

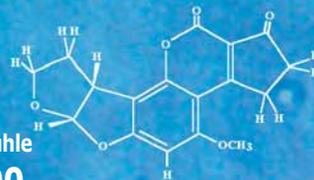
32 die probe

ISSN 0949-6025

Informationen aus dem Bereich der Aufbereitung und Charakterisierung von Feststoffen für Labor und Prozess

PROBENVORBEREITUNG für die Instrumentelle Analytik

- Schwermetalle in Spielzeug
- Fettbestimmung in Lebens- und Futtermitteln
- Nachweis von Mykotoxinen in Nüssen
- Probenvorbereitung für die RFA
- Partikelanalytik von Mahlkörnern



Schwingmühle
MM 400



Schneidmühle
SM 2000

Retsch®

Solutions in Milling & Sieving

EDITORIAL



Sehr geehrte Leserinnen und Leser, sehr geehrte Kunden und Geschäftspartner,

die neue Ausgabe unseres Kundenmagazins „die probe“ beschäftigt sich mit dem Thema „Probenvorbereitung für die Instrumentelle Analytik“. Die Probenvorbereitung ist ein wichtiger Schritt in der Analytik, dem aber häufig nicht die gebührende Aufmerksamkeit geschenkt wird. Das erweist sich dann später als Fehler, denn eine Probenvorbereitung, die weder reproduzierbar noch repräsentativ ist, führt zwangsläufig zu ebensolchen Analyseergebnissen.

Das breite Sortiment an RETSCH Mühlen ermöglicht die Probenvorbereitung für eine Vielzahl analytischer Verfahren. Wir stellen in diesem Heft eine Auswahl der wichtigsten vor: AAS, HPLC, NIR und RFA. Jede dieser Methoden stellt andere Anforderungen an die Aufbereitung des Probenmaterials, für jede gibt es das passende RETSCH Gerät.

Nicht zu vergessen die Partikelanalytik, die ebenfalls eine wichtige Rolle in der Qualitätskontrolle spielt. Hier stellen wir eine Anwendung aus der Partikelformanalytik mit dem Camsizer vor.

Wir wünschen Ihnen viel Spaß beim Lesen dieser „probe“!

Ihr

Dr. Jürgen Pankratz
Geschäftsführer

1.000 Testberichte zum Download

Test Report

Aufgabenstellung:

Branche: Chemie / Kunststoffe
 Material: Pulverlack
 Aufgabekörnung: 0-20 mm (Chips)
 Aufgabemenge: 500 g
 Material Spezifikation(en): elektrostatisch, temperatur-empfindlich
 Kundenforderung: < 40 µm (wie beigefügt)
 Nachfolgeanalytik: nicht definiert

Empfehlung:

Ausgewählte(s) Gerät(e): ZM 200 Ultra-Zentrifugalmühle DR 100 Zuteilgerät
 Konfiguration(en): Steckrotor ZM 200 r, Distanzsieb 0,2 mm, Zyklus mit Durchgang
 Parameter: Drehzahl 18000 U/min
 Zeit: 5 min.
 Erreichte(s) Ergebnis(se): 85 % < 40 µm
 Bemerkung(en):
 Empfehlung: Zur Feinzerkleinerung von Pulverlack Zentrifugalmühle ZM 200 unter o.g. Bedingungen eingesetzt werden.



RETSCH bietet seit Jahrzehnten kostenlose Testvermahlungen an, die die Auswahl eines geeigneten Gerätes für eine spezifische Applikation erleichtern. Auf der Basis von 15.000 Testberichten wurden die häufigsten Anwendungen herausgefiltert. Die anonymisierten Testberichte dieser Vermahlungen stehen jetzt zum Download in einer umfangreichen Applikationsdatenbank zur Verfügung. Die Dokumente, die so unterschiedliche Materialien wie Algen, Knochen, Gummireifen oder Eisenerz behandeln, helfen dem Anwender eine erste Orientierung zu bekommen, welches Gerät grundsätzlich für seine individuelle Zerkleinerungsaufgabe geeignet ist. Die gut strukturierte Datenbank ermöglicht die Suche nach Material, Gerät, Anwendungsgebiet oder Aufgabekorngröße. Die RETSCH Applikationsdatenbank ist frei zugänglich, eine Registrierung ist nicht erforderlich.

www.retsch.de/applikationsdatenbank

Die Auswahl der passenden Mühle hängt von der jeweiligen Anwendung ab. Kontaktieren Sie uns, um die bestmögliche Lösung für Sie zu finden.

NEU: DVD MIT ALLEN PRODUKTVIDEOS

Die Produktvideos aller wichtigen RETSCH Geräte sind jetzt auf einer DVD in 4 Sprachen erhältlich: Deutsch, Englisch, Spanisch, Japanisch. Fordern Sie einfach Ihr kostenloses Exemplar per E-Mail an: mk@retsch.de.



