

Ionenchromatographie

**Monophosphat in Getränken:
 H_3PO_4 in Cola mittels isokratischer Elution**

**Mono- Di- Triphosphat in Fisch und Wurst:
Gradiententechnik**

(Auszug aus Präsentation v. 21.04.2015)

Christoph Hildebrandt (Lebensmittelchemiker)

Anwenderforum Ionenchromatographie in Hamburg, 21.04.2015

II. Phosphate in Getränken, Meeresfrüchten, Wurst

Einsatz Lebensmittelzusatzstoffe

in der Lebensmittelindustrie:

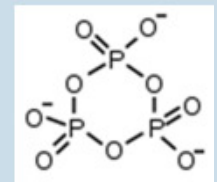
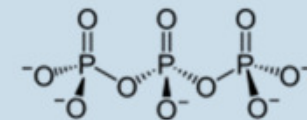
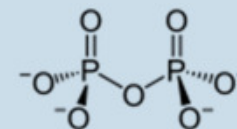
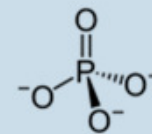
E 338: Phosphorsäure (H_3PO_4)

E339: Natriumphosphate (Na_2HPO_4)

E 450: Natriumdiphosphate ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)

E 451: Natriumtriphosphate ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$)

E 452: Natriumpolyphosphate



Analyseziel

Kontrolle der Höchstmengen gemäß Zusatzstoffzulassungsverordnung

VO (EU) Nr. 1333/2008 Anhang II:

nichtalkoholische aromatisierte Getränke: 700 mg P_2O_5 / L

Fleischerzeugnisse (Wurst): 5000 mg P_2O_5 / Kg

tiefgekühlte Fischfilets und Schalentiere: 5000 mg P_2O_5 / Kg

Fischpaste: 5000 mg P_2O_5 / Kg

Surimi: 1000 mg P_2O_5 / Kg

Kennzeichnungsprüfung gemäß nationaler Zusatzstoffzulassungsverordnung

§ 9 ZZuIV:

„mit Phosphat“ auf Schild neben der Ware

„Klassenname + E-Nummer/ Bezeichnung der Zusatzstoffes“ auf Etikett

Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

Brühwurst/ Fisch:

Homogenisation (Homogenisierstab)



Einwaage (Fisch 2 g; Wurst 1 g) in Erlenmeyerkolben



wässrige Extraktion (Schüttler 10 min)



