

**Neue Labormethode:****Schnelle und einfache Messung des Feuchte- und Fettgehaltes von komplexen Lebensmittelproben***Dr. Tanja Butt<sup>1</sup>, Ulf Sengutta<sup>2</sup>, Frank Scholten<sup>2</sup>**<sup>1</sup>RETSCH GmbH, <sup>2</sup>CEM GmbH*

Dieser Artikel stellt eine neue Labormethode vor, die das ideale Zusammenspiel von Probenvorbereitung inklusive Zerkleinern und Homogenisieren mit geeigneten Labormøhlen für die Fettanalytik beschreibt. Gerade heterogene Lebensmittel stellen hohe Anforderungen an die Zerkleinerung und Homogenisierung der Proben. Die Präzision und Richtigkeit der Fettgehalte steht in direktem Zusammenhang zur vorgeschalteten Probenvorbereitung.

Die Gehalte an Feuchte bzw. Feststoff sowie Fett sind wichtige Kontrollparameter bei der Qualitätskontrolle laufender Lebensmittelproduktionen und der Eingangskontrolle von Rohstoffen. Problematisch ist jedoch die Zeitintensität der Analyse, da das Ergebnis häufig erst Stunden später nach Analysebeginn vorliegt und somit ein schnelles Eingreifen in die laufende Produktion verhindert.

Hier stellt der Fettanalysator Oracle als Mikrowellen- und NMR-Verbundgerät eine schnelle, universelle, lösungsmittelfreie und kalibrationsfreie Technologie mit präzisen Ergebnissen dar. Das Oracle kann zur Feuchte- und Fettbestimmung bei allen Lebensmitteln eingesetzt werden.

Das Oracle wurde als Fettanalysator für den universellen Einsatz bei unterschiedlichsten Proben entwickelt. Hier müssen keine umfangreichen produktspezifischen Kalibrierungen für unterschiedliche Rezepturen durchgeführt werden. Direkt nach der Installation ist das Oracle für die Routine einsatzfähig und bestimmt kalibrations- und lösemittelfrei, schnell und präzise den Feuchte-

und Fettgehalt aller Lebensmittel. Komplexe Proben wie z. B. vegetarische Schnitzel, Tortellini, gefüllte Ravioli, gefüllten Kartoffeltaschen, Speck, Mettwurst, Frühlingsrollen und Pizza sind sehr heterogen aufgebaut und bedürfen vor der Analyse einer effektiven Zerkleinerung und Homogenisierung.

**Homogenisierung von Proben mit hohem Fettanteil**

Retsch bietet die Messermøhlen Grindomix GM 200 oder GM 300 für die Homogenisierung von Lebensmittelproben mit hohem Fett- oder Ölanteil (Abbildung 1). Diese Møhlen homogenisieren die Proben durch Schneideffekte. Der Feinheitsgrad wird dabei durch die variable Geschwindigkeit bestimmt. Der Mahlvorgang kann sogar in einer flüssigen Phase, z.B. Extraktionsmedium, erfolgen. Daher kann ein Probenverlust beim Übertragen der homogenisierten Probe in einen Extraktionsbehälter weitestgehend minimiert werden.

Die GM 300 zerkleinert Probenvolumina bis 4,5 l und kann daher sogar eine kom-

plette Pizza in einem Arbeitsschritt homogenisieren. Im Rückwärtslauf trifft die stumpfe Seite der Klingen auf die Probe, wodurch die Probe eher durch Prall statt mit Schneideffekt zerkleinert wird. Des Weiteren stehen viele Zubehörteile zur Verfügung: verschiedene Messer und Mahlbehälter-Deckel, Mahlbehälter aus Polypropylen, Polycarbonat oder rostfreiem Edelstahl.

Alle Behälter außer der Polypropylenvariante können autoklaviert werden. Bei Verwendung eines Volumenreduktionsdeckels kann das Probenvolumen auf 0,25 oder 0,5 l reduziert werden, die Probe wird im Mahlprozess gegen die Klingen gedrückt, was die Vermahlung bei geringen Probenvolumina besonders effektiv macht.

