



RETSCH GMBH

Retsch-Allee 1-5
42781 Haan

Teil. 02104/2333-100
E-Mail info@retsch.de

www.retsch.de

CEM GMBH

Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9
47475 Kamp-Lintfort

Tel. 02842/96 44 0
E-Mail info@cem.com

www.cem.com

NEUE LABORMETHODE:

SCHNELLE UND EINFACHE MESSUNG DES FEUCHTE- UND FETTGEHALTES VON KOMPLEXEN LEBENSMITTELPROBEN

**Die Autoren stellen eine neue Labormethode vor, die das ideale Zusammenspiel von Proben-
vorbereitung inkl. Zerkleinern und Homogenisieren mit geeigneten Labormøhlen für die Fett-
analytik beschreibt. Gerade heterogene Lebensmittel mit Füllungen wie z. B. Kartoffeltaschen
mit Frischkäse, Frühlingsrollen mit Gemüse und Fleisch, vegetarische Schnitzel mit Panade,
Tortellini mit Fleischfüllung, Speck mit Fettkante und magerem Fleisch, Mettwürstchen mit
Pfefferkörnern und Fettkügelchen sowie Pizza mit unterschiedlichen Belägen stellen hohe
Anforderungen an die Zerkleinerung und Homogenisierung der Proben. Die Präzision und
Richtigkeit der Fettgehalte steht in direktem Zusammenhang zur vorgeschalteten Probenvor-
bereitung.**

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 Analysenbeginn 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 bei
präzisen Ergebnissen dar. Das Oracle kann zur Feuchte- und Fettbestimmung bei allen
Lebensmitteln eingesetzt werden. Von vegetarischen Schnitzeln bis zu Ravioli ist die Bandbreite
gegeben.

Das Oracle wurde als Fettanalysator für den universellen Einsatz bei unterschiedlichsten Proben
entwickelt. Hier müssen keine umfangreichen produktspezifischen Kalibrierungen für

unterschiedlichste Rezepturen durchgeführt werden. Direkt nach der Installation ist das Oracle für die Routine einsatzfähig! Es hat niemals ein vergleichbares System auf der Welt gegeben, was derart vielseitig, kalibrationsfrei, lösemittelfrei, schnell und präzise den Feuchte- und Fettgehalt aller Lebensmittel bestimmt. 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



Abb. 1: Messermühlen GRINDOMIX
GM 200 und GM 300

RETSCH bietet die Messermühlen GRINDOMIX GM 200 oder GM 300 für die Homogenisierung von Lebensmittelproben mit hohem Fett- oder Ölanteil (Abbildung 1). Diese Mühlen 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 ist daher die einzige Mühle, die eine komplette Pizza in einem Arbeitsschritt homogenisieren kann. 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: verschiedenste Messer und Mahlbehälter-Deckel, Mahlbehälter aus Polypropylen, Polycarbonat oder rostfreiem Edelstahl. Bis auf die Polypropylenvariante können alle Behälter 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 min⁻¹, daher ist sie 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 Mühle blockieren. Diese Art Proben wird am besten kryogen vermahlen. Eine solche Vermahlung wird in Messermühlen mit Trockeneisschnee (festes CO₂ bei -78°C) durchgeführt, die Proben werden durch die Kälte brüchig und kleben nicht mehr. Die Probe wird mit Trockeneisschnee (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 CO₂ 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:

1. Trocknung der Probe im Mikrowellentrockner Smart 6 um das gesamte Wasser innerhalb von 2 bis 3 Minuten auszutreiben.
2. Überführen der getrockneten Probe ins NMR Kernresonanzspektrometer (Oracle-Modul).
3. Fettmessung innerhalb von 30 Sekunden im Oracle Modul.

Die gesamte Bedienung der Trocknungswaage und des Oracle Moduls erfolgt über einen Touch Screen. Die Software wurde so konzipiert, dass sie menügeführte Arbeitsanweisungen analog zur Bedienung von SmartPhones vermittelt. Komplizierte Spektren wie z. B. die Fettsignale werden von der Software direkt ausgewertet und der Anwender bekommt das Ergebnis zu sehen. Ein PC wurde in das Oracle System so integriert, damit auch angelerntes Personal ohne lange Schulung, also nach maximal 15 min die Analysen selbstständig durchführen kann!

Wie funktioniert die Kombination der Feuchte- & Feststoffbestimmung mit anschließender Fettmessung? Die Fettbestimmung von Lebensmitteln mittels Kernresonanzspektroskopie 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.