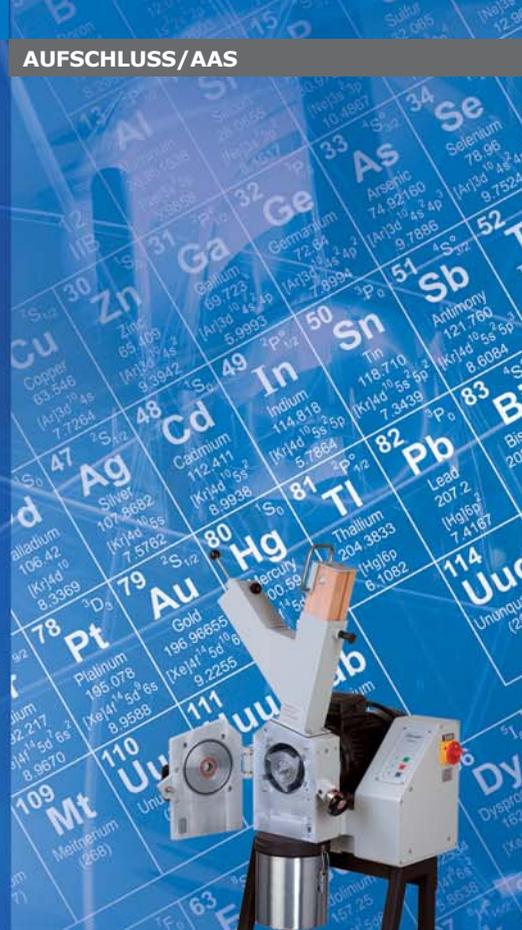
Schwermetalle in Spielzeug

Spielzeug muss sicher sein. Das fordert die europäische Richtlinie 88/378/EWG, in der klar geregelt ist, welche Grenzwerte für Stoffe wie Arsen, Blei, Cadmium oder Antimon gelten. Schwermetalle aus Spielzeug dürfen sich nur in solchen Mengen lösen, die für Kinder gesundheitlich unbedenklich sind. Gerade in den letzten Monaten gingen Meldungen durch die Presse, dass Schwermetalle in gesundheitsbedenklichen Mengen nachgewiesen werden konnten. Mit der Anzahl der Meldungen wächst auch die Unsicherheit der Verbraucher, so dass eine lückenlose Kontrolle im Interesse der Hersteller ist.

Von der Zerkleinerung zur Analyse

Für die Analyse von Schwermetallen in Kunststoffen eignet sich insbesondere die **Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)**, da diese einfach und preiswert durchzuführen ist und die Ergebnisse gute Richtigkeit und Präzision aufweisen. Da in der AAS üblicherweise nur gelöste Stoffe untersucht werden können, müssen die Proben zunächst zerkleinert und anschließend aufgeschlossen (gelöst) werden. In der Regel nimmt die Probenvorbereitung daher deutlich mehr Zeit in Anspruch als die eigentliche Analyse; sie ist zudem eine nicht zu unterschätzende Fehlerquelle. Wenn eine Probe z. B. mit einer Büroschere oder einer Küchenmaschine zerkleinert wird, so ist eine Verfälschung des Ergebnisses durch Kontamination vorprogrammiert.

In diesem Artikel wird am Beispiel einer Spielzeugpuppe der genaue Arbeitsablauf einer analysengerechten Probenvorbereitung bis hin zum Messergebnis beschrieben. Zur Überprüfung der Richtigkeit des Verfahrens werden zusätzlich käufliche Referenzmaterialien untersucht.



HOCHLEISTUNGS- SCHNEIDMÜHLE SM 2000

- Aufgabegut: weich, mittelhart, zäh, elastisch, faserig
- Aufgabekorngröße: < 60 x 80 mm
- Endfeinheit: 0,25 - 20 mm



SCHWINGMÜHLE MM 400

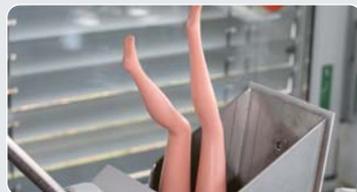
- Aufgabegut: hart, mittelhart, weich, spröde, elastisch, faserig
- Aufgabekorngröße: ≤ 8 mm
- Endfeinheit: ~ 5 µm



Vor- und Feinzerkleinerung der Probe



SM 2000



Zunächst wird die Puppe bei der Demontage in drei unterschiedliche Analysengruppen aufgeteilt: Puppenkörper, Haare und Kleidung.

Der **Puppenkörper** wird im ersten Schritt auf eine Feinheit von ca. 3-4 mm vorzerkleinert. Dafür eignet sich besonders die **Hochleistungs-Schneidmühle SM 2000**, die mit ihren versetzten Hartmetallschneiden und dem leistungsstarken Antrieb auch sehr heterogene Gemische kraftvoll zerkleinert. Anschließend erfolgt eine repräsentative Probenteilung mit dem Rotationsprobenteiler PT 100, der über eine extrem hohe Teilgenauigkeit verfügt. Die gewonnene Teilprobe wird nun der Feinzerkleinerung zugeführt. Diese lässt sich besonders effektiv in der **Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200** durchführen. Das Gerät vermahlt die Probe schnell und schonend auf eine

Mikrowellenaufschluss



© CEM GmbH, 47475 Kamp-Lintfort

Der Aufschluss ist nach der mechanischen Aufbereitung der Puppe der nächste Schritt bevor die Probe der eigentlichen Analyse in flüssiger Form als Probenlösung zugeführt wird. Wichtigstes Ziel des Aufschlusses ist das vollständige Lösen der Probe, wobei die Aufschlusslösung alle interessierenden Elemente bzw. Verbindungen in unveränderter Menge enthalten muss. Anorganische Substanzen sollen dabei vollständig in lösliche Komponenten überführt und organische Substanzen vollständig mineralisiert werden.