Gerade bei klebrigen Proben, die über oder unter den rotierenden Klingen an der Innenwand des Mahlbehälters kleben würden, wird somit die Homogenisierung deutlich erleichtert. Die GM 200 schafft 10.000 Umdrehungen pro Minute und ist daher besonders für zähe Proben mit hohem Fettanteil geeignet.

**Kryogenvermahlung fettiger Lebensmittel**

Die meisten Proben können bei Raumtemperaturen bis zur Analysenfeinheit vermahlen werden. Fettige und klebrige Lebensmittel jedoch (wie Pizza, Käse, Marzipan) können bei Raumtemperatur die Møhle blockieren. Diese Art Proben wird am besten kryogen vermahlen. Eine solche Vermahlung wird in Messermøhlen mit Trockeneisschnee (festes CO<sub>2</sub> bei -78°C) durchgeführt, die Proben werden durch die Kälte brüchig und kleben nicht mehr. Die Probe wird mit Trockeneis-



Abb. 1: Messermøhlen **GRINDOMIX** GM200 und GM 300

schnee (im Verhältnis 1 zu 2) gemischt, die komplette Mixtur in den Mahlbehälter überführt. Da Plastikbestandteile des Zubehörs ebenfalls versprödet würden und brechen können, sollte nur Zubehör aus Stahl verwendet werden. Retsch bietet sowohl für die GM 200 als auch für die GM 300 Edelstahlbehälter, Ganzmetallmesser und spezielle Deckel an, die ein Abgasen des CO<sub>2</sub> ermöglichen. In einer Kryogenvermahlung kann sogar Schokolade, welche bei Raumtemperatur nur pastenartig aufgearbeitet werden kann, pulverisiert und vollständig homogenisiert werden. Die GM 200 kann zur besseren Durchmischung der Probe mit einem Stahlbehälter mit Sicken ausgestattet werden.

Nach der erfolgreichen Probenzerkleinerung und Homogenisierung werden die unterschiedlichen Lebensmittelprodukte auf ihren Feuchte- und Fettgehalt hin untersucht.

Der Arbeitsablauf besteht nur aus 3 Schritten:

- ⇒ Trocknung der Probe im Mikrowellentrockner Smart 6: So wird in 2 bis 3 Minuten wird das gesamte Wasser ausgetrieben.
- ⇒ Überführen der getrockneten Probe ins Kernresonanz-Spektrometer (Oracle-Modul).
- ⇒ Fettmessung innerhalb von 30 Sekunden im Oracle Modul.

Die Bedienung der Trocknungswaage und des Oracle Moduls erfolgt über einen Touch Screen. Die Software mit menügeführten Arbeitsanweisungen analog zur Bedienung von Smartphones konzipiert.

Komplizierte Spektren wie z. B. die Fettsignale werden von der Software direkt ausgewertet und das Ergebnis visualisiert. Ein PC wurde in das Oracle System so integriert, damit auch angelerntes Personal bereits nach kurzer, etwa 15-minütiger Einweisung die Analysen selbstständig durchführen kann.

### **Funktionsweise der Kombination einer Feuchte- & Feststoffbestimmung mit anschließender Fettmessung**

Die Fettbestimmung von Lebensmitteln mittels Kernresonanzspektroskopie (NMR) ist eine zuverlässige Technik, die

- ⇒ bei allen Proben universell einsetzbar ist,
- ⇒ bei trockenen Proben schon lange etabliert ist,
- ⇒ ohne toxische Lösemittel arbeitet,
- ⇒ keine aufwendige und produktspezifische Kalibration erfordert,
- ⇒ sehr schnelle Ergebnisse in weniger als einer Minute liefert
- ⇒ sehr einfach zu bedienen ist.

Der Einsatz der NMR-Technologie für die Fettmessung ist nicht neu und wird bereits seit vielen Jahrzehnten für trockene Proben wie Nüsse, Schokolade oder Getreide eingesetzt. Allerdings scheiterten frühe Versuche zur Fettanalyse von sehr feuchten Produkten wie Fleisch- und Wurstwaren.

Der Grund für diese Fehlschläge war der Störeinfluss des Wassers auf das Fettsignal. Daher muss vor der Fettbestimmung das Wasser aus der Probe ausgetrieben werden. Der hohe, mehrstündige Zeitaufwand von Trocknungen im Trockenschrank machte diese Vorgehensweise in der Praxis ineffektiv und damit uninteressant. Aus diesem Anlass entwickelte CEM als Hersteller von Mikrowellentrockner, einen schnellen und damit effektiven Trockner, das Smart 6, zur schnellen Probentrocknung innerhalb von 2 Minuten, der der Fettmessung vorgeschaltet wird.

