

Zäh? Fettig? Faserig?

Komplexe Lebensmittelproben
schnell und reproduzierbar zerkleinern

Für verschiedene Lebensmittelarten und Zielanalyten werden geeignete Geräte zur gleichmäßigen Homogenisierung von Proben vorgestellt.

Für die Qualität von Lebensmitteln haben Verbraucher inzwischen eine sehr hohe Sensibilität entwickelt. Lebensmittel werden nicht mehr nur nach ihren sensorischen Eigenschaften wie Aussehen, Geschmack oder Geruch bewertet, die Kenntnis der Inhaltstoffe ist für den Konsumenten ebenfalls ein entscheidendes Kriterium für die Kaufentscheidung geworden. In diesem Bereich ermöglicht die Lebensmittelanalytik einerseits die Detektion von unerwünschten Kontaminanten wie Pestiziden oder Mykotoxinen, andererseits auch die Bestimmung der genauen Zusammensetzung, was vor allem bei diätetischen Lebensmitteln oder Kindernahrung von großer Bedeutung ist.

Im Lebensmittelbereich ist die Homogenisierung der Probe von besonderer Bedeutung: Für die meisten Analysen werden nur einige Milligramm oder wenige Gramm Probe benötigt, die allerdings die gesamte Ausgangsprobe repräsentieren müssen – auch im Sinne einer Reproduzierbarkeit der Analyse. Grundsätzlich muss die Probenvorbereitung sowohl an die Probeneigenschaften als auch an die Anforderungen der nachfolgenden Analytik angepasst werden, um falsche Aussagen zu vermeiden. Mahlparameter und Zubehör werden so gewählt, dass die zu untersuchenden Eigenschaften der Probe durch die Behandlung nicht verändert werden. Die Art der Probenvorbereitung und die benötigte Partikelgröße richten sich nach der Analysenmethode. Für die meisten Aufschluss- oder Extraktionsverfahren ist z.B. eine Feinheit von 0,5mm optimal. Lebensmittel variieren sehr stark in Bezug auf Härte, Feuchte oder Fettgehalt. Für die unterschiedlichen Anforderungen in der Lebensmittelanalytik bietet Retsch eine große Bandbreite geeigneter Mühlen an.

Lebensmittel mit hohem Wasser-, Öl- oder Fettanteil

Die Messermühle Grindomix GM 200 von Retsch ist ein Standard-Gerät für die Lebensmittelaufbereitung. Sie wurde komplett überarbeitet und optimiert. Der Schneideffekt der Stahlklingen führt zu einer vollständigen Homogenisierung von Proben mit hohem Wasser-, Öl-, Zucker- oder Fettanteil. Die GM 200 kann bis zu 700 ml Probenmaterial aufnehmen und



Bild 1:
In der Messermühle Grindomix GM 200 lassen sich Proben mit hohem Wasser- oder Fettanteil homogenisieren.
(Bild: Retsch)

deckt hier einen breiten Anwendungsbereich ab: von körnigem Material wie Raps, Reis oder Sojabohnen bis hin zu faserigen oder zähen Proben wie Fleisch, Fisch, Süßigkeiten, Käse oder Pflanzen.

Anwendungsbeispiel: Schweinebauch

Zähe Proben, wie z.B. sehr fetthaltiger Schweinebauch, lassen sich dank des kraftvollen 1000W-Antriebs mit erhöhter Durchzugskraft problemlos in der GM 200 in nur 30 Sekunden ohne Blockaden homogenisieren. Dabei kann die innovative Boost-Funktion hilfreich sein, welche die maximale Drehzahl kurzzeitig auf 14 000 min⁻¹ erhöht. Bei dieser Applikation kommt ein spezielles Messer mit gezahnten Schneiden zum Einsatz, das wesentlich besser durch das zähe Material schneidet als konventionelle Messer. Ein spezieller Volumenreduktionsdeckel hilft, die Proben kontinuierlich gegen die Klingen des Messers zu drücken und so eine vollständige Homogenisierung zu gewährleisten. Alle Bestandteile (Behälter, Deckel, Messer), die mit der Probe in Berührung kommen, können einfach und schnell gereinigt werden, z.B. in der Spülmaschine.

Kryogene Vermahlung von Proben mit flüchtigen Bestandteilen

Die Grindomix GM 300 eignet sich auch für die Probenzerkleinerung von Lebensmitteln, die gekühlt verarbeitet werden müssen. Dies ist z.B. der Fall, wenn leicht flüchtige Bestandteile wie Pestizide nachgewiesen werden sollen oder wenn das Material weich und elastisch ist und sich ohne Versprödung kaum zerkleinern lässt. Hierfür wird die Probe z.B. mit der zweifachen Menge an Trockeneis gekühlt. Nachdem das Gemisch durchgekühlt ist, wird es in den Mahlbe-



Bild 2: Schweinebauch vor und nach der Homogenisierung in der Grindomix GM 200. (Bilder: Retsch)



Bild 3: Gummibärchen vor und nach der Homogenisierung mit Trockenis in der Grindomix GM 300. (Bild: Retsch)

hälter der GM 300 gefüllt und zerkleinert. Damit der Überdruck entweichen kann, hat Retsch für diese Anwendung einen speziellen Deckel mit großer Öffnung entwickelt.