In der heutigen Zeit ist es weder zeitgemäß noch effizient, die Probe mehrere Stunden auf einer Heizplatte in konzentrierten Mineralsäuren zu kochen. Mikrowellen-Aufschluss-systeme sind in der Lage, innerhalb von kurzer Zeit die Feststoffprobe zu lösen. Durch die direkte Erhitzung der Lösung mittels Mikrowellen, die rasche Abkühlung nach erfolgtem Aufschluss und das Erreichen von Temperaturen weit oberhalb des normalen Siedepunktes der Aufschluss-säuren wird dieser Zeitvorteil erreicht.



© CEM GmbH, 47475 Kamp-Lintfort

Für die Elementspurenanalyse werden zudem folgende Anforderungen an das Aufschlussverfahren gestellt:

- Der Aufschluss soll **einfach** durchzuführen sein, d.h. ohne großen Arbeitsaufwand und komplizierte Apparaturen.
- Der Aufschluss soll **sicher** sein, das Aufschlussgerät muss also über eine Reihe von Sicherheitseinrichtungen verfügen.
- Das Aufschlussverfahren sollte optimal **an das gesamte Analysenverfahren angepasst** sein, so dass z. B. keine Matrixerweiterung durch die Aufschluss-säuren erfolgt.
- Die Erfassung und Steuerung der Aufschlussparameter soll zur Gewährleistung **reproduzierbarer Aufschlussbedingungen** gegeben sein.

Die zerkleinerten Puppenteile (ca. 500 mg Einwaage) werden im Aufschlussbehälter mit 10 ml Salpetersäure versetzt. Softwaregesteuert wird dann die Aufschlussmethode gestartet. Die Temperaturentwicklung aller Proben wird kontinuierlich gemessen und steuert daraufhin in Abhängigkeit der Reaktionsentwicklung das vorgegebene Aufschlussprofil an. Nach nur 30 Minuten sind die Proben aufgeschlossen und können für die nachfolgende spektrometrische Analyse quantitativ auf das Nennvolumen aufgefüllt werden.

Feinheit unter 200 µm. Zusätzlich wird **Trockeneis als Mahlhilfe** zugefügt, da so die Brucheingenschaften verbessert werden und leichtflüchtige Substanzen nicht durch Reibungswärme verloren gehen.



Für die **Puppenhaare und -kleidung** empfiehlt sich die **Schwingmühle MM 400**, mit der es möglich ist, innerhalb von 1-2 Minuten eine Probenmenge von bis zu 40 ml analysengerecht zu zerkleinern. Die befüllten verschraubten Mahlbecher werden zunächst **in flüssigem Stickstoff vorgekühlt** und dann in die Mühle eingespannt.



Alle hier genannten Mühlen verfügen über Mahlwerkzeuge für die **schwermetallfreie** Zerkleinerung, so dass bei der anschließenden Analytik keine Gefahr der Probenkontamination besteht.



MM 400

Analytik

Die Proben werden mittels Graphitrohr-AAS vermessen, um eine niedrige Nachweisgrenze zu gewährleisten. Hierbei werden 5 bis 50 Mikroliter der Probenlösung in einen Graphitrohrföfen gebracht und in mehreren Schritten so hoch erhitzt, dass die Probe atomisiert wird. Mit modernen Spektrometern ist es möglich, mit fest installierten Lampen und einem motorgesteuerten Spiegel in kurzer Zeit vollautomatisch mehrere Elemente quantitativ zu bestimmen.

Die Spielzeugpuppe wurde auf die toxischen Schwermetalle Arsen (As), Cadmium (Cd), Blei (Pb) und Antimon (Sb) untersucht. Das Analysenergebnis:

Element	Kleid	Haare	Körper
	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Arsen	-	-	-
Cadmium	-	-	31 ± 1
Blei	-	-	-
Antimon	32 ± 3	-	-

Es lassen sich Cadmium im Puppenkörper und Antimon im Puppenkleid nachweisen. Zwar liegen die Konzentrationen unter den empfohlenen Grenzwerten für Kinderspielzeug (Cd: 75 mg/kg, Sb: 60 mg/kg), allerdings liegt der Wert für Antimon im Puppenkleid im Bereich des Ökotex 100 Grenzwertes (30 mg/kg), einem freiwilligem Prüfsiegel für besonders schadstoffarme Textilien.

Zur Überprüfung der Richtigkeit des gesamten Verfahrens wurden zu den aufbereiteten Puppenproben käufliche Referenzmaterialien untersucht. Dazu dienen 5 Kunststoffproben des Verbands der Automobilindustrie (VDA) mit unterschiedlich hohen Gehalten an Cadmium.

