byl stanoven pomocí vysoko-účinné kapalínové chromatografie (HPLC) s reverzní fází, UV/Vis spektroskopie, blízké infračervené spektroskopie (NIR), střední infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR) a FT-Ramanovy spektroskopie. Pomocí HPLC a UV/Vis spektroskopie byla ferulová kyselina stanovena po extrakci pektinu v kyselém prostředí a alkalické hydrolýze. Pomocí NIR, FTIR a FT-Ramanovy spektroskopie byly měřeny práškové vzorky s definovanou velikostí částic. Rozdělení velikosti částic bylo u vybraných vzorků stanoveno analýzou obrazu a laserovou difrakcí. Obsah ferulové kyseliny stanovený HPLC byl použit pro kalibraci NIR spektrometru NIRS 6 500. Obsah ferulové kyseliny stanovený jednotlivými metodami ve vyslazených řepných řízcích se pohyboval od 0,3 do 0,9 %.

Ferulová kyselina byla stanovena v jednotlivých meziproduktech při výrobě kakaové hmoty a v kakaovém prášku s obsahem tuku 10-12%. Ke stanovení ferulové kyseliny byly odebrány vzorky kakaových bobů předčištěných, kakaových bobů předpražených, kakaové drti, pražené kakaové drti, kakaové hmoty a kakaového prášku. Soubor odebraných vzorků byl rozšířen o slupky a oloupané kakaové boby předčištěné, dále o slupky a oloupané kakaové boby předpražené, kdy byly pomocí skalpelu odděleny slupky z kakaových bobů.

Obsah ferulové kyseliny v těchto vzorcích byl stanoven pomocí HPLC a UV/Vis spektroskopie. Ferulová kyselina byla uvolněna ze vzorku alkalickou hydrolýzou v heterogenním prostředí. Optimální doba hydrolýzy a koncentrace použitého činidla (hydroxidu sodného) byla předem ověřena. Vzhledem k nízkému obsahu ferulové

kyseliny ve zkoumaném materiálu byla po hydrolyze zařazena také extrakce do methanolu a zakoncentrování extraktu na vakuové odparce ($t=40^{\circ}\text{C}$, $\Delta p=-90\text{ kPa}$). Obsah ferulové kyseliny se v kakaových produktech pohyboval od 0,2 ppm v kakaové hmotě do 9,8 ppm ve slupkách z kakaových bobů předpražených. V oloupaných bobech předpražených se ferulovou kyselinu nepodařilo stanovit ani po extrakci do methanolu.

Naměřené hodnoty ukazují, že během extrakce cukru nedochází k výrazným změnám obsahu ferulové kyseliny ve vzorcích řepných řízky. Naopak během zpracování kakaových bobů na kakaovou hmotu dochází ke výraznému snížení obsahu ferulové kyseliny a to hlavně během pražení kakaové drti, kdy se ferulová kyselina rozkládá na senzory aktivní látky.

Klíčová slova: Ferulová kyselina, pektin, HPLC, UV/Vis spektroskopie, NIR, FTIR, řepné řízky, kakaové boby, kakaová hmota, kakaový prášek.

<i>Ing. Petra Jankovská:</i>	The study of minor compounds bound to the food industry polysaccharides
Supervisor:	Doc. Ing. Jana Čopíková, CSc.
Study programme:	Food chemistry and technology
Study subprogramme:	Food technology
Date of defence:	19.6.2003

SUMMARY

Ferulic and the other phenolic acids that are derived from cinnamic acid e.g. caffeic, p-coumaric, protocatechic and syringic acids occur as components of plant materials. Phenolic acids are bound on the polysaccharides of the cell wall, hemicelluloses and pectin, and they participate in forming of lignans and lignin in many plants species. These phenolic acids are known for their antioxidative, antimicrobial, anticarcinogenic and antinefritis effects. Phenolic acids prevent oxidation of LDL (low density lipoproteins) that are known as the components of cholesterol.

This PhD thesis deals with the determination of ferulic acid in the sugar beet pulp, in the cocoa intermediate products and in the cocoa final products. The changes of the ferulic acid content due to sugar extraction and processing of the cocoa beans on the cocoa liquor were studied.

Two sets of the sugar beet pulp were used to determine ferulic acid. The former set included samples obtained from the various sugar factories in Czech Republic

during various harvesting time. The later set of the sugar beet pulp was recovered from several chambers of the extractor KDP 1500. The ferulic acid content was determined in these samples by various methods: the reversed phased high-performance liquid chromatography (HPLC), the UV/Vis spectroscopy, the near infrared spectroscopy (NIR), the middle infrared spectroscopy with Fourier transformation (FTIR) and the FT-Raman spectroscopy. The pectin was extracted by weak hydrochloric acid before the determination ferulic by HPLC and by UV/Vis-spectroscopy. The powder samples with determined particle size were measured by NIR, FTIR and FT-Raman spectroscopy. The particle size distribution of particular samples was defined by image analyses and by laser diffraction. The ferulic acid content determined by HPLC was used to calibrate NIR spectrometer NIRS 6500. The ferulic acid content in the sugar beet pulp ranged from 0,3 % to 0,9 %.

Ferulic acid was determined in several cocoa intermediate products, in cocoa liquor and in cocoa powder (fatness 10-12%). In order to determine ferulic acid the samples of cleaned cocoa beans, pre-treated cocoa beans, nib, roasted nib, cocoa liquor and cocoa powder were collected. The shells from the cleaned cocoa beans, the naked cleaned cocoa beans, the shells from the pre-treated beans and the naked pre-treated beans extended the set of these samples.

The ferulic acid content was determined by HPLC and by UV/Vis spectroscopy in the cocoa intermediate products and final products. The ferulic acid was released from the samples by alkali hydrolysis. The optimal hydrolysis conditions (time and NaOH concentration) were tested. Because the ferulic acid content in studied samples was too low, the methanol extraction took place. The extract was concentrated under vacuum ($t=40^{\circ}\text{C}$, $\Delta p=-90\text{ kPa}$). The ferulic acid content in the cocoa intermediate products and final products ranged from 0,2 ppm (the cocoa liquor) to 9,8 ppm (the shells from pre-treated cocoa beans). It wasn't possible to determine the content of ferulic acid in the naked pre-treated cocoa beans even the methanol extraction took place.

The results of this work showed, that content of ferulic acid in sugar beet pulp wasn't changed significantly through technological process of the sugar extraction. On the contrary the content of ferulic acid in the cocoa intermediate products and the final products significantly decreased. The main change took place during roasting of nib, when ferulic acid is decomposed forming flavour compounds.

Key words: ferulic acid, pectin, HPLC, UV/Vis spectroscopy, NIR, FTIR
sugar beet pulp, cocoa beans, cocoa mass, cocoa powder.