

Bestimmung von Süß- und Konservierungsstoffen in Fischerzeugnissen mittels HPLC

U. Ostermeyer

Bundesforschungsanstalt für Fischerei. Institut für Biochemie und Technologie, Palmaille 9, 22767 Hamburg

1. Einleitung

Einer Reihe von Fischerzeugnissen wie Fischmarinaden, marinierten Brat- und Kochfischwaren, Anchosen, Fischerzeugnissen in Gelee, Fischdauerkonserven und Fischsalaten dürfen künstliche Süßstoffe zugesetzt werden. Gemäß Zusatzstoff-Zulassungsverordnung¹⁾ sind für derartige Erzeugnisse Saccharin (Höchstmenge [HM]: 400 mg/kg), Acesulfam (HM: 600 mg/kg) und Aspartam (HM: 350 mg/kg) zugelassen. Die Richtlinie der EU über Süßungsmittel²⁾ schreibt eine deutliche Senkung dieser Höchstmengen vor. Süßsauren Konserven oder Halbkonserven von Fischen und Marinaden von Fischen, Krebs- und Weichtieren sind danach nur noch bis zu 160 mg/kg Saccharin, 200 mg/kg Acesulfam-K, 300 mg/kg Aspartam und 30 mg/kg Neohesperidin-Dihydrochalcon zuzusetzen.

Bei den in Deutschland erhältlichen, unter Verwendung von Süßstoff gestüßten Fischerzeugnissen kommt nahezu ausschließlich Saccharin zum Einsatz. Eine Senkung der zulässigen Verwendungshöchstmenge wird zumindest bei einigen Produkten zur Folge haben, daß die Fischindustrie dann zusätzlich Saccharose oder einen weiteren Süßstoff verwenden muß, um die vom Verbraucher gewünschte Süße zu erreichen.

Über die Bestimmung von Süßstoffen in Lebensmitteln mittels Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) existieren bereits zahlreiche Arbeiten. Die Mehrzahl dieser Arbeiten ist an Süßstofftabletten, Getränken, Milchprodukten und Süßspeisen erprobt worden. Es wurde aber erst ein Verfahren³⁾ publiziert, das sich auch bei der Untersuchung verschiedener Fischerzeugnisse wie Marinaden, Bratfischwaren und Fischsalaten bewährt hat. Bei diesem Verfahren, das allerdings nur auf die Bestimmung von Saccharin in den Aufgüssen und Tunken der untersuchten Fischerzeugnisse abgestellt ist, wird der Süßstoff nach Lösungsmittel-Extraktion, Anreicherung und Reinigung an einer Octadecyl-Festphasenkartusche mittels Ionenpaar-HPLC quantitativ bestimmt. Zwei weitere HPLC-Verfahren^{4,5)} erwiesen sich für die Bestimmung der Süßstoffgehalte in Feinkostsalaten als geeignet.

Für verschiedene Fischerzeugnisse sind neben Süßstoffen auch die Konservierungsstoffe Sorbinsäure, Benzoesäure, pHB-Ester und Ameisensäure¹⁾ zugelassen. Der Richtlinienvorschlag über Lebensmittelzusatzstoffe⁶⁾ sieht bei Fischhalbkonserven eine Beschränkung auf die auch heute schon am häufigsten verwendeten Stoffe Sorbinsäure und Benzoesäure (Höchstmenge: 4000 mg Summe Sorbin- und Benzoesäure/kg) vor.

Ziel dieser Arbeit war es, ein Analyseverfahren zu entwickeln, mit welchem die Süßstoffe Saccharin, Acesulfam und Aspartam sowie die Konservierungsstoffe Sorbin- und Benzoesäure in einer Vielzahl unterschiedlicher Fischerzeugnisse quantitativ bestimmt werden können. Darüber hinaus wurde das Stabilitätsverhalten der Süßstoffe in Bismarckheringen untersucht.

2. Material und Methoden

2.1 Chemikalien

Acetonitril gradient grade (Merck, Darmstadt), Methanol p. a., Wasser entionisiert, Acesulfam-Kalium (Hoechst, Frankfurt), Aspartam (Barentz, Emmerich), Saccharin-Natrium-Dihydrat (Roth, Karlsruhe), Sorbinsäure (Merck), Natriumbenzoat (Merck), Kaliumdihydrogenphosphat p. a., Di-Kaliumhydrogenphosphat-Trihydrat p. a. (Merck), LiChrolut SAX-Kartuschen (500 mg) (Merck), o-Phosphorsäurelösung (5 g/100 g), Natronlauge (1 mol/l), Natriumacetatlösung (5 g/100 ml), Natriumchloridlösung (5 g/100 ml), Carrez I: 15 g Kalimhexacyanoferrat (II)-Trihydrat/100 ml, Carrez II: 30 g Zinksulfat-Heptahydrat/100 ml.