Probe	Zertifizierter Gehalt	Gemessener Wert
	mg/kg	mg/kg
1	114,6 ± 2,1	114,0 ± 1,0
2	40,9 ± 1,2	40,5 ± 0,6
3	75,9 ± 2,1	75,7 ± 1,0
4	197,9 ± 4,8	196,8 ± 1,3
5	407 ± 12	403 ± 6



© Varian GmbH, 64289 Darmstadt

Da die Messwerte (Mittelwerte von drei unabhängigen Mikrowellenaufschlüssen) sehr gut mit den Referenzwerten übereinstimmen, kann zusammenfassend festgestellt werden, dass der hier aufgezeigte Weg zur Analyse von Schwermetallen in Spielzeug schnelle, genaue und sehr gut reproduzierbare Werte liefert.

Fettbestimmung in Lebens- und Futtermitteln

In der Lebens- und Futtermittelanalytik ist der Fettgehalt eine der wichtigsten Kenngrößen zur Qualitätskontrolle. Einerseits trägt das enthaltene Fett wesentlich zum Nährwert bei, andererseits sind einige Fettsorten (z. B. Milchfett, Kakaofett) teure Bestandteile, mit denen möglichst sparsam umgegangen werden sollte. Aufgrund neuer EU-Richtlinien für die Kennzeichnung von Lebensmitteln mit Werbeversprechen wie „light“ oder „fettarm“ sind jetzt auch die Hersteller aufgefordert, den tatsächlichen Fettgehalt ihrer Produkte auf der Verpackung anzugeben.



ZM 200



Verfahren zur Fettbestimmung

Es gibt verschiedene Methoden zur quantitativen Fettbestimmung. Welche Methode eingesetzt wird, hängt vom Probenmaterial, den Genauigkeitsanforderungen und den zeitlichen Rahmenbedingungen ab.

ULTRA-ZENTRIFUGAL- MÜHLE ZM 200

- Aufgabegut: weich, mittelhart, spröde, faserig
- Aufgabekorngröße: < 10 mm
- Endfeinheit: < 40 µm
- großer Drehzahlbereich, regelbar von 6.000 bis 18.000 min⁻¹
- schonende, sehr schnelle Zerkleinerung durch zweistufiges Rotor-Ringsieb-System
- komfortable Parametereinstellung über Display und ergonomische Einknopfbedienung
- leise und zuverlässig, leicht zu reinigen



© Büchi Labortechnik GmbH, 45127 Essen

Zu den klassischen Verfahren zählt die **Lösungsmittelextraktion** nach **Soxhlet** bzw. die Methode nach **Weibull-Stoldt**, bei der die Probe vor der Extraktion mit Salzsäure aufgeschlossen wird. Soxhlet Extraktionen sind heute weitestgehend automatisiert, mehrere Proben können parallel verarbeitet werden. Diese Systeme bieten dem Anwender viele Vorteile, wie z. B. einfache Handhabung, Lösungsmittlerückgewinnung, Sicherheitsfunktionen und geringer Platzbedarf. Die Programmierbarkeit von Zeit und Anzahl der Extraktionszyklen garantiert eine Extraktion **unter reproduzierbaren Bedingungen**. Zudem ermöglichen die einzeln anwählbaren Heizplätze einen äußerst energiesparenden Betrieb.

Zerkleinerung fetthaltiger Proben

Für die Fettbestimmung durch eine schnelle und quantitative Extraktion ist eine vorherige Probenaufbereitung erforderlich. Während der Aufbereitung ist zwingend darauf zu achten, dass die zu bestimmenden Eigenschaftsmerkmale, in diesem Fall der Fettgehalt, nicht verändert werden. Bei unsachgemäßen Zerkleinerungsverfahren ist ein Fettverlust vorprogrammiert, da der Einsatz von ungeeignetem Zubehör oder falsche Betriebsparameter zwangsläufig zu Fettabsonderungen im Mahlraum und an den Mahlwerkzeugen führen. Das Probengut ist dann für die weitere Analyse unbrauchbar, der Reinigungsaufwand der Mühle entsprechend hoch. Für die optimale Zerkleinerung von fett- und ölhaltigen Produkten bietet RETSCH zwei Geräte an. Die **Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200** ist eine Rotormühle, die sich für die Zerkleinerung von mittelharten, leicht fetthaltigen Produkten wie Ölsaaten, Gebäck, Futterpellets oder Hundefutter eignet. Die Zerkleinerung der Probe erfolgt überwiegend durch Scherwirkung zwischen dem Rotor und einem feststehenden Ringsieb. Die Lochweite des Ringsiebes beeinflusst den

Mahlgrad. Für die Fettbestimmung durch Extraktion sind in der Regel Feinheiten von 0,5 - 1 mm ausreichend, die mit Ringsieben der Lochweiten von 0,75 - 1,5 mm erzielt werden können. Werden Siebe mit kleineren Lochweiten eingesetzt, so ist mit Fettabscheidung zu rechnen, darum gilt, „nicht so fein wie möglich, sondern so fein wie nötig“.

