



Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan
Germany

Phone 02104/2333-100
E-Mail info@retsch.com

www.retsch.com

UNGESTÖRTE ANALYTIK

KONTAMINATIONSFREIE PROBENVORBEREITUNG IN DER LEBENSMITTELANALYTIK

Die Analyse von Lebensmitteln auf Kontaminanten wie Schwermetalle, Pestizide oder andere toxische Substanzen ist ein zentraler Bestandteil der Qualitätssicherung und des Verbraucherschutzes. Gesetzliche Regelwerke wie die Verordnung (EU) 2023/915 definieren klare Grenzwerte für unerwünschte Stoffe in Lebensmitteln. Moderne analytische Verfahren wie ICP-MS ermöglichen heute den zuverlässigen Nachweis selbst geringster Konzentrationen. Gerade in der Routineanalytik von Lebens- und Futtermitteln ist eine reproduzierbare, kontaminationsfreie Probenvorbereitung entscheidend für valide Ergebnisse.

Doch genau hier liegt ein häufig unterschätztes Problem: Die größte Fehlerquelle liegt oft nicht in der Analytik selbst, sondern einen Schritt davor – in der Probenvorbereitung. Damit Messergebnisse valide sind, muss eine Probe zwei grundlegende Anforderungen erfüllen: Sie muss homogen und repräsentativ sein.

Die mechanische Zerkleinerung ist notwendig, um diese Eigenschaften sicherzustellen. Gleichzeitig dürfen die zu analysierenden Eigenschaften dabei nicht verändert werden, beispielsweise durch zusätzliche Kontamination. Durch Werkzeugabrieb können während der Zerkleinerung jedoch ungewollt Metalle in die Probe eingetragen werden, die das Analyseergebnis beeinflussen.

Im Extremfall bedeutet das:
Nicht nur die Probe wird analysiert - sondern auch das verwendete Werkzeug.

Warum ist der Abrieb problematisch?

Während der Zerkleinerung können metallische Bestandteile aus Werkzeugen in die Probe eingetragen werden. In der Lebensmittel- und Futtermittelanalytik ist dies besonders kritisch, da Elemente wie Blei, Cadmium, Nickel oder Chrom toxikologisch relevant sind und streng regulierten Grenzwerten unterliegen.

Bereits geringe zusätzliche Einträge können dazu führen, dass Proben fälschlicherweise als grenzwertüberschreitend bewertet werden oder dass Trends in Monitoringprogrammen verzerrt erscheinen.

Für Labore bedeutet dies ein erhebliches Risiko – von unnötigen Nachanalysen bis hin zu falschen Bewertungen von Rohstoffen oder Chargen. Bereits geringe zusätzliche Einträge während der Probenvorbereitung können daher erhebliche Auswirkungen haben. Die Probenvorbereitung ist damit kein neutraler Schritt, sondern ein potenziell entscheidender Einflussfaktor auf das Analyseergebnis.

Ziel der Untersuchung

Ziel der vorliegenden Studie war es, den Einfluss unterschiedlicher Werkzeugmaterialien auf die Schwermetallkontamination während der Zerkleinerung systematisch zu untersuchen.

Hierfür wurde die Schneidmühle SM 50 in zwei Konfigurationen eingesetzt: einer Edelstahl-Ausführung sowie einer schwermetallarmen Variante auf Basis einer Aluminium/Stahl-Kombination.

Ein wesentliches Merkmal der SM 50 ist die einfache und flexible Austauschbarkeit der Mahlwerkzeuge. Dadurch kann das System gezielt an unterschiedliche Proben und analytische Anforderungen angepasst werden. Im Mittelpunkt steht dabei ein klarer Ansatz: Abrieb soll nicht hingegenommen, sondern aktiv kontrolliert werden.



RETSCH Tischschneidmühle SM 50



Werkzeuglos austauschbarer
Mahlraumeinsatz der SM 50



Patentiertes push-fit-System: Einfacher Austausch des Mahlraumeinsatzes in der Schneidmühle SM 50.