Auffüllen mit Reinstwasser auf 100 ml



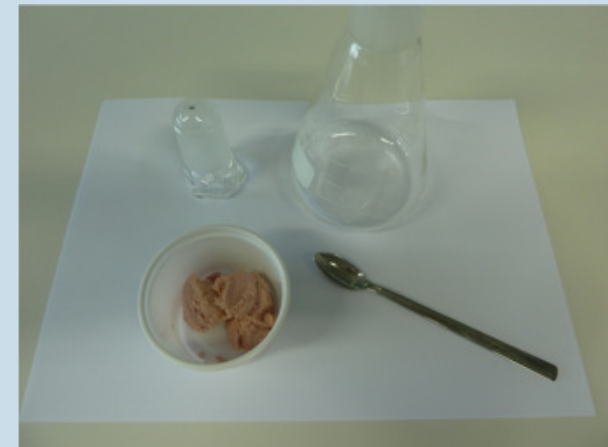
Zentrifugation



Filtration: Faltenfilter, nachfolg. Membranfilter



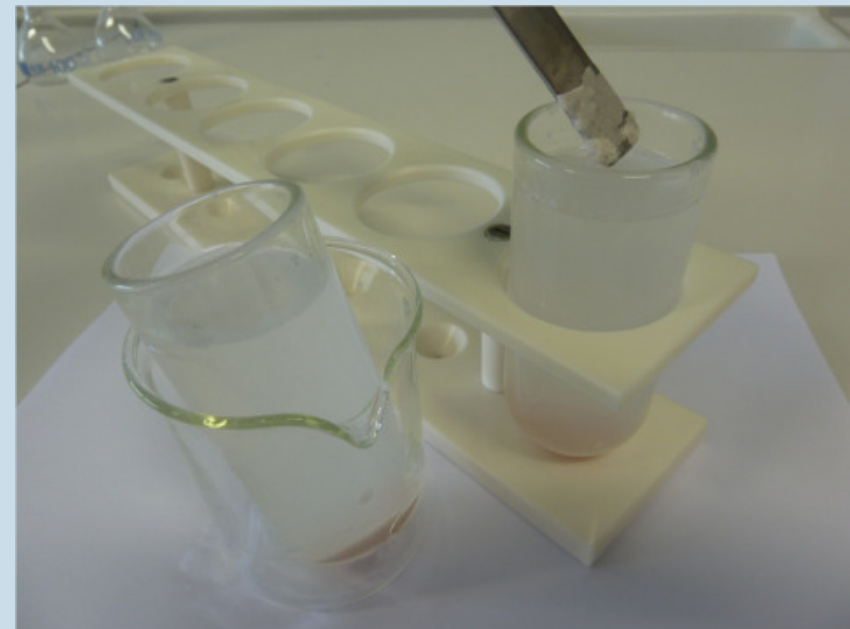
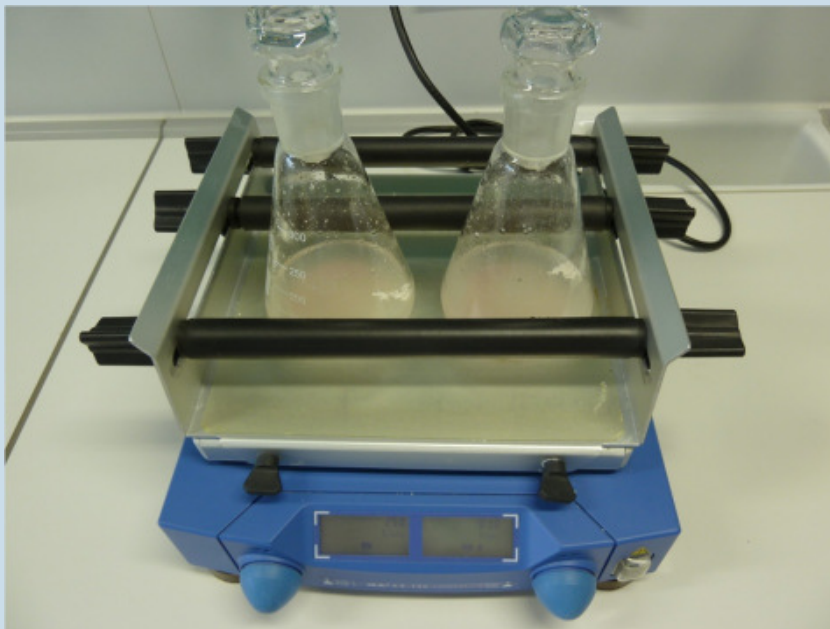
IC-Dialyse



Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

Extraktion mittels Schüttler

Zentrifugat mit aufschwimmender Fettschicht



Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

Getränke: vereinfachte Probenaufarbeitung

2 bis 4 ml Cola in 50 ml-Maßkolben



nachfolgende Verdünnung 1:25 bis 1:40



Membranfiltration



IC-Dialyse

Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

Ionenchromatographie

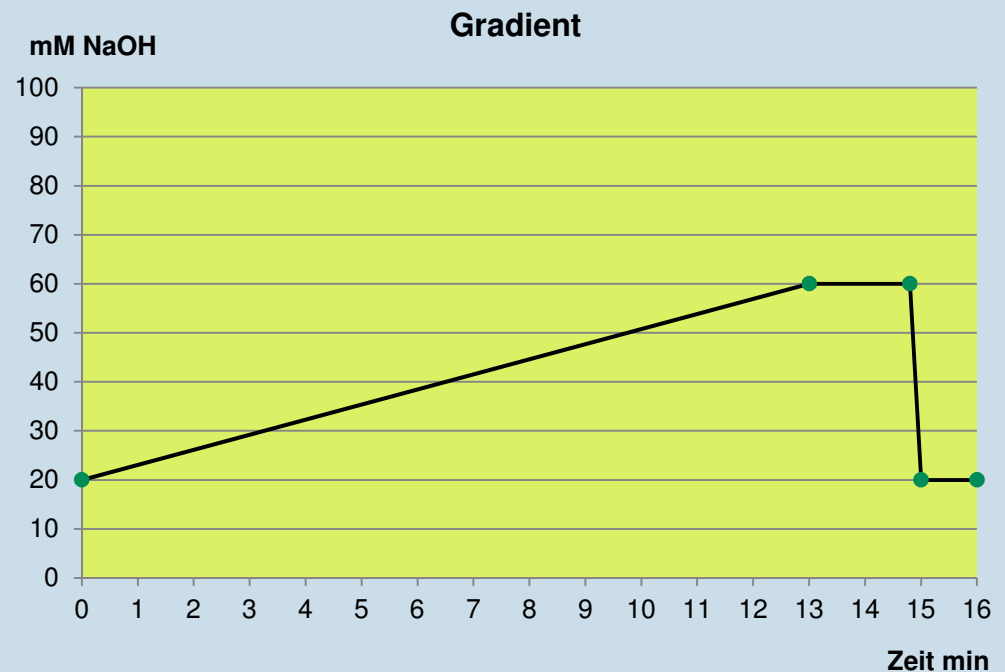
Säule: Metrosep A Supp 5-50 (4x50 mm) 5 µm mit Vorsäule

Flussrate: 0,6 ml/ min

Gradientenelution:

Eluent A: Reinstwasser

Eluent B: 100 mmol/l NaOH;
pH 14; N₂-Begasung



Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

bei Analyse von Getränken auf Phosphat auch isokratische Elution bei 20 mM NaOH

Dialysezeit: 10 min

elektrochemischer Suppressor: IC Dual 828

Analyten:

PO_4 ; P_2O_7 ; P_3O_{10}

Berechnung als P_2O_5

Linearität:

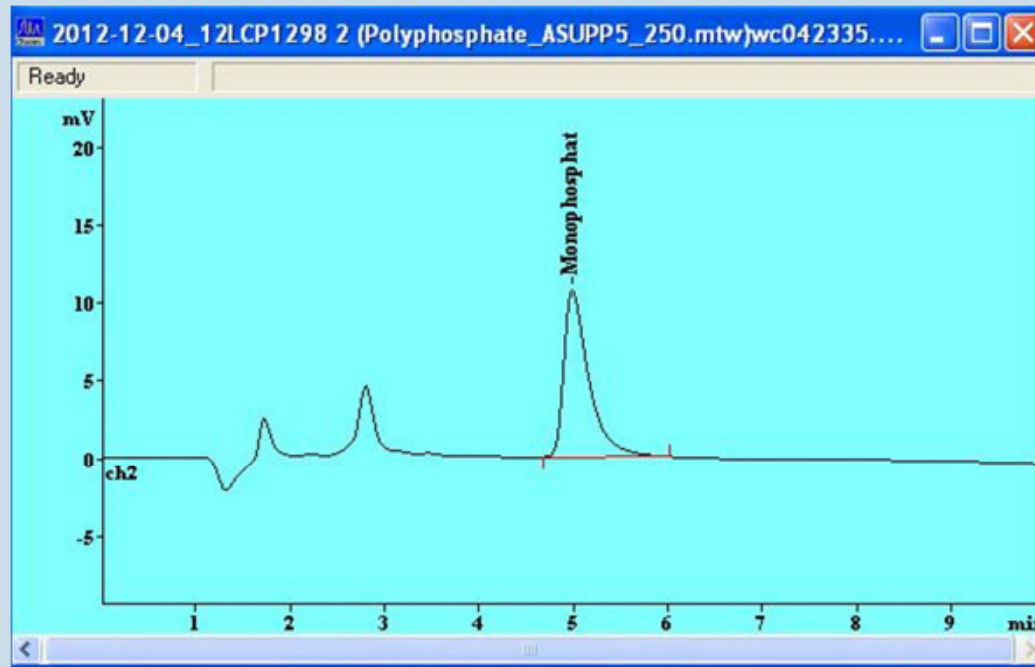
5 bis 75 mg/ L

Bestimmungsgrenze:

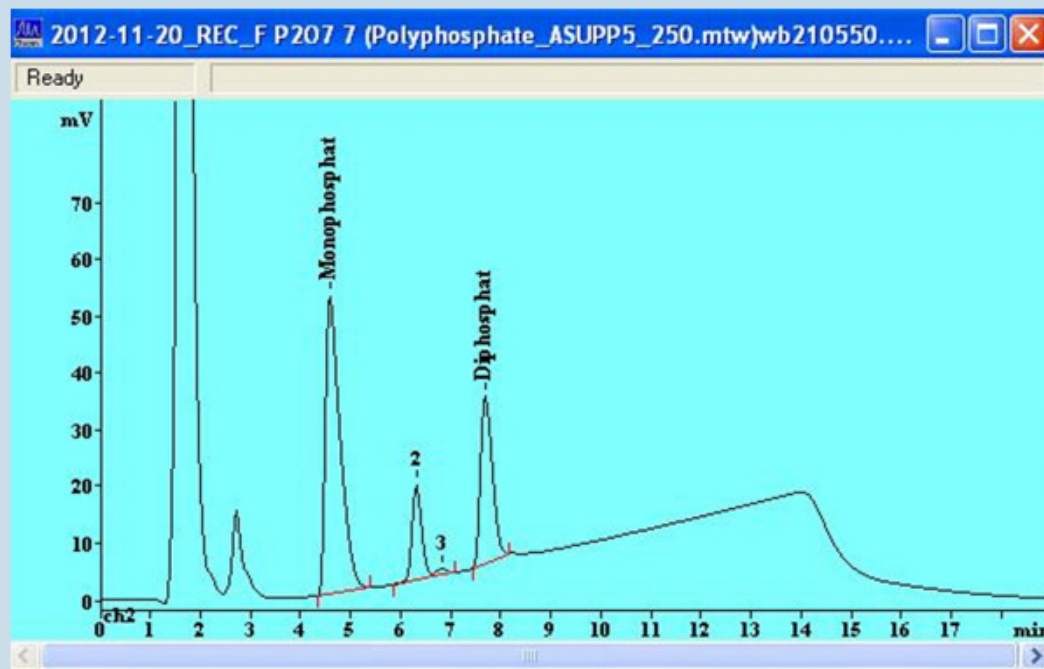
Wurst: 250 mg/ kg

Cola: 50 mg/ L

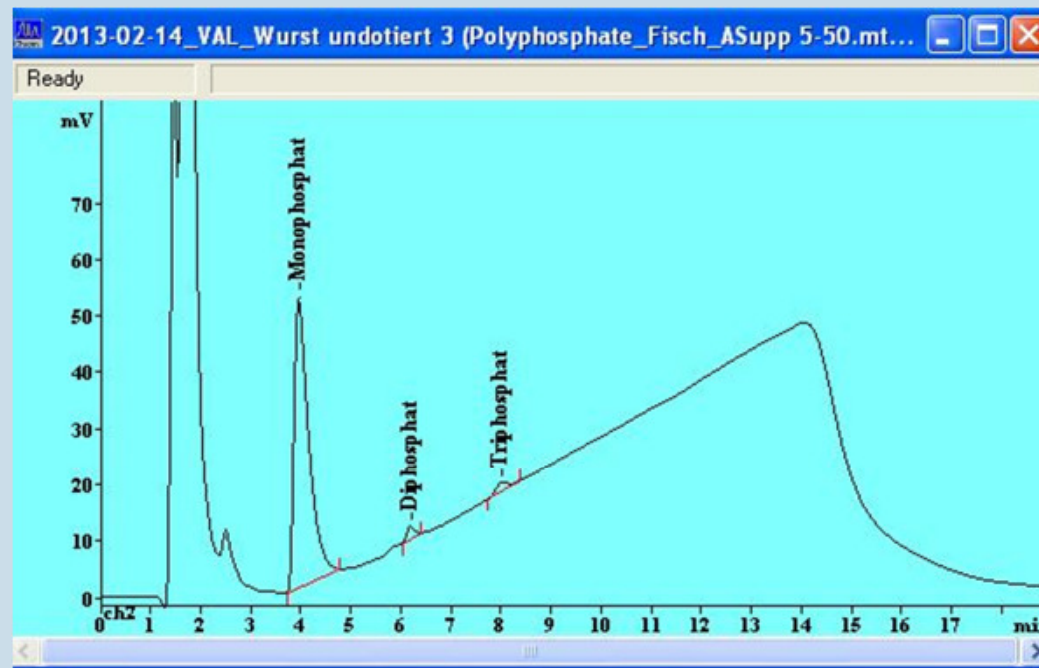
IC – Cola (Phosphat) isokratisch



IC – Fisch (Mono- und Diphosphat, dotiert) Gradient



IC – Wurst (Mono-, Di- und Triphosphat) Gradient



Analyse mittels IC-Anionenaustauschchromatographie

Validierungsparameter

Matrix	Parameter	PO ₄	P ₂ O ₇	P ₃ O ₁₀
Cola	Mittelwert (mg/ L)	487,9		
	s ¹ (mg/ L)	2,1		
	Methodenpräzision ² Vk (%)	0,4		
	Wiederfindung (%)	97-106		
Schinkenwurst	Mittelwert (mg/ kg)	3701	40,6	37,8
	s ¹ (mg/ kg)	86	0,4	2,8
	Methodenpräzision ² Vk (%)	2,3	1,1	7,4
	Wiederfindung (%)	92-101	82-85	75-88

¹: Standardabweichung unter Wiederholbedingungen

²: Wiederholpräzision ausgedrückt als Variationskoeffizient (relative Standardabweichung %)

Validierungsparameter: Richtigkeit

Laborvergleichsanalyse Cola (Phosphat als P_2O_5)

$z\text{-score} = (\text{Labormittelwert} - \text{Median}) / \text{Vergleichsstandardabweichung}$

LVU:

Median = 399 mg/l

Vergleichsstandardabweichung = 39 mg/l

IC-Messung:

Labormesswert = 394 mg/l $\pm$ 8 mg/l damit $z\text{-score} = -0,1$

Photometrie (als Vergleich der Messergebnisse mit verschiedenen Messmethoden):

