Praxisvorteile dank neuester NMR-Technologie

Messung des Fettgehaltes in Kartoffeln und Kartoffelprodukten: schnell und universell

›Autoren:
Dr. Tanja Butt, Retsch GmbH, Marktführer Labormühlen und Siebmaschinen, Retsch-Allee 1-5, 42781 Haan, Tel. + 49 2104 2333 178, www. Retsch.com, t.butt@retsch.com; **Ulf Sengutta**, CEM GmbH, Pionier und Marktführer in der Mikrowellen-Labortechnik, Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9, 47475 Kamp-Lintfort, Tel. + 49 28 42 - 96 44 0, www.fett-bestimmung.de, ulf.sengutta@cem.com

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 Fettbestimmung bei allen Arten an Kartoffelprodukten eingesetzt werden. Von Pommes Frites bis zu Kartoffelchips ist die Bandbreite gegeben.

CEM als Spezialist für die Prozessanalytik hat mit dem Oracle einen 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 Fettgehalt von Kartoffelproben bestimmt.

Abbildung 1: GRINDOMIX Messermühlen GM 200 und GM 300

Probenvorbereitung

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. Proben mit zu großen Partikeln wie Chips oder Pommes Frites müssen generell zerkleinert werden, um dann im Oracle weiter verarbeitet zu werden. Grundsätzlich sollte 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 0,5 mm optimal. Lebensmittel variieren sehr stark in Bezug auf Härte,

Abbildung 2: Erdnussflips vor der Homogenisierung

Abbildung 3: Erdnussflips nach der Homogenisierung

Abbildung 4: Chipsletten vor der Homogenisierung

Abbildung 5: Chipsletten nach der Homogenisierung

Abbildung 6: Kartoffelecken vor der Homogenisierung

Abbildung 7: Kartoffelecken nach der Homogenisierung

Abbildung 8: Kroketten vor der Homogenisierung

Abbildung 9: Kroketten nach der Homogenisierung

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 lassen sich hervorragend in den GRINDOMIX Messermühlen verarbeiten (Abb. 1). Der Schneideffekt der Stahlklingen führt zu einer vollständigen Probenhomogenisierung, so dass von jeder beliebigen Stelle im Mahlbehälter eine repräsentative Probe entnommen werden kann. Das Modell GM 200 kann in der Regel bis zu 700 ml Probenmaterial aufnehmen und verarbeitet gefrorene oder aufgetaute Kartoffelprodukte mühelos. Für größere Probenmengen bis 4,5 l wird die GM 300 verwendet.

Homogenisierung von Kartoffelprodukten

Chips aller Art können sehr gut in der GM 200 homogenisiert werden. Weil diese Art von Probe während der Vermahlung stark an Volumen verliert, kann der Mahlbecher randvoll befüllt werden, so dass ca. 900 ml Probe in einem Schritt vermahlen werden können. Zwei unterschiedliche Chipsarten wurden in ca. 10 sek bei 2500 U/min-1 im Vorwärtslauf mit Intervallbetrieb homogenisiert. Der Intervallbetrieb hilft bei der Durchmischung der Probe. Die Probe weist nach der Zerkleinerung eine Feinheit von überwiegend < 1 mm auf.

500 g Proben von gefrorenen Kartoffelecken und Kroketten wurden in der größeren GM 300 in einem Schritt aufbereitet. Dafür wurden die Proben zunächst mit der stumpfen Seite des Messers im Rückwärtslauf vorzerkleinert. So werden die Messer bei der anfänglich recht harten Probe geschont und die Schneidkraft der Klingen bleibt länger erhalten. Die Vorzerkleinerung erfolgte 30 sek im Intervallbetrieb mit 3000 U/min-1. Anschließend wurden die Proben für weitere 30-60 sek im Vorwärtslauf mit 4000 U/min-1 vollständig homogenisiert. In ähnlicher Weise lassen sich andere Tiefkühlprodukte homogenisieren. Bis auf wenige Ausnahmen lassen sich auch große Probenstücke in der GM 300 ohne manuelle Vorzerkleinerung direkt vermahlen.

Nach der erfolgreichen Probenzerkleinerung und Homogenisierung werden die unterschiedlichen Kartoffelprodukte 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 - 3 Minuten auszutreiben (Abb. 10).
2. Überführen der getrockneten Probe ins NMR Kernresonanzspektrometer (Oracle-Modul), (Abb. 11)

Abbildung 10: Trocknung im Smart 6

3. Fettmessung innerhalb von 30 Sekunden im Oracle Modul (Abb. 12)

Die gesamte Bedienung des Mikrowellentrockners 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

- für eine Vielzahl von Proben universell einsetzbar ist,
- bei trockenen Probe 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 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 (Abb. 10). 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

Abbildung 11: Arbeitsweise Oracle

Abbildung 12: Oracle

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.

Unterschiedliche Kartoffelprodukte sind gemessen worden und zeigen die Vielseitigkeit und Vergleichbarkeit des Oracle Gerätes.

Probe 1: Chips-Leicht gesalzen

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	2.32	2.45	2.23	2.33 (0.22)	2.32
Fett %	26.60	26.75	26.68	26.68 (0.15)	26.50 (0.15)

Probe 2: Chips-Natur

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	2.63	2.75	2.62	2.67 (0.13)	2.79 (0.05)
Fett %	22.50	22.37	22.45	22.44 (0.13)	22.37 (0.09)

Probe 3: Potato Wedges

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	31.7	31.66	31.53	31.63 (0.17)	31.54 (0.06)
Fett %	24.47	24.6	24.48	24.52 (0.12)	24.45 (0.07)

Probe 4: Kroketten

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	70.30	70.15	70.21	70.22 (0.15)	70.32 (0.11)
Fett %	0.65	0.69	0.55	0.63 (0.14)	0.60 (0.07)

Probe 5: Pommes Frites

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	68.51	68.59	68.69	68.60 (0.18)	68.71 (0.11)
Fett %	3.02	3.09	3.02	3.04 (0.07)	3.02 (0.07)

Probe 6: Kartoffelpuffer

	ORACLE – SMART 6 Replikate			Gehalt (Bereich)	Referenz Gehalt (Bereich)
	1	2	3		
Feuchte %	70.70	70.82	70.86	70.79 (0.16)	70.70 (0.11)
Fett %	1.01	1.09	1.13	1.08 (0.12)	1.00 (0.07)

Weitere Infos:
www.youtube.com/watch?v=9_RpF8LwB8k
www.youtube.com/watch?v=00sw6nPESwA

Erleben Sie die schnelle und einfache Probenvorbereitung in der Messermühle Grindomix und Messung des Feuchte- sowie Fettgehaltes im Smart 6 und Oracle auf unseren Praxisseminaren:

Donnerstag, 17. Oktober – Plauen/Sachsen
Donnerstag, 31. Oktober – Haan (bei Düsseldorf, im Hause Retsch)
Mittwoch, 06. November – Braunschweig
Donnerstag, 07. November – Hamburg
Dienstag, 12. November – Potsdam
Mittwoch, 13. November – Leipzig
Dienstag, 19. November – Darmstadt
Mittwoch, 20. November – Waldbronn (bei Karlsruhe, im Hause Agilent)
Dienstag, 26. November – München-Ost (Poing/Grub)
Donnerstag, 28. November - Kamp-Lintfort (bei Duisburg, im Hause CEM)

www.retsch.de/de/aktuelles/veranstaltungen/seminarreihe-feststoffanalytik/