Stammlösungen der Standardsubstanzen:

- Acesulfam-K (10 mg/ml): 100 mg Acesulfam-K/10 ml KH_2PO_4 -Lösung (0,02 mol/l)
- Saccharin (10 mg/ml): 132 mg Saccharin-Na (= 100 mg Saccharin)/10 ml KH_2PO_4 -Lösung (0,02 mol/l)
- Aspartam (5 mg/ml): 50 mg Aspartam/10 ml KH_2PO_4 -Lösung (0,02 mol/l)
- Benzoesäure (10 mg/ml): 118 mg Na-Benzoesäure (= 100 mg Benzoesäure)/10 ml KH_2PO_4 -Lösung (0,02 mol/l)
- Sorbinsäure (10 mg/ml): 100 mg Sorbinsäure in 1 ml Natronlauge (1 mol/l) lösen und mit 9 ml KH_2PO_4 -Lösung (0,02 mol/l) verdünnen.

Standardgemisch (1 mg/ml):

Jeweils 1 ml der Acesulfam-K-, Saccharin-, Benzoesäure- und Sorbinsäure-Stammlösung und 2 ml der Aspartamstammlösung in einen 10 ml-Meßkolben pipettieren und mit mobiler Phase A für die HPLC zur Marke auffüllen. Für die Eichkurve geeignete weitere Verdünnungen des Standardgemisches mit mobiler Phase A herstellen.

2.2 Aufarbeitungshilfsmittel

Universalzerkleinerer (z. B. Moulinette, Fa. Moulinex, Köln), Magnetrührer, Schüttelbad (heizbar auf 60°C), Absaugeinheit für die Festphasenextraktion mit Luer-Absperrhähnen, Membranfilter (0,2 µm Porendurchmesser), Faltenfilter, diverse Kolben und Pipetten.

2.3 Probenaufarbeitung

2.3.1 Vorbereitung:

- Fischerzeugnisse in Aufgüssen (z. B. Bismarckheringe, Rollmöpse, Bratheringe)
 - Aufguß: Aufguß direkt, ohne Vorbehandlung einsetzen
 - Fische bzw. Fischfilets: das Untersuchungsmaterial soweit erforderlich von Kopf und Gräten befreien, mit einem Messer in Stücke schneiden und im Universalzerkleinerer zu einem feinen Brei zerhacken.
- Fischerzeugnisse mit oder ohne pflanzliche Beigaben in Soßen, Cremes, Mayonnaisen und mayonnaiseähnlichen Zubereitungen und Gelee: das Untersuchungsmaterial im Universalzerkleinerer homogenisieren.

2.3.2 Extraktion:

– Aufguß:

2.0 ml Aufguß in einen 50 ml-Meßkolben mit ca. 35 ml Wasser versetzen. Nach Zugabe von je 0,5 ml Carrez I- und Carrez II-Lösung den Kolben kräftig schütteln, mit Wasser zur Marke auffüllen und den Kolbeninhalt durch einen Faltenfilter filtrieren.

– Fische, Fischfilets, Fischerzeugnisse in Soßen, Cremes, Mayonnaisen und Gelee:

a) Aspartam

Etwa 4,0 g des zerkleinerten Untersuchungsmaterials in einen 100 ml-Meßkolben einwiegen. Nach Zusatz von rund 70 ml Wasser den verschlossenen Kolben kräftig schütteln und für 15 min in ein auf 60 °C erwärmtes Schüttelbad stellen. Die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen. Dann je 2 ml Carrez I- und II-Lösung zugeben, erneut kräftig schütteln, mit Wasser zur Marke auffüllen und durch ein Faltenfilter filtrieren.

b) Acesulfam, Saccharin, Benzoe- und Sorbinsäure

Etwa 4,0 g der homogenisierten Probe in einen 100 ml-Erlenmeyerkolben (verschraubbar) einwiegen. Nach Zusatz von rund 70 ml Wasser, den pH-Wert der Suspension mit Natronlauge (1 mol/l) auf 6,7 einstellen. Zur Extraktion der Süß- und Konservierungsstoffe den verschlossenen Kolben 15 min lang in ein Schüttelbad von 60 °C stellen. Die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen und unter Nachspülen mit Wasser in einen 100 ml-Meßkolben überführen. Anschließend je 1 ml Carrez I- und II-Lösung zugeben, den Kolben kräftig schütteln und mit Wasser zur Marke auffüllen. Die Lösung durch ein Faltenfilter filtrieren.