Die Mikrowellentrocknung als die schnellste direkte Trocknungsmethode ist schnell genug für die Prozesskontrolle und kann ohne Kalibrieraufwand für unterschiedliche Produkte und Sorten direkt am Produktionsort eingesetzt werden.

Als Mikrowellen-Feuchte/Feststoff-Analysensystem kommt das Smart 6 in unterschiedlichen Produktionssparten seit Jahrzehnten zum Einsatz.

Das Probengut wird dabei auf ein spezielles Probenträgermaterial (Glasfaserträger) gegeben und auf die im Mikrowellengerät eingebaute Waage gelegt. Dabei werden die Wassermoleküle der Probe im eingestellten Mikrowellenfeld erwärmt und ausgetrieben, ohne dass die Probe an der Oberfläche verkrustet, was den weiteren Wasseraustritt verhindern würde.

Über einen integrierten Temperatursensor findet eine kontrollierte Erwärmung des Probengutes statt, so dass hier die Gefahr einer Zersetzung (z. B. Karamellisierung bei Kohlenhydraten) der Probe minimiert ist. Zur exakten Feuchtigkeitsbestimmung ist es nötig, das maßgebliche Mikrowellenfeld gleichmäßig auszubilden und stufenlos zu regeln.

Die integrierte Analysenwaage nimmt während des Trocknungsprozesses ständig das Probengewicht auf und sorgt für die Abschaltung bei Gewichtskonstanz, die oft schon nach 2 Minuten Messdauer erreicht wird.

Insbesondere für Substanzen mit hohem Wassergehalt (bis zu 99,9 %) ist dieses Verfahren dank seiner Schnelligkeit und Messgenauigkeit (Präzision von  $\pm 0,1\%$  Trockensubstanz) für die At-line-Prozesskontrolle geeignet.

Die exakt getrocknete Probe wird anschließend ins Oracle Modul, das NMR-Spektrometer, überführt. Hier wird die Probe für 8 s einem Magnetfeld mit Hochfrequenzenergiepulsen ausgesetzt. Die Fettmoleküle geben ein charakteristisches Signal, welches die Gerätesoftware des Oracle direkt als Fettgehalt umrechnet und dem Benutzer anzeigt.



Abb. 2: SMART 6 und Oracle, CEM GmbH

Diese Fettmessung wird nicht durch Begleitsubstanzen wie Zucker, Salz, Aromastoffe, Geschmacksverstärker, Emulgatoren, Konservierungsmittel etc. verfälscht. Auch Farbunterschiede der Proben untereinander haben keinen Störeinfluss. Damit ist diese Methode universell einsetzbar.

Um dies gewährleisten zu können, wurde im Oracle eine universelle Kalibrierung von unterschiedlichen Probenarten durchgeführt, die auf Referenzgehalten und Referenzmethoden basiert. Damit sind die Ergebnisse von unbekanntem Proben vergleichbar mit den Ergebnissen der Standardverfahren (Tabelle 1).

### Der Homogenisierungsgrad beeinflusst die Standardabweichung der Fettmessung:

#### Beispielproben




























Lebensmittel sind besonders geeignet, um Abweichungen im Fettgehalt bei verschiedenen Homogenisierungsgraden zu zeigen. Da beispielsweise nur wenige Milligramm einer Pizzaprobe für die Analyse verwendet werden, können bei unvollständiger Homogenisierung Probenbestandteile selektioniert und überrepräsentiert werden (z.B. Käsereste), was zu nicht korrekten Analysen führen würde. Je besser der Homogenisierungsgrad ist, desto besser und reproduzierbarer ist die Analyse, desto geringer die Standardabweichung.

