

Probenvorbereitung für die Pestizidanalytik nach der QuEChERS Methode



Messermühlen
GRINDOMIX GM 200/GM 300
www.retsch.de/gm200
www.retsch.de/gm300



Schwingmühle
MM 400
www.retsch.de/mm400



Schadstoffanalytik im Kundenauftrag

Das italienische Auftragslabor pH s.r.l. ist mit verschiedenen RETSCH Geräten zur Probenvorbereitung ausgestattet: vier Messermühlen GRINDOMIX GM 200, eine GRINDOMIX GM 300 und eine Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200.

pH führt regelmäßig Lebensmittelanalysen für viele große italienische Lebensmittelproduzenten durch. Die analysenneutrale Aufbereitung der Proben ist dabei von großer Wichtigkeit, besonders für den **Nachweis von Mykotoxinen und Pestiziden**. Für diese Art der Analyse benötigt man nicht nur eine vollständig homogene Probe, es ist außerdem wichtig, dass das Material bei der Homogenisierung nicht zu stark erwärmt wird, damit die leichtflüchtigen Bestandteile erhalten bleiben.

Ziel des pH Auftragslabors ist es, den Prozess der Probenvorbereitung so effizient wie möglich zu gestalten. Bei einem durchschnittlichen Aufkommen von 15 bis 20 Proben pro Tag ist Zeitersparnis ein wichtiger Faktor. Das Labor verarbeitet häufig Obst- und Gemüseproben. Für kleinere Mengen wird die Messermühle GRINDOMIX GM 200 eingesetzt, wenn

größere Mengen bis 4,5 l anfallen, werden mit der GM 300 sehr gute Ergebnisse erzielt. Mit der GM 300 verarbeitet das Labor z. B. 8 Bananen in einem Arbeitsgang, ohne Vorzerkleinerung. Dabei kommt der **patentierterte Schwerkraftdeckel** zum Einsatz, der das Mahlraumvolumen dynamisch reduziert und so eine **vollständige Homogenisierung der Probe** ermöglicht. Diese wird anschließend nach der QuEChERS Methode weiterbearbeitet, um eventuelle Pestizidrückstände zu bestimmen. Je nach Beschaffenheit der Probe mischt pH das Material im Verhältnis 2:1 mit Trockeneis, um die Bruch Eigenschaften zu verbessern. Für solche Anwendungen wird ein Mahlbehälter aus rostfreiem Stahl eingesetzt.

Manuele Mecacci, Laborant bei pH S.r.l., ist von den Vorteilen der GM 300 überzeugt: „Wir nutzen die GM 300 von RETSCH mit dem Schwerkraftdeckel und sind mit den Ergebnissen sehr zufrieden. Bevor wir diese Mühle eingesetzt haben, war es nicht möglich, vollständig homogenisierte Proben zu erhalten. Zudem sorgt die GM 300 für Zeitersparnis in der Probenvorbereitung, da sie die Proben in wenigen Sekunden verarbeitet.“

„Bevor wir die GM 300 eingesetzt haben, war es nicht möglich, vollständig homogenisierte Proben zu erhalten.“

Manuele Mecacci, pH s.r.l.

Um die Probenvorbereitung bei der Pestizidanalytik effizienter zu gestalten, wurde die sogenannte QuEChERS Methode entwickelt. QuEChERS steht für „Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe“, was so viel bedeutet wie „Schnell, einfach, preiswert, robust und sicher“. Reihenuntersuchungen haben gezeigt, dass die mit QuEChERS erzielten Analyseergebnisse dem Vergleich mit herkömmlichen Methoden (wie z. B. DFG S19) standhalten.

Bei der Homogenisierung ist zu beachten, dass die Probe während des Mahlprozesses nicht erwärmt wird, da Pestizide teilweise leicht flüchtig sind. Dies kann durch eine Kühlung der Probe erreicht werden. Außerdem lässt sich mit gefrorenem Material eine höhere Feinheit und Homogenität erreichen, da durch die Versprödung die Brucheigenschaften der Probe verbessert werden. Speziell für die GRINDOMIX GM 300 wurde deshalb ein Mahlbecher entwickelt, der es erlaubt, die Probe unter Zugabe von Trockeneis zu vermahlen. Alternativ kann die RETSCH CryoMill eingesetzt werden, eine Schwingmühle, die die Probe kontinuierlich mit flüssigem Stickstoff kühlt.

Nach der Homogenisierung werden 10 g der Lebensmittelprobe mit 10 ml Acetonitril extrahiert. Anschließend wird die organische Phase getrocknet und chromatographisch auf Pestizide untersucht. Um Matrixeffekte in den Chromatogrammen zu vermeiden, wird der Probe bei der Extraktion mit Acetonitril ein Salzmischung (z. B. Natriumchlorid und Magnesiumsulfat im Verhältnis 1:2) zugesetzt. Zur reproduzierbaren Herstellung dieser Salzmischungen eignen sich sehr gut Rotationsprobenteiler – insbesondere der PT 100 von RETSCH. Mit dem PT 100 können bis zu 10 Salzmischungen gleichzeitig in reproduzierbarer Qualität hergestellt werden.

Um die Pestizide aus der Probe in die organische Phase zu überführen, muss das Gemisch mit dem Acetonitril und dem Salz für 1 bis 3 Minuten geschüttelt werden.

Das Schütteln kann auch von einer modernen Labormühle übernommen werden, wie z. B. der **Schwingmühle MM 400** von RETSCH, die die Probe in einem **50 ml Falcon-Zentrifugenröhrchen** mit einer Frequenz von bis zu 30 Hz bewegt, so dass eine gute Durchmischung und anschließende Extraktion gewährleistet ist.



Manuele Mecacci mit der GRINDOMIX GM 300



Mit dem neuen Adapter können in der MM 400 bis zu 8 Falcon Tubes à 50 ml eingesetzt werden.

NEU



pH s.r.l., Italien

Die Firma pH s.r.l., mit Sitz in der Nähe von Florenz (Italien), wurde 1982 gegründet und ist heute eines der führenden italienischen Auftragslabore. Zu den Schwerpunkten des Labors zählen u. a. Lebensmittelsicherheit, Arbeitssicherheit, Industriehygiene und Umweltanalytik. Man unterstützt Unternehmen bei der Erlangung von Produktzertifizierungen sowie bei der Rückverfolgbarkeit der Produktionskette.



www.phsrl.it

LEISTUNGSMERKMALE

Messermühle GRINDOMIX GM 300

Einsatzgebiet: Zerkleinern, Homogenisieren und Mischen
 Materialart: weich, mittelhart, elastisch, wasser-, fett-, ölhaltig, trocken, faserig
 Aufgabekorngröße*: ~ 130 mm
 Endfeinheit*: < 300 µm

*je nach Probenmaterial und Gerätekonfiguration

SCHWINGMÜHLE MM 400

Einsatzgebiet: Zerkleinern, Mischen, Homogenisieren, Zellaufschluss, Kryogenvermahlung
 Materialart: hart, mittelhart, weich, spröde, elastisch, faserig
 Aufgabekorngröße*: ≤ 8 mm
 Endfeinheit*: ~ 5 µm