

Komplexe Proben schnell und reproduzierbar zerkleinern

Dr. Tanja Hanke

Retsch GmbH

Nahrungsmittel treten in sehr unterschiedlichen Formen und Konsistenzen auf und sind in der Regel inhomogen. Für die Analytik z.B. zur Bestimmung von Nährwerten oder zum Auffinden von Schadstoffen werden jedoch homogene und repräsentative Proben benötigt, um aussagekräftige und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Im Rahmen der Probenvorbereitung müssen die oft sehr komplexen Proben homogenisiert und auf eine hinreichende Partikelgröße zerkleinert werden. Ideale Helfer bei diesem wichtigen Schritt sind Labormühlen unterschiedlicher Bauart, wie sie von RETSCH angeboten werden.

Für die meisten Analysen werden nur einige Milligramm oder wenige Gramm benötigt, die allerdings die gesamte Ausgangsprobe repräsentieren müssen. Je nachdem, aus welchem Teil der Probe die Analysenprobe entnommen wird, erhält man unterschiedliche Aussagen bezüglich der Zusammensetzung. Müsliriegel z.B. enthalten verschiedene Komponenten, welche zur exakten Bestimmung der Nährwerte alle repräsentativ in der Teilprobe enthalten sein müssen. Dies wird durch die Homogenisierung der Probe vor der Analyse gewährleistet. 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. Generell sollte nur „so fein wie nötig“ statt „so fein wie möglich“ vermahlen werden, da eine höhere Feinheit immer mit mehr Aufwand (Energieeintrag, Zeit, Wärme, Verschleiß) verbunden ist. 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 0,5 mm optimal.

Lebensmittel variieren sehr stark in Bezug auf Härte, Feuchte oder Fettgehalt. RETSCH bietet für die unterschiedlichen Anforderungen in der Lebensmittelanalytik eine große

Bandbreite geeigneter Mühlen an. Gerade in diesem Bereich wird eine große Anzahl von Proben am Tag analysiert. Durch eine einfache, intuitive Handhabung der Geräte, die effektive Probenzerkleinerung sowie die schnelle Reinigung der Mühlen lässt sich die Effizienz im Labor erhöhen.

Lebensmittel mit hohem Wasser-, Öl- oder Fettanteil

Proben mit einem hohen Wasser-, Öl- oder Fettanteil lassen sich am besten in einer Messermühle homogenisieren. Der Schneideeffekt einer Messermühle wie der Grindomix GM 300, der durch die scharfen Stahlklingen des Messers erzeugt wird, in Kombination mit einem Schwerkraftdeckel, ermöglicht die sichere Zerkleinerung und Homogenisierung von Proben mit hohem Wasser-, Öl- oder Fettanteil. Lebensmittel werden häufig bis auf ca. 0,5 mm zerkleinert, da diese Feinheit z.B. für NIR Analysen ausreichend ist.



Abb. 1: Messermühle GRINDOMIX GM 300 für bis zu 4,5 l Probenmaterial

Dank eines Mahlraumvolumens von 5 Litern können z. B. handelsübliche Verpackungsgrößen, wie eine komplette Pizza oder ein Salatkopf in einem Arbeitsgang aufbereitet werden. Repräsentative Proben mit einer minimalen Standardabweichung liefert die GM 300 in der Regel in weniger als 30 Se-

kunden. Variable Drehzahlen und eine umfangreiche Auswahl an Behältern und Deckeln sowie die Autoklavierbarkeit der Mahlwerkzeuge machen die GRINDOMIX Mühlen universell einsetzbar. Selbst sehr heterogene Materialgemische wie Müsliriegel (Nüsse, Rosinen, Haferflocken etc.), die einen hohen Fett- und Zuckergehalt aufweisen, werden in der GM 300 innerhalb von einer Minute zu einem homogenen Pulver mit einer Partikelgröße von überwiegend < 1 mm vermahlen. Vor- und Feinzerkleinerung sind in einem Arbeitsgang möglich: die Riegel werden zunächst für 30 s bei 700 min⁻¹ mit der Messerrückseite vorzerkleinert und anschließend für 30 s bei 3.000 min⁻¹ mit der scharfen Klinge vollständig homogenisiert. Durch diese Vorgehensweise werden die Freisetzung von Fett und das Verkleben der Mahlwerkzeuge durch den hohen Zuckeranteil, wie sie bei anderen Mühlentypen oder Haushaltsmixern auftreten können, erfolgreich vermieden.