Für Produkte mit sehr hohem Fettgehalt, wie Fischpellets, Fleisch, Wurst und Käse setzt man vorzugsweise die Messermühle **Grindomix GM 200** ein. Das Gerät zerkleinert und homogenisiert das Probegut durch Schneidwirkung in einem flüssigkeitsdichten Behälter. Die Endfeinheit und der Mahlgrad werden durch die variable Drehzahl beeinflusst. Der Zerkleinerungsvorgang kann auch in einer Flüssigphase, beispielsweise dem Extraktionsmittel, durchgeführt werden. Fettverluste sind somit nahezu ausgeschlossen, wenn der komplette Becherinhalt in die Extraktionshülse überführt wird.

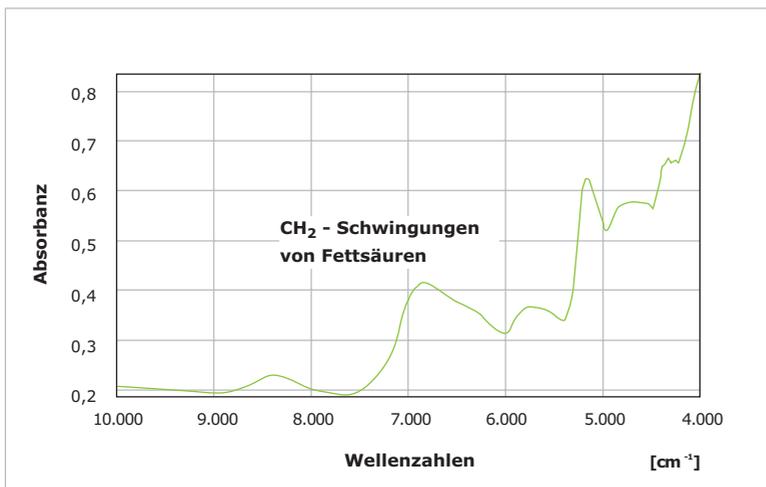
Beide Geräte arbeiten zuverlässig, liefern absolut reproduzierbare Mahlergebnisse und können auch **mit schwermetalffreien Mahlwerkzeugen** ausgerüstet werden.



Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200

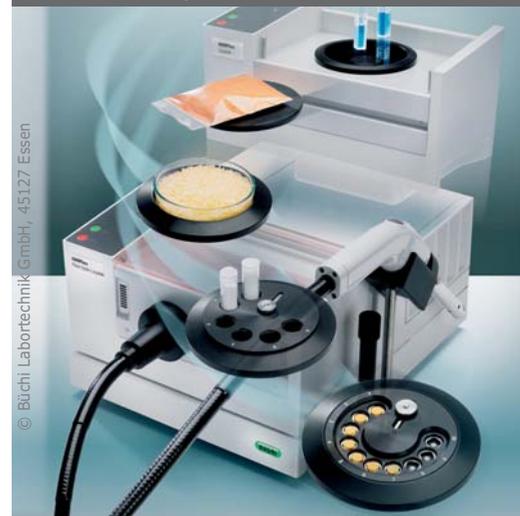


Grindomix GM 200



NIR Spektrum von Hundefutter

Die Abbildungen zeigen die zerkleinerte Probe und das zugehörige NIR-Spektrum am Beispiel von Hundefutter. Die ZM 200 benötigt nur eine Minute, um 150 g dieses Probenmaterials auf eine Feinheit < 1 mm zu zerkleinern. Innerhalb weniger Sekunden ist es dann möglich, ein NIR-Spektrum aufzunehmen und so eine zuverlässige quantitative Aussage über den Fettgehalt in der Probe zu treffen.



NIR Spektroskopie

Alternativ zu den klassischen Verfahren nach Soxhlet oder Weibull-Stoldt hat sich in den letzten Jahren die Nahinfrarot (NIR)-Spektroskopie als **Schnellmethode** etabliert. Mit dieser Methode lassen sich in Sekundenschnelle nicht nur der Fettgehalt, sondern auch weitere maßgebliche Parameter wie **Protein, Feuchte und Kohlenhydrate** bestimmen. Darüber hinaus kommt die NIR-Spektroskopie ganz ohne Chemikalien aus und kann produktionsnah eingesetzt werden. Dank einer einfachen Bedienoberfläche ist die Handhabung der Geräte schnell zu erlernen.

Inhomogenitäten in den Proben können bei quantitativen NIR-Bestimmungen Probleme bereiten, da durch eine nicht homogene Konzentrationsverteilung an unterschiedlichen Stellen der Probe unterschiedliche Ergebnisse erzielt werden können. **Um dieses Problem zu eliminieren ist es wichtig, dass die Probe reproduzierbar zerkleinert wird, bevor sie im Spektrometer vermessen wird.**



■ Hundekuchenpellets vor der Zerkleinerung



■ Das Zerkleinerungsergebnis zeigt eine Feinheit von < 1 mm

Nachweis von Mykotoxinen in Nüssen

Mykotoxine sind natürliche Stoffwechselprodukte von Schimmelpilzen, die bei Menschen und Tieren eine toxische Wirkung zeigen. Ebenso wie antibiotikabildende Mikroorganismen sind mykotoxinbildende Schimmelpilzarten weltweit verbreitet. Die giftigsten Vertreter der Mykotoxine sind die Aflatoxine. Lebensmittel, die aufgrund von Pilzbefall ein erhöhtes Risiko der Aflatoxin-Freisetzung zeigen, sind neben Trockenfrüchten und Gewürzen auch Nüsse (z. B. Erdnüsse, Haselnüsse, Pistazien) und Getreide (z. B. Weizen, Mais).