2.3.3 Reinigung des Extraktes:

a) Aspartam

Den geklärten Extrakt über ein Membranfilter geben und dann direkt zur HPLC-Untersuchung einsetzen.

b) Acesulfam, Saccharin, Benzoe- und Sorbinsäure

Der Extrakt ist durch Anionenaustausch an einer Festphasenkartusche zu reinigen:

Die Festphasenkartusche mit 500 mg Anionenaustauschmaterial mit zwei Säulenvolumina Methanol spülen. Nachfolgend durch Zugabe von zwei Säulenvolumina Natriumacetat-Lösung (5 g/100 ml) das werkseitige Gegenion (Chlorid) austauschen und mit zwei Säulenvolumina Wasser nachwaschen. 3 ml Probelösung über die konditionierte Anionenaustauschersäule geben. Die Säule mit 2 ml Acetonitril (30 vol%) spülen. Auf den Kartuschenauslauf einen Membranfilter setzen und die zurückgehaltenen Süß- und Konservierungsstoffe mit 3,5 ml Natriumchloridlösung (5 g/100 ml) eluieren (Säule trockensaugen). Das Eluat in einem 5 ml-Meßkolben auffangen und mit mobiler Phase A für die HPLC zur Marke auffüllen.

2.4 HPLC-Bestimmung

HPLC-Gerät: Beckman System Gold

Trennsäule: Nucleosil 100-5 C18 (Macherey-Nagel), 5 µm, 25 cm × 4 mm I. D. mit 10 × 4 mm Vorsäule (mit dem gleichen Material gefüllt)

Mobile Phase: A: 0,02 mol/l KH₂PO₄-Lösung + Acetonitril, (93 + 7, v/v)

B: 0,02 mol/l K₂HPO₄-Lösung (mit 5% H₃PO₄ auf pH 6,7 einstellen) + Acetonitril, (80 + 20, v/v)

Gradient: 100% A (4 min isokratisch), dann mit linearem Gradienten innerhalb von 7 min nach 100% B (4 min isokratisch)

Flußrate: 1 ml/min

Diodenarray-Detektor:

Die Messung der einzelnen Wirkstoffe erfolgt bei unterschiedlichen Wellenlängen

Acesulfam	232 nm
Saccharin, Aspartam	214 nm
Benzoesäure, Sorbinsäure	229 nm
Injektionsvolumen: 100 µl	

3. Diskussion und Ergebnisse

3.1 Aufarbeitung

Für die Reinigung der nach Carrez geklärten Lebensmittelextrakte erwiesen sich SAX-Kartuschen als vorteilhaft. Das verwendete SAX-Material enthält als starker Anionenaustauscher kovalent gebundene Trimethylaminoethylgruppen. Damit auch die Sorbinsäure ausreichend stark zurückgehalten wird, ist es zunächst erforderlich, die vom Werk mit Chlorid beladenen Kartuschen mit einem Gegenion geringerer Selektivität (z. B. Acetat) zu versehen. Der Anionenaustauscher wird zu diesem Zwecke nacheinander mit Methanol, Natriumacetatlösung und Wasser konditioniert, bevor er mit der wäßrigen Probelösung beladen wird. Die interessierenden Verbindungen werden auf der Festphasenkartusche aber nur dann stark genug retentiert, wenn sie weitgehend dissoziiert vorliegen. Der pH-Wert der Lebensmittelextrakte wird daher auf 6,7 eingestellt. Nach dem Waschen mit 30%igem Acetonitril werden Acesulfam, Saccharin, Sorbin- und Benzoesäure mit Natriumchloridlösung quantitativ eluiert. Aspartam, das unter diesen Bedingungen vom Anionenaustauschermaterial nicht festgehalten wird, ist im Eluat nicht mehr nachzuweisen.

Die Ermittlung des Aspartamgehaltes erfolgt deshalb unmittelbar im geklärten Probenextrakt, der in dem für die Aspartamstabilität günstigen schwach sauren pH-Bereich gewonnen wird.