Abb. 2: SMART 6 und Oracle,
CEM GmbH

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 u. v. m. Der Grund für diese Fehlschläge war der Störeinfluss des Wassers auf das Fettsignal. Ergo: Vor der Fettbestimmung muss das Wasser aus der Probe ausgetrieben werden. Da aber Trocknungen im Trockenschrank etliche Stunden dauern, scheiterte diese Idee bereits im Ansatz. Somit war es für CEM als Pionier und Hersteller der Mikrowellentrockner eine logische Konsequenz, den schnellsten Trockner der Welt, das Smart 6 zur schnellen Probentrocknung innerhalb von 2 min der Fettmessung vorzuschalten. 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 den verschiedensten 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 und somit weiteren Wasseraustrieb verhindert. Über den 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 - oft schon nach 2 Minuten Messdauer. Insbesondere für Substanzen mit hohem Wassergehalt (bis zu 99,9 %) ist dieses Verfahren dank seiner Schnelligkeit und Messgenauigkeit (Präzision von + 0,1 % Trockensubstanz) für die At-line-Prozesskontrolle besonders geeignet.

Die so exakt getrocknete Probe wird jetzt ins Oracle Modul, das NMR-Spektrometer, überführt. Hier wird die Probe in einem Magnetfeld mit Hochfrequenzenergiepulsen für 8 s ausgesetzt. Die Fettmoleküle geben ein charakteristisches Signal, welches die Gerätesoftware des Oracle direkt als Fettgehalt umrechnet und dem Benutzer anzeigt. 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. Dazu wurde im Oracle eine universelle Kalibration von unterschiedlichsten Probenarten durchgeführt, die auf Referenzgehalten und Referenzmethoden basiert. Damit sind die Ergebnisse von unbekannten Proben vergleichbar zu den Ergebnissen der Standardverfahren.

Tabelle 1: Vergleich der Feuchte- und Fettgehalte vom SMART 6 und Oracle im Vergleich zu den Standardmethoden Trockenschränk und Lösemittlextraktion

Probe	Feuchte			Fett		
	SMART 6	Trockenschränk	Differenz	ORACLE	Extraktion	Difference
Hot Dog	52,97	53,66	0,60	30,25	30,09	0,15
Rind	67,57	67,82	0,34	12,08	11,94	0,14
Huhn	72,65	73,05	0,53	7,95	7,84	0,11
Schwein	70,23	70,08	0,26	10,26	10,14	0,12
Fisch	66,56	67,09	0,08	15,60	15,57	0,03
Hackfleisch	69,99	70,00	0,19	12,87	13,04	0,17

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 vermahlenden Proben als auch die fein vermahlenden Proben 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 in 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 zusammengefasst.

Tabelle 2: Homogenisierungsgrade unterschiedlicher Lebensmittelproben

Lebensmittel	Ausgangssprobe	Vorzerkleinerung	Feinzerkleinerung
Gefülltes Vegetarisches Schnitzel			
Wurst mit Fleischstücken			
Speck			
Würstchen			
Tortellini			
Gefüllte Kartoffeln			
Ravioli			
Frühlingsrollen			
Pizza			

Tabelle 3: Mühlen, Zubehör und Parameter

Probe	Ausgangsgröße	Mühle & Zubehör	Parameter	Endfeinheit
Fleischprodukte				
180 g veg. Schnitzel	60 mm	GM 200 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	GM 200 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	GM 200 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	GM 300 Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Standarddeckel, Ganzmetallmesser	15 s schneidend, 4000 rpm	5 mm
		Trockeneis: Mahlbehälter Edelstahl, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	30 s schneidend, 4000 rpm	300 µm
Teigprodukte				
200 g Tortellini	30 mm	GM 200 Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser	5 s schneidend, 10.000 rpm 30 s schneidend, 10.000 rpm;	8 mm Homogene Paste
150 g gefüllte Kartoffeln	50 mm	GM 200 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	GM 200 Mahlbehälter PC, Standarddeckel, Standardmesser	5 s schneidend, 10.000 rpm	8 mm
			20 s schneidend, 10.000 rpm	Homogene Paste
130 g Frühlingsrollen	20 mm	GM 200 mit Trockeneis: Mahlbehälter Edelstahl mit Sicken, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	20 s schlagend, 4000 rpm	3 mm
			60 s schneidend, 10.000 rpm	400 µm
Komplette Pizza	In 5 mm Stücke vorzerkleinert	GM 300 Mahlbehälter Edelstahl, Standarddeckel, Ganzmetallmesser	90 s schneidend, 4000 rpm	5 mm
		Trockeneis: Mahlbehälter Edelstahl, Kryodeckel, Ganzmetallmesser	20 s schneidend, 4000 rpm	500 µm