© www.enius.de



■ Haselnüsse vor der Zerkleinerung



■ Das Ergebnis der Vorzerkleinerung

Mykotoxine werden oft nur unter bestimmten Temperatur- und Feuchtigkeitsbedingungen und bei reichlichem Nährstoffangebot gebildet, wie dies bei Lebensmitteln der Fall ist. Ursache ist meist eine falsche oder zu lange Lagerung. Oft entsteht nicht nur eine Substanz, sondern eine ganze Familie chemisch verwandter Verbindungen. Mykotoxine sind weitgehend hitzestabil und werden daher bei der Nahrungsmittelverarbeitung in der Regel nicht zerstört.

Vor- und Feinzerkleinerung

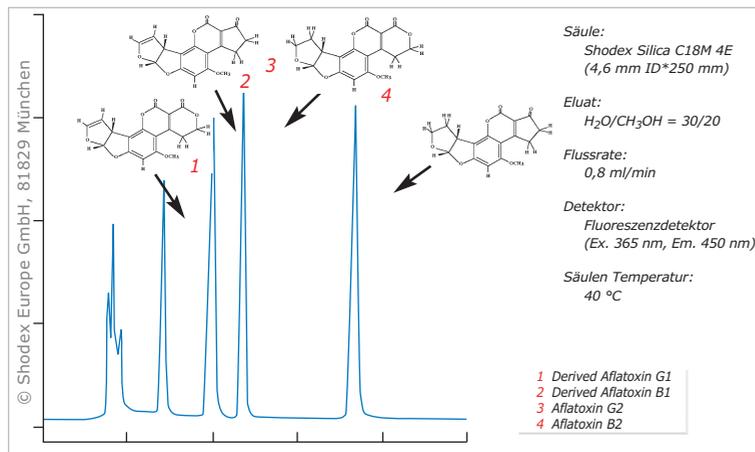
Um die Mykotoxine hinreichend aus dem Ausgangsmaterial zu extrahieren, muss die Probe zuvor zerkleinert und homogenisiert werden. Da die Grenzwerte für die Mykotoxin-Belastung zwischen 0,025 und 15 µg/kg liegen und ein Pilzbefall meist in Nestern erfolgt, muss eine Stichprobe ausreichend groß sein, um eine Kontamination nachweisen zu können. Dazu wird eine repräsentative Menge von ca. 1 bis 2 kg pro Tonne an gelieferten Nüssen zunächst mit der RETSCH **Schneidmühle SM 100** auf eine Partikelgröße von ca. 1 - 3 mm vorzerkleinert. Diese Mühle wird vor allem für die schnelle und schonende Zerkleinerung trockener Materialien bis zu einer Endfeinheit von 0,25 mm eingesetzt. Anschließend erfolgt eine repräsentative Probenteilung mit dem **Rotationsprobenteiler PT 100**, der über eine extrem hohe Teilgenauigkeit verfügt.

Die gewonnene Teilprobe wird nun der **Feinzerkleinerung** zugeführt. Hierfür bietet sich die RETSCH **Ultra-Zentrifugalmühle ZM 200** an. Diese leistungsstarke Rotormühle ist einfach und sicher in der Bedienung und kann aufgrund der umfangreichen Zubehörpalette sehr vielseitig eingesetzt werden. So sind für die Aufbereitung der Haselnüsse zum Beispiel die **Distanzsiebe** besonders geeignet, welche speziell für die Zerkleinerung temperaturempfindlicher spröder Proben entwickelt wurden. Da Mykotoxine gut fettlöslich sind, sollte die Vermahlung möglichst schonend erfolgen, um die Freisetzung von Fetten aus dem Probenmaterial zu vermeiden. Eine Feinheit von ca. 300 µm ist ausreichend für die nachfolgende Extraktion der Mykotoxine aus dem Probenmaterial.

Extraktion

Für die Extraktion werden 25 g der homogenisierten Nussprobe mit 200 ml Wasser/Acetonitril (16+84 v/v) 60 Minuten geschüttelt und filtriert. 100 ml des Filtrates werden mit 100 ml Petrolether extrahiert; die Petroletherphase wird verworfen. Ein Aliquot wird mit Aktivkohle / Al₂O₃ / Celite (7:5:3 - w/w/w) 10 Minuten gerührt, dann zentrifugiert, der Überstand eingedampft und in Wasser aufgenommen. Die Lösung wird auf eine Immunoaffinitätssäule aufgetragen, mit Wasser gewaschen und mit Methanol eluiert. Das Eluat wird dann mittels HPLC aufgetrennt.

Hochleistungs-Flüssig-Chromatographie



Die Abbildung zeigt ein **typisches Chromatogramm einer aflatoxinbelasteten Probe**. Neben der Zuordnung der Art des Mykotoxins ist auch eine exakte Aussage über die quantitative Belastung möglich.

HPLC (High Performance Liquid Chromatography) ist eine Analysenmethode, die sich durch eine Reihe von Vorteilen wie **hohe Selektivität und Reproduzierbarkeit** und **sehr niedrige Nachweisgrenzen** auszeichnet.