3.2 Hochleistungsflüssigchromatographie

Bei der Ausarbeitung einer geeigneten HPLC-Methode dienen die von Hagenauer-Hener et. al⁵⁾ und Hannisdal⁷⁾ veröffentlichten isokratischen Reversed-Phase-Verfahren als Grundlage. Mit Hilfe der hier angewendeten Kombination eines pH-Wert- (pH 4,8 → pH 6,7) und Lösungsmittelgradienten (7% → 20% Acetonitril) können Acesulfam, Saccharin, Aspartam, Benzoe- und Sorbinsäure innerhalb von 15 Minuten gleichzeitig identifiziert und quantifiziert werden. Die Tren-

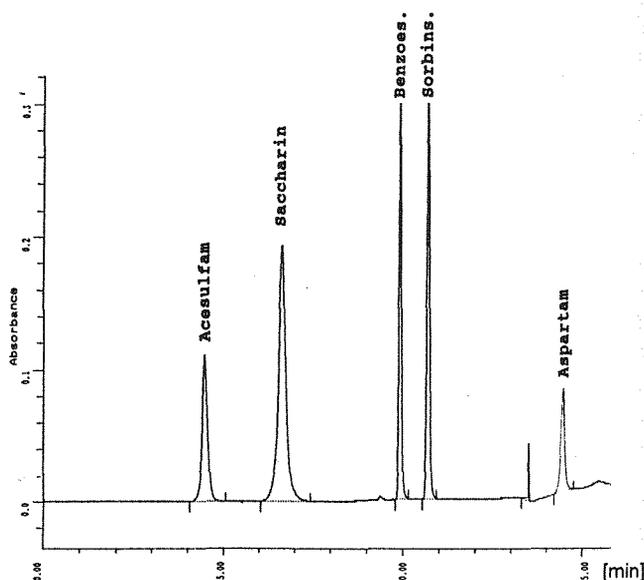


Abb.1. Chromatogramm eines Standardgemisches mit jeweils 3 µg Zusatzstoff/ml Meßlösung

nung erfolgt bei einem Fluß von 1 ml/min bei Raumtemperatur (Abb. 1: Chromatogramm eines Standardgemisches). Die Detektion der Süß- und Konservierungsstoffe wird im UV-Bereich bei unterschiedlichen Wellenlängen vorgenommen. Die Wellenlängenschaltung hat den Vorteil, daß alle fünf Substanzen sehr empfindlich detektiert werden können, wodurch deren Nachweisgrenze gesenkt wird. Unter den oben genannten Bedingungen war das Detektorsignal für die untersuchten Verbindungen von 0,3 bis 25 µg/ml Meßlösung linear. Die Korrelationskoeffizienten lagen für alle Eichkurven zwischen 0,9998 und 1,0000.

Eine Absicherung der qualitativen Befunde ist durch den Einsatz eines Diodenarray-Detektors möglich, der die Spektren der Peaks im Chromatogramm aufzeichnet. Da die quantitative Auswertung gegen einen äußeren Standard erfolgt, ist ferner die Reproduzierbarkeit der Injektion von Bedeutung. Die Variationskoeffizienten für 5 Injektionen eines Standardgemisches lagen bei der Peakflächen-Auswertung für alle Komponenten deutlich unterhalb von 1%.

3.3 Ergebnisse von Blindwerten und Zusatzversuchen

In den Chromatogrammen einzelner Proben (darunter selbst angesetzte Bismarckheringe im Aufguß und eine Auswahl unterschiedlicher aus dem Handel bezogener Fischerzeugnisse) konnten bei den Retentionszeiten der entsprechenden Süß- und Konservierungsstoffe kleine Störpeaks festgestellt werden. Die Nachweisgrenzen des erarbeiteten Verfahrens lagen für Acesulfam-K, Saccharin, Benzoe- und Sorbinsäure bei den untersuchten Substraten zwischen 10 und 15 mg/kg. Diese Grenze galt auch für die Bestimmung des Aspartamgehaltes in Aufgüssen. Für die Untersuchung von Heringsfilets mußte sie jedoch auf 25 mg Aspartam/kg angehoben werden. Die Reproduzierbarkeit der Wiederfindung wurde in Zusatzversuchen zu süßstoff- und konservierungsstofffreien Bismarckheringen im Aufguß geprüft. Die zu analysierenden Proben enthielten Süßstoffkonzentrationen von 50 bis 400 mg/kg und Konservierungsstoffkonzentrationen von 50 bis 4000 mg/kg. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Wiederfindungsraten lagen für alle untersuchten Verbindungen auf allen Kon-