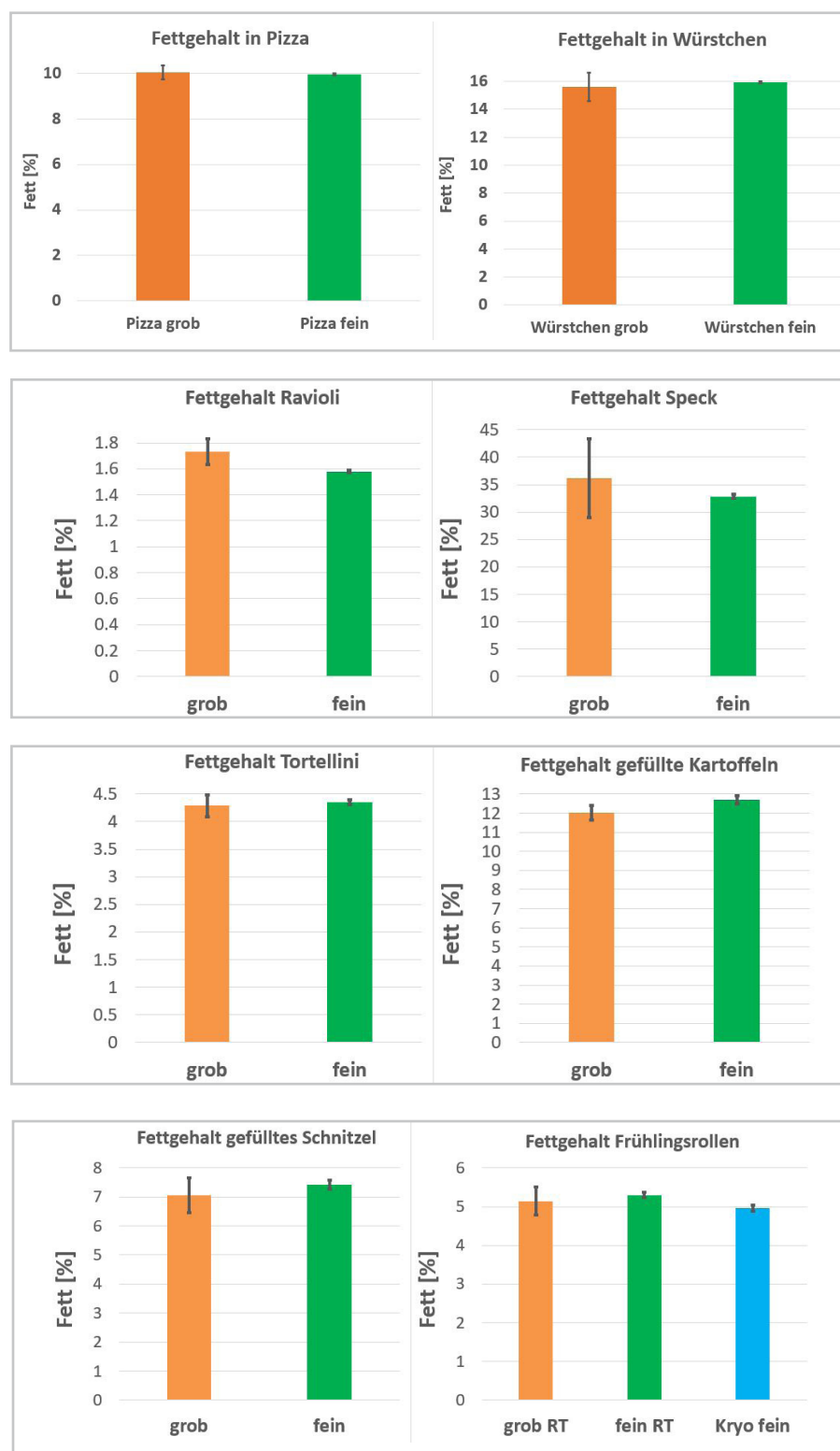


Abb. 3: Mittelwerte der jeweils 5 Einzelproben, der Fettgehalt schwankt in den grob vermahlenden Proben deutlicher als in den fein vermahlenden Proben

Fazit

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

Weitere Informationen unter

www.retsch.de