In der Tabelle 2 sind verschiedene Lebensmittel mit unterschiedlichen Homogenisierungsgraden abgebildet. Die grob vermahlene Probe als auch die fein vermahlene Probe wurden in je fünf Einzelmessung auf ihren Fettanteil hin untersucht (SMART 6 und Oracle). Für jede Messung wurden 4 g Probe in 2,5 min getrocknet und innerhalb einer Minute gemessen. Die eigentliche Fettanalyse erfolgt in weniger als 10 min. Die berechneten Mittelwerte und Standardabweichungen sind in Abbildung 3 zu sehen. Die genauen Mahlprotokolle sind in Tabelle 3 im Anhang zusammengefasst.

Tab. 1: Vergleich der Feuchte- und Fettgehalte vom SMART 6 und Oracle im Vergleich zu den Standardmethoden Trockenschrank und Lösemittel-extraktion

Probe	Feuchte [%]		Fett [%]	
	SMART 6	Trockenschrank	ORACLE	Extraktion
Hot Dog	52,97	53,66	30,25	30,09
Rind	67,57	67,82	12,08	11,94
Huhn	72,65	73,05	7,95	7,84
Schwein	70,23	70,08	10,26	10,14
Fisch	66,56	67,09	15,60	15,57
Hackfleisch	69,99	70,00	12,87	13,04

Tab. 2: Homogenisierungsgrade unterschiedlicher Lebensmittelproben

Lebensmittel	Ausgangsprobe	Vorzerkleinerung	Feinzerkleinerung
Gefülltes vegetarisches Schnitzel			
Wurst mit Fleischstücken			
Speck			
Würstchen			
Tortellini			
Gefüllte Kartoffeltaschen			
Ravioli			
Frühlingsrollen			
Pizza			

### Fazit

Ausreichende Homogenisierung von zäh-klebrigen Lebensmitteln mit geeigneten Labormøhlen ist eine Voraussetzung für reproduzierbare und repräsentative Analysen. Die Standardabweichung der gemessenen Fettgehalte konnte in den feinvermahlenden Proben im Mittel um den Faktor 10 reduziert werden.