395 mg/l $\pm$ 5 mg/l

Phosphate als Lebensmittelzusatzstoffe

Zweck der Höchstmengenbeschränkungen:

Reduzierung der Aufnahmemenge an Phosphat zur Vermeidung einer Störung des Ca-P-Verhältnisses

Vermeidung der nachteiligen Beeinflussung der osmotischen Bedingungen des Darmtraktes

Technologische Wirkungen:

H₃PO₄ (E338):

Säuerungsmittel coffeinhaltige Getränke (Cola pH 2,5-3)

Mono-, Di-, Triphosphate (E339-E451):

Kutterhilfsmittel bei der Brühwurstfabrikation: Erhöhung der Wasserbindungsfähigkeit

Zusatz zu Pökellake: verbessert Farberhaltung und Safthaltevermögen bei Kochschinken

Phosphate als Lebensmittelzusatzstoffe

Technologische Wirkungen:

Mono-, Di-, Triphosphate (E339-E451):

Farbstabilisator

Stabilisiert Vitamin C

Kondensmilch: Stabilisator zur Vermeidung von Eiweißfällung

tiefgekühltes Fischfilet und Schalentiere:

Wasserbindevermögen zur Vermeidung der Tauwasserbildung

Vielen Dank für ihr Interesse !

Fragen an:

christoph.hildebrandt@lallf.mvnet.de

Landesamt für Landwirtschaft, Lebensmittelsicherheit und Fischerei MV in Rostock

Internethomepage:

<http://www.lallf.de> mit Verlinkung „Lebensmittelgruppen“