Materialien und Methoden

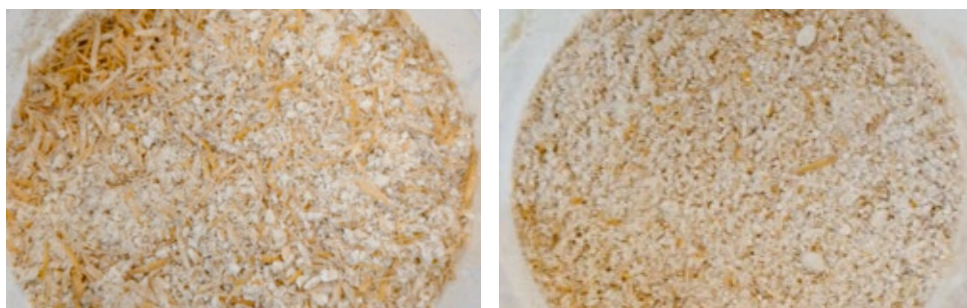
Die Bestimmung der Elementgehalte erfolgte mittels Massenspektrometrie (ICP-MS), einem etablierten Verfahren zur quantitativen Analyse von Spurenelementen in Lebensmittelproben mit hoher Empfindlichkeit und Genauigkeit.

Als Testmaterialien wurden zwei unterschiedliche Proben gewählt, um sowohl typische als auch extreme Bedingungen abzubilden. Buchweizen diente als wenig abrasive, repräsentative Lebensmittelprobe. Hafer mit Spelz wurde als stark abrasives Worst-Case-Szenario eingesetzt.



Bilder der beiden Proben vor der Zerkleinerung: Buchweizen (links) und Hafer mit Spelz (rechts).

Untersucht wurden der Einfluss des Werkzeugmaterials sowie der Zerkleinerungsintensität. Dabei kamen unterschiedliche Mahleinsätze sowie grobe 2 mm und feine 0,75 mm Siebe zum Einsatz. Die Zerkleinerung fand bei 4.000 U/min statt.



Hafer mit Spelz nach der Zerkleinerung mit einem 2 mm Sieb (links) und einem 0,75 mm Sieb (rechts).

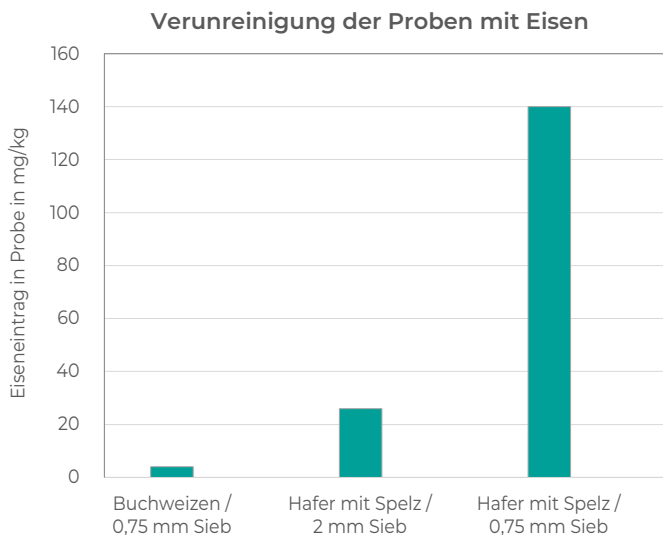
Als Referenz diente eine homogenisierte Probe, bei deren Aufbereitung kein materialbedingter Eintrag stattfand. So werden nur die ursprünglichen Elementgehalte der Probe erfasst und als Grundlage genutzt, um den Eintrag durch die Mühle zu bestimmen.

Ergebnisse und Interpretation

Faktoren, die die Abriebintensität beeinflussen

Zur Bewertung der Abriebintensität wurde die SM 50 mit dem Mahlraumeinsatz aus Edelstahl betrachtet und Eisen als Indikator herangezogen. Als Hauptbestandteil von Edelstahl reagiert Eisen besonders sensitiv auf mechanischen Verschleiß und eignet sich daher ideal zur Quantifizierung von Abrieb.

Die Ergebnisse zeigen eine deutliche Erhöhung des Eisengehalts relativ zur Referenz:



Es zeigt sich ein klarer Zusammenhang zwischen Probenmatrix, Prozessparametern und Abriebintensität. Mit zunehmender Abrasivität der Probe steigt der Abrieb deutlich an. Gleichzeitig führt eine intensivere Zerkleinerung, beispielsweise durch feinere Siebe, zu einer weiteren Verstärkung dieses Effekts.

Besonders auffällig ist der starke Anstieg bei der Kombination aus Hafer und feinem Sieb. Dieser lässt sich auf eine erhöhte mechanische Beanspruchung sowie längere Verweilzeiten im Mahlraum zurückführen.