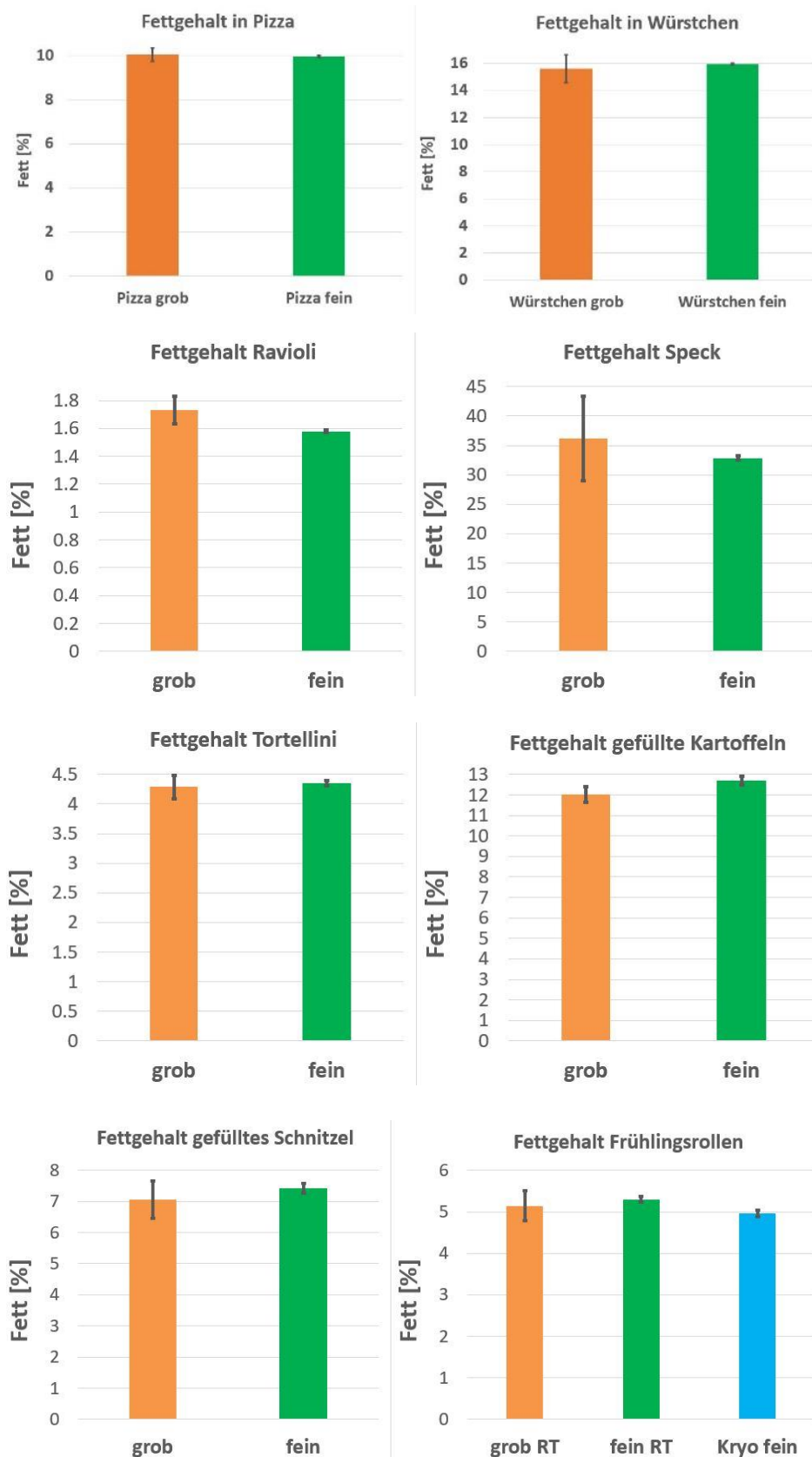


Abb. 3: Mittelwerte der jeweils 5 Einzelproben, der Fettgehalt schwankt in den grob vermahlenden Proben deutlicher als in den fein vermahlenden Proben



## Anhang

Tab. 3: Mühlen, Zubehör und Parameter

Probe	Ausgangsgröße	Mühle & Zubehör	Parameter	Endfeinheit
<b>Fleischprodukte</b>				
180 g veg. Schnitzel	60 mm	<b>GM 200</b> Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Standarddeckel, Standardmesser	10 s schneidend, 10.000 rpm; 40 s schneidend, 10.000 rpm	10 mm homogene Paste
200 g Wurst mit Fleisch	dünne Scheiben	<b>GM 200</b> Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser.	5 s schneidend, 10.000 rpm	10 mm
		Mahlbehälter PC, Volumenreduktionsdeckel 500 ml, Standardmesser	20 s schneidend, 10.000 rpm	homogene Paste
150 g Speck	20 mm	<b>GM 200</b> Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser	10 s schneidend, 6000 rpm	10 mm
		Mahlbehälter PC, Volumenreduktionsdeckel 250 ml, Standardmesser	15 s schneidend, 10.000 rpm	homogene Paste
400 g Würstchen	20 mm	<b>GM 300</b> Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Standarddeckel, Ganzmetallmesser	15 s schneidend, 4000 rpm	5 mm
		<b>Trockeneis:</b> Mahlbehälter Edelstahl, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	30 s schneidend, 4000 rpm	300 µm
<b>Teigprodukte</b>				
200 g Tortellini	30 mm	<b>GM 200</b> Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser	5 s schneidend, 10.000 rpm 30 s schneidend, 10.000 rpm;	8 mm, homogene Paste
150 g gefüllte Kartoffeltaschen	50 mm	<b>GM 200</b> Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Standarddeckel, Standardmesser	20 s schneidend, 4000 rpm Intervall 40 s schneidend, 10.000 rpm	Paste mit max 8 mm Partikeln homogene Paste
400 g Ravioli	40 mm	<b>GM 200</b> Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser	5 s schneidend, 10.000 rpm 20 s schneidend, 10.000 rpm	8 mm homogene Paste
130 g Frühlingsrollen	20 mm	<b>GM 200 mit Trockeneis:</b> Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	20 s schlagend, 4000 rpm 60 s schneidend, 10.000 rpm	3 mm 400 µm
Komplette Pizza	in 5 mm Stücke vorzerkleinert	<b>GM 300</b> Mahlbehälter Edelstahl, Standarddeckel, Ganzmetallmesser	90 s schneidend, 4000 rpm	5 mm
		<b>Trockeneis:</b> Mahlbehälter Edelstahl, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	20 s schneidend, 4000 rpm	500 µm