Müssen kleinere Probenmengen bis 20 ml versprödet werden und während des Mahlprozesses gekühlt bleiben, so erfolgt die Zerkleinerung idealerweise in der Retsch Cryomill. Probe und Mahlkugeln werden in den Mahlbecher gegeben, welcher in horizontaler Lage Schwingungen mit einer Frequenz von bis zu 30 Hz durchführt. Der Mahlbecher wird vor und während der Zerkleinerung kontinuierlich mit flüssigem Stickstoff aus einem integrierten Autofill-System gekühlt.

Bestimmung von Mykotoxinen

Mykotoxine werden nur unter bestimmten Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen bei Getreiden und Nüssen gebildet. Die Ursache ist meist eine falsche oder zu lange Lagerung. Oft entsteht nicht nur eine Substanz, sondern eine ganze Familie chemisch verwandter Verbindungen. Mykotoxine sind weitgehend hitzestabil und werden daher bei der Nahrungsmittelverarbeitung in der Regel nicht zerstört.

Um die Mykotoxine hinreichend aus dem Ausgangsmaterial zu extrahieren, muss die Probe zuvor zerkleinert und homogenisiert werden. Da die Grenzwerte für die Mykotoxin-Belastung zwischen 0,025 und 15 µg/kg liegen und ein Pilzbefall meist in Nestern erfolgt, muss eine Stichprobe ausreichend groß sein, um eine Kontamination nachweisen zu können. Dazu wird eine repräsentative Menge von ca. ein bis zwei kg pro Tonne an gelieferten Nüssen zunächst mit der Retsch Schneidmühle SM 300 auf

eine Partikelgröße von ca. 1–3 mm vorzerkleinert. Diese Mühle wird vor allem für die schnelle und schonende Zerkleinerung trockener Materialien bis zu einer Endfeinheit von 0,25 mm eingesetzt. Eine Teilprobe wird nun der Feinzerkleinerung zugeführt. Hierfür eignet sich die Ultra-Zentrifugalmühle ZM 300. Da Mykotoxine gut fettlöslich sind, sollte die Vermahlung möglichst schonend erfolgen, um die Freisetzung von Fetten aus dem Probenmaterial zu vermeiden. Dies wird durch die zweistufige Vor- und Feinzerkleinerung in der ZM 300 gewährleistet. Das Aufgabegut verweilt nur kurz im Mahlraum, so dass die zu bestimmenden Eigenschaften der Probe nicht verändert werden. Eine Feinheit von ca. 300 µm ist ausreichend für die nachfolgende Extraktion der Mykotoxine aus dem Probenmaterial.

Probenvorbereitung für die Pestizid-Analytik

Um die Probenvorbereitung bei der Pestizidanalytik effizienter zu gestalten, wurde die sog. QuEChERS-Methode („Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe“) entwickelt. Für eine Untersuchung nach dieser Methode werden 10 g der homogenisierten Lebensmittelprobe mit 10 ml Acetonitril, welches mit einem Salzgemisch versetzt ist, extrahiert, wobei das Gemisch für 1 bis 3 Minuten geschüttelt werden muss. Zur Erleichterung im Laboralltag und zur Gewährleistung repräsentativer Ergebnisse sollte das Schütteln am besten in einer modernen Labormühle erfolgen, wie z. B. der Schwingmühle MM 400. Mittels eines Adapters können bis zu acht 50 ml Falcon Tubes mit einer Frequenz von bis zu 30 Hz bewegt werden, so dass eine gute Durchmischung und nachfolgende Extraktion erreicht werden. Anschließend wird die organische Phase getrocknet und chromatographisch auf Pestizide untersucht.

Fazit

Die aufgeführten Beispiele zeigen, dass für eine analysenneutrale Probenvorbereitung von Lebensmitteln unterschiedliche Labormühlen zum Einsatz kommen. Je flexibler die Mühlen durch Optionen wie variable Drehzahl, unterschiedliche Werkstoffe der Mahlwerkzeuge und umfangreiches Zubehör an die Anforderungen der Probe und der nachfolgenden Analytik angepasst werden können, desto höher ist der erzielbare Grad an Reproduzierbarkeit und Repräsentativität – für verlässliche Analysenergebnisse.

AUTORIN

Dr. Tanja Butt

Produktmanagement
RETSCH GmbH, Haan
t.butt@retsch.com