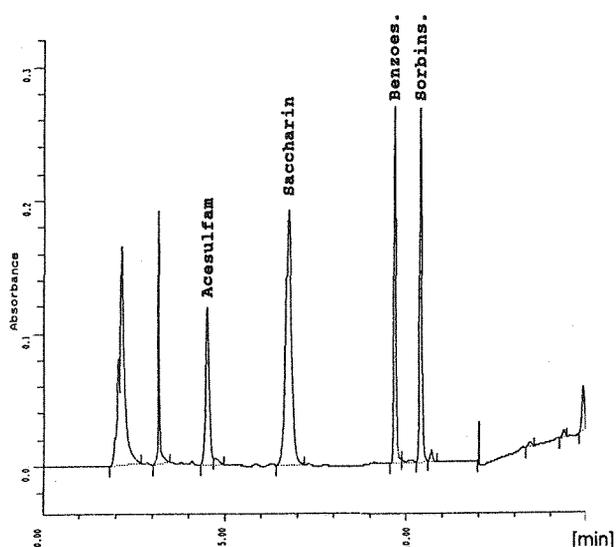


Abb. 2. Chromatogramm aus einem Zusatzversuch mit je 100 mg/kg der Zusatzstoffe zu Aufguß

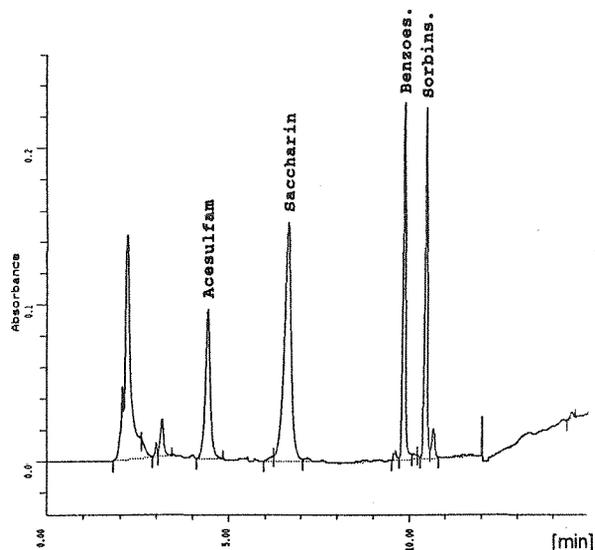


Abb. 3. Chromatogramm aus einem Zusatzversuch mit je 100 mg/kg der Zusatzstoffe zu Heringsfilet

Tab. 1. Wiederfindungsraten bei Zusatzversuchen zu Bismarckheringen im Aufguß

Zusatzstoff	Zugesetzte Menge (mg/kg)	Aufguß			Heringsfilet		
		\bar{x}	VK	n	\bar{x}	VK	n
Acesulfam-K	50	97,2	3,2	5	97,2	2,6	3
	100	94,9	0,5	3	96,5	0,7	3
	200	93,8	2,6	6	96,6	1,1	6
	250	94,6		2	99,7	0,9	3
Saccharin	50	101,4	1,7	3	93,6	6,6	3
	100	98,8	3,6	3	92,0	3,7	3
	200	97,7	1,0	8	93,1	3,4	7
	250	96,7		2	98,1	1,6	3
Benzoosäure	50	101,0	1,9	5	91,0	4,7	3
	100	100,6	1,0	3	94,0	0,7	3
	500	97,4	0,2	3	97,7	1,1	3
	1000	101,6	1,0	3	96,0	0,5	3
	4000	99,0		1	95,1		2
Sorbinsäure	50	94,2	0,9	3	91,6	1,9	3
	100	93,9	0,3	3	91,5	0,5	3
	500	91,0	0,9	4	89,4	0,6	3
	1000	95,4	0,6	3	88,9	0,5	3
	4000	90,5		1	90,7		2
Aspartam	50	88,8	1,4	3	83,8	2,4	3
	100	93,0	0,3	3			
	150				85,6	0,5	3
	200	92,4	0,4	3			
	300	96,5	1,9	6	87,6	1,0	6
	400	87,3	0,3	3			

\bar{x} = arithmetischer Mittelwert der Wiederfindungsraten (%)
 VK = Variationskoeffizient in %
 n = Anzahl der untersuchten Proben

zentrationstufen zwischen 84 und 102%. Die Ergebnisse waren gut reproduzierbar. In Abbildung 2 und 3 werden die für Zusätze von je 100 mg/kg erhaltenen Chromatogramme für Aufguß und Heringsfilet nach SAX-Kartuschenreinigung gezeigt.