Für die Probenvorbereitung stehen mit kommerziell erhältlichen Immunoaffinitäts (IA)-Säulen spezielle Festphasen-Extraktions (SPE)-Säulen zur Verfügung, bei denen die Aflatoxine an selektiv bindenden Antikörpern aus der Matrix isoliert und mit organischen Lösungsmitteln eluiert werden. Die erhaltenen Probenextrakte werden abschließend über eine RP18-HPLC-Phase separiert und die Mykotoxine mittels Fluoreszenz nach Nachsäulenderivatisierung, die zumeist mit einer Brom- oder einer Jodlösung erfolgt, detektiert.

Häufig hängt die Freigabe von ganzen Schiffsladungen, davon ab, dass der Aflatoxingehalt in Nüssen schnell und exakt bestimmt werden kann. Die hier beschriebene Methode liefert repräsentative Ergebnisse in kurzer Zeit und gewährleistet somit sowohl für den Lieferanten als auch für den Verbraucher optimalen Schutz.

DIE WICHTIGSTEN MYKOTOXINBILDENDEN PILZE



ALTERNARIA



PENICILLIUM



ASPERGILLUS



SCHNEIDMÜHLE SM 100

- Aufgabegut: weich, mittelhart, elastisch, faserig
- Aufgabekorngröße: < 60 x 80 mm
- Endfeinheit: 0,25 - 20 mm
- definierte Endfeinheit durch Bodensiebe
- 3 Trichter-Varianten für unterschiedliche Materialien
- geringe thermische Belastung des Mahlgutes

SM 100

Probenvorbereitung für die Röntgenfluoreszenzanalytik

Das Hauptziel der Röntgenfluoreszenzanalytik ist eine quantitative Bestimmung der Elemente, was eine bestimmte Richtigkeit und Reproduzierbarkeit verlangt. Beide Parameter stehen in direktem Zusammenhang mit der Qualität der Probenvorbereitung.

RS 200



Konstante Partikelgrößen sichern gute Reproduzierbarkeit

Bei Feststoffproben hängt die Reproduzierbarkeit direkt von der Partikelgröße und der Dichte der präparierten Probe ab. Die Intensität des gestreuten Lichtes in der Röntgenfluoreszenz gibt Auskunft über die Menge eines Elementes. Ist die Probe nicht fein genug vermahlen, wird das Röntgenlicht an den Partikeln sehr stark gestreut und die Streuintensität nimmt – unabhängig von der tatsächlich Menge der Elemente – zu. Deshalb ist es für eine reproduzierbare quantitative Analyse wichtig, dass die Probe ausreichend homogenisiert und die Größenverteilung von Probe zu Probe konstant ist. Die Grafik „Mahldauer“ zeigt, dass bereits nach 2 Minuten Vermahlung in der RETSCH **Schwingmühle MM 400** die Intensität des Messsignals einen konstanten Wert erreicht, der sich durch weitere Vermahlung nicht ändert.

Neben der Partikelgröße ist auch die Dichte der Probe von entscheidender Bedeutung. Gerade beim Herstellen von Presslingen muss darauf geachtet werden, dass Luft vollständig entweichen kann. Die Grafik „Pressdruck“ zeigt, dass erst ab einem Druck von 20 Tonnen die Intensität in ein Plateau läuft, da dann die Probe eine maximale Dichte erreicht hat.

Eine gute Richtigkeit und Reproduzierbarkeit setzen also eine Probenvorbereitung voraus, welche eine konstante Partikelgrößenverteilung und Dichte der Probe garantiert.

Nach einer möglichen Vorzerkleinerung in einem Backenbrecher ist die am häufigsten eingesetzte Mühle zur Zerkleinerung von hartem und sprödem Probengut für

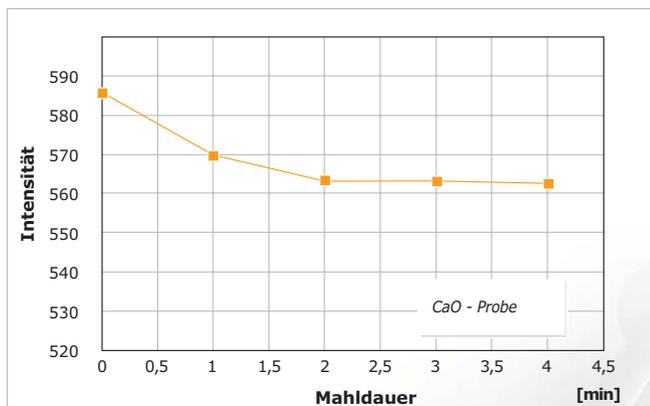
die RFA eine **Scheiben-Schwingmühle** wie die **RS 200** von RETSCH. In einem Mahlbecher werden die Mahlkörper, eine Mahlscheibe und ein Ring, durch eine Unwucht derart bewegt, dass das Probengut durch Druck, Stoß und Reibung zerkleinert wird. Das Zerkleinerungsprinzip garantiert die notwendige reproduzierbare Analysenfeinheit schon nach **sehr kurzer Mahldauer**. Dies ist ein wesentlicher Vorteil in der Qualitätskontrolle, da von den Analyseergebnissen unter Umständen eine Produktfreigabe abhängt und diese daher möglichst schnell vorliegen müssen. Kleinere Probenmengen können auch in einer **Schwingmühle** wie der **MM 400** von RETSCH zerkleinert werden. Hier führen die Mahlbecher in horizontaler Lage ra-

diale Schwingungen aus, das Probengut wird durch Prall und Reibung sehr effektiv homogenisiert. Sowohl die Scheiben-Schwingmühle RS 200 als auch die Schwingmühle MM 400 verfügen über Mahlwerkzeuge aus unterschiedlichen Werkstoffen, so dass eine kontaminationsneutrale Aufbereitung hinsichtlich der zu bestimmenden Elemente gewährleistet ist.