Zähe Proben, wie z.B. sehr fetthaltiger Schweinebauch, können ebenfalls in der GM 300 problemlos homogenisiert werden. Hier kommt ein spezielles Messer mit gezahnten Schneiden zum Einsatz, das wesentlich besser durch das zähe Material schneidet als konventionelle Messer. Die Reinigung aller Bestandteile, die mit der Probe in Berührung kommen (Behälter, Deckel, Messer) erfolgt einfach und schnell, 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 Mahlbehälter 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. Die Probe wird vor und während der Zerkleinerung kontinuierlich mit flüssigem Stickstoff aus einem integrierten Autofill-System indirekt gekühlt.

Vermahlung von körnigen Lebensmitteln wie Getreide, Reis, Mais etc.

Mittelharte, körnige Lebensmittel wie Getreide werden am besten durch eine Kombination der Zerkleinerungsprinzipien Prall und Reibung vermahlen. Durch ein Prall-Ereignis wird das Getreidekorn aufgesprengt, die kleineren Teile werden anschließend durch Reibung weiter zerkleinert. Hierfür bestens geeignet ist die Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200, eine Hochgeschwindigkeits-Rotormühle, die durch Prall und Scherwirkung zwischen Rotor und feststehendem Ringsieb zerkleinert. Das Aufgabegut verweilt nur sehr kurz im Mahlraum der ZM 200, so dass die zu bestimmenden Eigenschaftsmerkmale der Probe nicht verändert werden. Eine 100 g Probe Reis kann in der ZM 200 bei 18000 min⁻¹ und Einsatz eines 0,5 mm Distanzsiebes und Zyklons in weniger als 2 Minuten vollständig auf eine Feinheit unter 0,5 mm zerkleinert werden. Feinere Teilchengrößen erhält man durch Einsatz eines Siebs mit kleineren Öffnungsweiten. Die vermahlene Probe wird in einer Auffangkassette gesammelt. Bei der Entnahme der Kassette wird zwangsläufig auch das Ringsieb entnommen, was die verlustfreie Rückgewinnung der Probe erlaubt. Müssen kleine Mengen bis 20 ml vermahlen werden, steht eine Minikassette zur Verfügung.

Die ZM 200 eignet sich auch für leicht fettige und körnige Lebensmittel wie Saatgut oder Kaffeebohnen. Hier empfiehlt sich die Verwendung eines sogenannten Distanzsiebes. Dieses liegt nicht so eng am Rotor an,

wodurch ein Verschmieren der Sieböffnungen durch den Fettanteil vermindert wird. Außerdem wird weniger Reibungswärme erzeugt, so dass temperaturempfindliche Proben ebenfalls mit einem Distanzsieb vermahlen werden sollten.



Abb. 2: In der Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200 wird die Probe zwischen Rotor und Ringsieb zerkleinert

Retsch bietet außerdem für nicht ölhaltige Proben (z. B. Getreide, Cornflakes, Nudeln, Reis) die Zyklonmühle Twister an. Ähnlich wie bei der ZM 200 wird die Probe an einem Rotor mit Zähnen und einem Sieb durch Prall und Scherung zerkleinert. Der integrierte Zyklon sorgt dabei für Kühlung der Probe, welche nach der Zerkleinerung direkt in der Auffangflasche gesammelt wird. Diese Mühle eignet sich besonders für die NIR-Analytik und für einen sehr hohen Probendurchsatz.

Probenvorbereitung für die Pestizid-Analytik mit der QuEChERS-Methode

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 ver-

setzt ist, extrahiert, wobei das Gemisch für 1 bis 3 Minuten geschüttelt werden muss. Zur Erleichterung im Laboralltag und zur Gewährleistung repräsentativer Ergebnisse erfolgt das Schütteln am besten in einer modernen Labormühle, wie z. B. der Schwingmühle MM 400 von RETSCH. 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 anschließende Extraktion gewährleistet ist. Anschließend wird die organische Phase getrocknet und chromatographisch auf Pestizide untersucht.

Fazit

RETSCH bietet eine große Bandbreite von Labormühlen für die schnelle, reproduzierbare und analysenneutrale Aufbereitung einer Vielzahl von Lebensmitteln an. Dank umfangreichem Zubehör und flexibler Anpassungsmöglichkeiten an das jeweilige Probenmaterial und die Probenmenge können sowohl Lebensmittel mit hohem Wasser-, Zucker-, Öl- oder Fettanteil, als auch körnige Proben wie Getreide oder Kaffeebohnen problemlos vermahlen werden. Mittels einer kryogenen Zerkleinerung mit Flüssigstickstoff oder Trockeneis werden weiche, elastische Proben bzw. solche mit flüchtigen Bestandteilen bestens für die Analytik vorbereitet. Die Effizienz der Lebensmittelanalytik lässt sich durch den Einsatz von RETSCH Mühlen erheblich steigern.