Tab. 2. Süß- und Konservierungsstoffgehalte von Handelsproben (Angaben in mg/kg)

Erzeugnisse	Sacch.	Ace.-K	Benzoos.	Sorbins.
Bismarckheringe in Marinade (6 Hersteller)				
Aufguß	88-264	-	-	-
Fischfilet	172-548	-	-	-
Bratheringsstücke in Marinade (2 Hersteller)				
Aufguß	45- 77	-	-	-
Fischfilet	135-225	-	-	-
Rollmops in Marinade				
Aufguß	137	-	-	-
Fischfilet	321	-	-	-
Heringfilets in Gelee	-	84	-	-
Heringfilets in Zwiebelmarinade	-	59	-	-
Heringshappen in Sahnesauce mit Zwiebeln und Gurken	67	-	795	589
Dillhappen mit Sahne	170	-	-	-
Appetitsild (Fischanteil)	-	-	1672	-
Mar. Heringshappen in Currydressing	-	-	562	725
Mar. Heringshappen in Tomatendressing	-	-	850	705
Mar. Heringfilets (Fischanteil)	-	-	736	452
Schwedenplatte (Fischanteil)	-	-	451	-
Gabelbissen	-	-	930	-
Seelachssalat	145	-	1373	478
Roter Heringssalat	71	-	211	99
Gabelröllchen in Mayonnaise	170	-	1615	-
Gabelröllchen in Remoulade	131	-	1803	-

3.4 Untersuchung von Handelsproben

Zur Überprüfung der praktischen Anwendbarkeit des entwickelten Analysenverfahrens wurden insgesamt 23

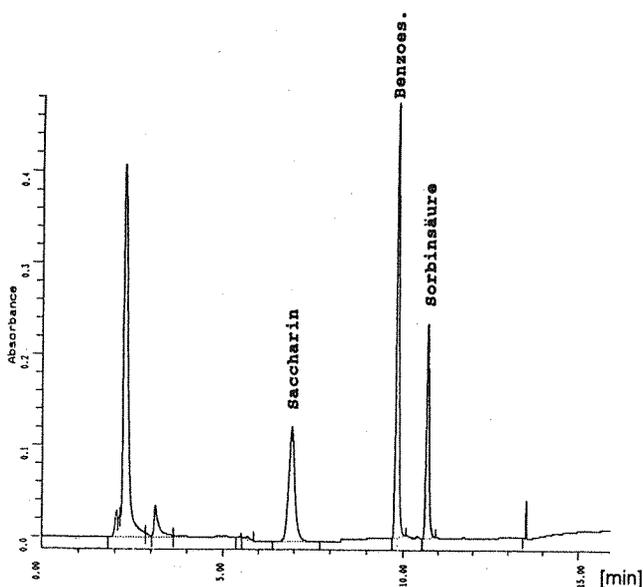


Abb. 4. Chromatogramm eines handelsüblichen roten Heringssalates

aus dem Handel bezogene Fischerzeugnisse untersucht (Tabelle 2). Da laut Zutatenverzeichnis keinem Produkt Aspartam zugesetzt worden war, wurden ausschließlich die SAX-Eluate der Proben auf ihre Gehalte an Süß- und Konservierungsstoffen hin analysiert. Die vorgestellte Methode führte bei keinem der untersuchten Lebensmittel zu Problemen. Abbildung 4 zeigt das Chromatogramm eines handelsüblichen roten Heringssalates. In dem Salat waren Saccharin (71 mg/kg) sowie die Konservierungsstoffe Benzoe- und Sorbinsäure (211 bzw. 99 mg/kg) nachweisbar.

Zusatzversuche zu Bratheringen, Dillhappen mit Sahne, Heringfilets in Curry-Dressing bzw. Sahne-Meerrettich-Creme und Gabelbissen in Mayonnaise bzw. Remoulade ergeben durchschnittliche Wiederfindungsraten von 98% für Acesulfam-K, 99% für Saccharin, 97% für Benzoessäure und 96% für Sorbinsäure.

3.5 Stabilitätsverhalten der Süßstoffe in Bismarckheringen

Für den Lebensmittelhersteller ist die Stabilität der verwendeten Süßstoffe bei der Herstellung und Lagerung der Erzeugnisse von großer Bedeutung. Der pH-Wert stellt neben Zeit und Temperatur einen wichtigen Parameter für die Stabilität von Saccharin, Acesulfam und Aspartam in Lösung dar. Optimale Stabilität wird für alle drei Verbindungen im schwach sauren Bereich von pH 3-5 erreicht⁸⁾. Im Handel erhältliche Bismarckheringe und Rollmöpse weisen im Fisch und Aufguß einen pH-Wert von 3,8 bis 4,4 auf⁹⁾. Der pH-Wert der unbenutzten Aufgüsse (2,6-5,8) sowie der fertigen Erzeugnisse liegt somit innerhalb des für die Stabilität der untersuchten Süßstoffe günstigen pH-Bereiches.