Die Ergebnisse machen deutlich, dass Abrieb kein konstanter Effekt ist. Er wird maßgeblich durch die Eigenschaften der Probe und die gewählten Prozessparameter bestimmt.

Schwermetalleintrag - Betrachtung der Verunreinigung am Beispiel von Buchweizen

Buchweizen ist eine typische Probe aus dem Laboralltag, deren Zerkleinerung aufgrund ihrer Materialeigenschaften anspruchsvoll ist. Je nach Mühle kann es zu unzureichender Feinheit, geringem Durchsatz oder erhöhtem Reinigungsaufwand kommen. Die SM 50 ist hierfür gut geeignet.

Die Messergebnisse zeigen, wie hoch die Verunreinigung durch die SM 50 ist und dass sie auch unter milden Bedingungen auftritt, siehe Tabelle 1.

Element	Referenz	SM 50		Regulatorische Bewertung
		schwermetallarme Variante	Edelstahl-Variante	
Chrom (CR) [mg/kg]	0,21	0,49	0,80	kein gesetzlicher Höchstgehalt definiert
Nickel (NiR) [mg/kg]	0,15	0,26	0,38	0,5 mg/kg (Getreide, gemäß Verordnung (EU) 2023/915)

Tabelle 1: Schwermetallgehalte in Referenz- und SM 50-präparierten Buchweizenproben (schwermetallarme und Edelstahlvariante) im Vergleich zu regulatorischen Grenzwerten.

Insbesondere bei Verwendung von Edelstahl kommt es zu einer Erhöhung von Chrom und Nickel. Der Abrieb bleibt zwar insgesamt moderat, ist jedoch eindeutig nachweisbar.

Im Vergleich zu regulatorischen Grenzwerten liegen die gemessenen Konzentrationen weiterhin im zulässigen Bereich. Dennoch zeigt sich, dass der Nickelgehalt bei Verwendung der Edelstahl-Variante des Mahlraumeinsatzes deutlich ansteigt. Für Chrom sind keine spezifischen Höchstgehalte festgelegt, sodass die Bewertung ohne direkten regulatorischen Grenzwert erfolgt. Es ist beim Chromgehalt in der Edelstahlvariante eine etwa vierfache Erhöhung allein durch die Probenpräparation erkennbar.

Damit wird deutlich, dass selbst moderater Abrieb unter ungünstigen Bedingungen analytisch relevant werden kann.

Die Ergebnisse ermöglichen die eindeutige Zuordnung der gemessenen Elemente zum eingesetzten Werkzeugmaterial. Die beobachteten Elemente lassen sich dabei auf die Legierungszusammensetzung der jeweiligen Komponente zurückführen. Das Analyseergebnis trägt somit den Fingerabdruck des Werkzeugs.

Schlussfolgerung und Mehrwert der SM 50

Die Ergebnisse zeigen eindeutig, dass die Probenvorbereitung in der Lebensmittel- und Futtermittelanalytik einen direkten Einfluss auf die Qualität und Aussagekraft analytischer Ergebnisse hat.

Insbesondere bei abrasiven Matrices kann der Eintrag von Metallen Größenordnungen erreichen, die für regulatorische Bewertungen relevant sind.

Die gezielte Auswahl geeigneter Materialien und Prozessparameter ist daher kein optionaler Schritt, sondern ein integraler Bestandteil einer validen Analytikstrategie.

Gleichzeitig erlaubt die Anpassung der Prozessparameter, beispielsweise über die Wahl der Siebgröße, eine zusätzliche Kontrolle der mechanischen Belastung und damit des Abriebs.

Im Ergebnis gelingt so eine Probenvorbereitung, die sowohl eine ausreichende Homogenisierung als auch eine minimale Kontamination gewährleistet. Proben bleiben repräsentativ, Analysewerte belastbar und regulatorische Anforderungen werden zuverlässig eingehalten.

Kernaussage

Die Qualität der Analytik beginnt bei der Probenvorbereitung.

Nicht nur die Probe bestimmt das Ergebnis, sondern auch das eingesetzte Werkzeug und der Zerkleinerungsprozess.

Mit der Retsch SM 50 steht ein System zur Verfügung, das es ermöglicht, Abrieb gezielt zu kontrollieren und an die jeweilige Anwendung anzupassen – für reproduzierbare und verlässliche Analysenergebnisse.



mehr erfahren
www.retsch.com