Zur Überprüfung der Süßstoffstabilität wurden unter praxisüblichen Bedingungen Bismarckheringe angesetzt, die unter Einhaltung in der Richtlinie der EG genannten Höchstmengen mit Saccharin, Acesulfam, Aspartam oder einer Kombination dieser Stoffe gesüßt waren.

Die Untersuchungen der verschiedenen Marinadenansätze haben gezeigt, daß Aspartam in dieser Erzeugnisart rasch abgebaut wird. Während im unbenutzten Aufguß auch noch nach 125 Tagen die ursprünglich zugesetzte Aspartammenge enthalten war, konnte in der fertigen Marinade bereits nach einwöchiger Lagerung bei + 4°C ein weitgehender Aspartamabbau festgestellt werden. Nach zwei Wochen waren im Filet und Aufguß mittels HPLC höchstens noch Spuren an Aspartam nachweisbar. Vermutlich findet ein Abbau des Dipeptidesters durch fischeigene Peptidasen statt, die auch in der fertigen Marinade noch wirksam sind¹⁰⁾.

Acesulfam und Saccharin erwiesen sich dagegen auch nach einer Lagerung der Bismarckheringe von 160 Tagen bei + 4°C als vollkommen stabil. Bei Verwendung von Acesulfam könnten somit die handelsüblichen Mindesthaltbarkeitszeiten von bislang ausschließlich mit Saccharin gesüßten Erzeugnissen beibehalten werden.

Zusammenfassung

Es wurde gezeigt, daß unter Anwendung der HPLC Acesulfam, Saccharin, Aspartam, Sorbin- und Benzoessäure in Fischerzeugnissen schnell und mit guter Empfindlichkeit bestimmt werden können. Die Ermittlung des Aspartamgehaltes erfolgt unmittelbar im geklärten

wäßrigen Probenextrakt. Für die übrigen Verbindungen wird der Extrakt noch durch Anionenaustausch an einer Festphasenkartusche gereinigt. Die Ausbeuten bei Zusatzversuchen im Konzentrationsbereich von 50–400 mg Süßstoff/kg und 50–4000 mg Konservierungsstoff/kg lagen für alle untersuchten Zusatzstoffe zwischen 84 und 102%. Die Ergebnisse waren gut reproduzierbar.

Bei den Untersuchungen zum Stabilitätsverhalten der Süßstoffe in Bismarckhering erwies sich nur Aspartam als nicht ausreichend stabil.

Summary

A high-performance liquid chromatography method is described for the rapid and sensitive determination of acesulfame, saccharin, aspartame, sorbic acid and benzoic acid in fishery products. Aspartame is determined directly in the aqueous extract of samples. For the other additives clean-up of the extract is performed by anion exchange chromatography. Recoveries of spiked samples at concentrations of 50–400 mg sweetener/kg and 50–4000 mg preservative/kg are in the range of 84–102% for all analyzed substances. The results were highly reproducible. The storage stability of the sweeteners in Bismarck herring was investigated. Only the amount of aspartame in this products decreased fast.

Dank

Nadler Feinkost GmbH und Mitarbeitern (Bremerhaven) danke ich für die Bereitstellung der Rohstoffe zum Ansetzen von Marinaden, Herrn Th. Schmidt für die sorgfältige Durchführung der Analysen.

Literatur

- 1) Verordnung über die Zulassung von Zusatzstoffen zu Lebensmitteln (Zusatzstoff-Zulassungsverordnung) vom 22. 12. 81 (BGBl. I S. 1633), zuletzt geändert am 20. 12. 93 (BGBl. I S. 2369)
- 2) Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates über Süßungsmittel, die in Lebensmitteln verwendet werden dürfen, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften **37**, Nr. 237 S. 3 (1994)
- 3) Henning, W.: Bestimmung von Saccharin in Lebensmitteln komplexer Matrix mit Ionen-Paar HPLC. Dtsch. Lebensm.-Rdsch. **79**, 16–19 (1983)
- 4) Swaczyna, H.: Zur Bestimmung künstlicher Süßstoffe in Lebensmitteln. Lebensmittel- u. Biotechnologie **225–227** (1987)
- 5) Hagenauer-Hener, U., C. Frank, U. Hener u. A. Mosandl: Bestimmung von Aspartam, Acesulfam-K, Saccharin, Coffein, Sorbinsäure und Benzoesäure in Lebensmitteln mittels HPLC. Dtsch. Lebensm.-Rdsch. **86**, 348–351 (1990)
- 6) Vorschlag für eine Richtlinie des Rates über Lebensmittelzusatzstoffe außer Farbstoffen und Süßstoffen, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften Nr. C 206 vom 13. 8. 92, S. 12–40
- 7) Hannisdal, A.: Analysis of acesulfame-K, saccharin and preservatives in beverages and jams by HPLC. Z. Lebensm. Unters. Forsch. **194**, 517–519 (1992)
- 8) O'Brien Nabors, L. u. R. C. Gelardi: Alternative Sweeteners, 2. Aufl., Marcel Dekker, Inc., New York, Basel, Hong Kong (1991)
- 9) Karl H. u. W. Schreiber: Salz- und Säuregehalt von Marinaden: eine status-quo-Untersuchung. Dtsch. Lebensm.-Rdsch. **86**, 286–288 (1990)
- 10) Ludorff, W. u. V. Meyer: Fische und Fischerzeugnisse, 2. Auflage, Parey-Verlag, Berlin u. Hamburg, 148–153 (1973)

Lebensmittelp Physik – ausgewählte Arbeitsbeispiele*)

H. Rohm

Institut für Milchforschung und Bakteriologie, Universität für Bodenkultur, Gregor Mendel Straße 33, A-1180 Wien, Österreich

1. Einleitung

Der Versuch, innerhalb der angewandten Lebensmittelwissenschaften – wenn überhaupt möglich – zu differenzieren, führt zu wohl bekannten Arbeitsgebieten wie Lebensmittelchemie, -mikrobiologie, -hygiene, -sensorik oder -technologie. All diese Disziplinen haben das Substrat „Lebensmittel“ im weitesten Sinne als Grundlage, wobei die begriffliche Etablierung – wie Klostermeyer¹⁾ treffend formulierte – sicher auch mit der Komplexität von Medien wie Wurstbrät oder Sauerteig und deren partiellen Ignorieren durch die Grundlagenforschung in Konnex steht.

In neueren Monographien wurden die Termini „Lebensmittel“ und „physikalische Eigenschaften“ erstmals zu Anfang der siebziger Jahre dieses Jahrhunderts verwoben²⁾; seither scheint auch die Lebensmittelp Physik als eigenständiges angewandtes Forschungsgebiet in der wissenschaftlichen Literatur Fuß zu fassen^{3,4,5,6)}. Einen wesentlichen Schritt zur Abgrenzung und Definition der Lebensmittelp Physik setzte Szczesniak⁷⁾, indem die Autorin expressis verbis die Behandlung von geometrischen, optischen, thermischen, elektrischen sowie mechanischen Eigenschaften als Teilbereiche der Lebensmittelp Physik darstellte.

*) Vortrag anlässlich des Habilitationskolloquiums, Juli 1994, Wien.

2. Lebensmittelp Physik und Lebensmittelqualität

Grundsätzlich determinieren eine Reihe von Eigenschaften die Gesamtqualität von Lebensmitteln; im Gegensatz zu den produktbezogenen primären Faktoren stellen die sekundären oder weiteren Faktoren eine Funktion von Bekanntheitsgrad, Preis, Verpackung u. ä. dar⁸⁾. Da Nährstoffgehalt und gesundheitliche Unbedenklichkeit in entwickelten Gesellschaften kein Qualitätsmerkmal i. e. S., sondern selbstverständlich sind, verbleiben sensorisch relevante Akzeptanzfaktoren als wesentlicher Ausdruck der Qualität (Abb. 1). Dabei sind den klassischen chemischen Stimuli Geruch und Geschmack – die aus der Wahrnehmbarkeit gelöster und gasförmiger Stoffe durch die entsprechenden sensorischen Systeme resultieren – deren physikalischen Pendant gegenüberzustellen. Unter Erscheinungsbild subsumieren sich dabei über den Gesichtssinn wahrgenommene Parameter wie Farbe, Form oder Größe, während der breiter gefaßte Texturkomplex – dem nach der klassischen Definition mechanische und geometrische Eigenschaften sowie Mundgefühlattribute zuzuordnen sind⁹⁾ – Stimuli betrifft, auf die spezielle Sinnesmodalitäten (visuelle und akustische Rezeptoren) und Hautsinne (Tastsinn und Tiefensensibilität) gleichermaßen ansprechen. Als Besonderheit der Texturwahrnehmungen sind – wie bereits früher dargestellt¹⁰⁾ – motorische Aktivitäten hervorzu-