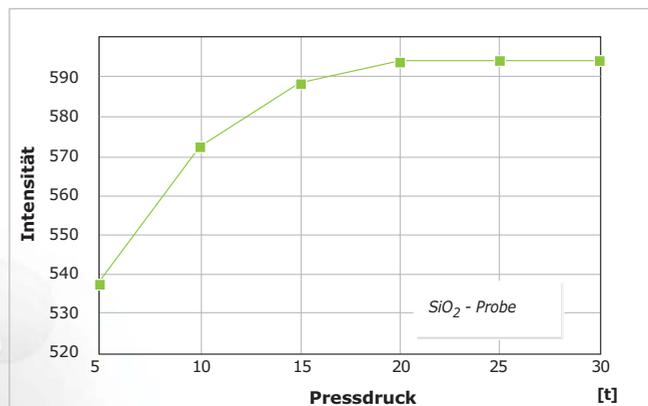
Elastische, weiche Materialien wie **Kunststoffe** zerkleinert man durch Scher- und Schneidwirkung. Zu diesem Zweck werden **Schneid- oder Rotormühlen** eingesetzt, bei denen der angestrebte Zerkleinerungsgrad über auswechselbare Bodensiebe mit definierten Lochweiten beeinflusst wird.

Von der Probe zum Pressling

Nach erfolgter Zerkleinerung kann die Probe zu einem Pressling verarbeitet werden. Für die mechanische Stabilität des Presslings ist häufig der Zusatz von Bindemitteln erforderlich. Dafür gibt es zwei Verfahren: Zugabe des Bindemittels als Mahlhilfe in Form von Pulver oder Tabletten oder ein getrenntes Vermischen nach der Vermahlung. **In der Schwingmühle MM 400 kann die Probe auch mit einem Bindemittel in speziellen Polystyrol-Bechern gemischt werden.** Beide Verfahren haben Vor- und Nachteile und müssen auf das Analysenziel abgestimmt werden.



Prinzip Abhängigkeit der RFA-Intensität von der Mahldauer. Die Probe wurde in der RETSCH Schwingmühle MM 400 homogenisiert.



Prinzip Abhängigkeit der RFA-Intensität von dem Pressdruck. Der Pressling wurde mit der RETSCH Tablettenpresse PP 40 hergestellt.

Schmelzaufschluss

Steht zu wenig Probe zur Verfügung kann auch das Aufpressen auf Borsäure eine Alternative sein. Partikelgrößeneffekte in den Presslingen limitieren aber die maximal zu erreichende Reproduzierbarkeit. Dieses Problem kann nur durch den Einsatz des Schmelzaufschlusses beseitigt werden. Hierbei wird die fein gemahlene Probe (< 60 - 100 µm) in einem Borataufschluss aufgelöst. Dadurch wird die Originalprobe zerstört und bindet sich homogen in eine Glasmatrix ein. Die bessere Reproduzierbarkeit wird durch fehlende Partikelgrößeneffekte, eine bessere Homogenität und eine definierte Dichte erzielt. Aufgrund der Verdünnung mit Borat wird der Schmelzaufschluss überwiegend zur präzisen Bestimmung von Hauptkomponenten eingesetzt, während Spurenelemente eher mit Hilfe eines Presslings detektiert werden. Wird für Routineproben keine hohe Präzision verlangt, kann auch da ein Pressling genügen.

Um allerdings eine stabile und reproduzierbare Messung in der RFA zu erhalten, müssen noch weit mehr Parameter kontrolliert werden. Deshalb ist es wichtig, die Probenvorbereitung an die jeweilige Aufgabenstellung anzupassen. Die eingesetzten Geräte (Mühle, Presse, Schmelzaufschlussgerät) müssen daher über eine flexible Parametereinstellung und der Anwender über entsprechendes Know-how verfügen.

MM 400



SCHEIBEN-SCHWINGMÜHLE RS 200

- Aufgabegut: mittelhart, hart, spröde, faserig
- Aufgabekorngröße: < 15 mm
- Endfeinheit: < 40 µm
- hervorragende Reproduzierbarkeit
- Analysenfeinheit in Sekunden

SCHWINGMÜHLE MM 400

- Aufgabegut: hart, mittelhart, weich, spröde, elastisch, faserig
- Aufgabekorngröße: ≤ 8 mm
- Endfeinheit: ~ 5 µm
- hoher Probendurchsatz dank kurzer Mahldauer und zwei Mahlstellen
- große Auswahl an Mahlbechergößen und -werkstoffen

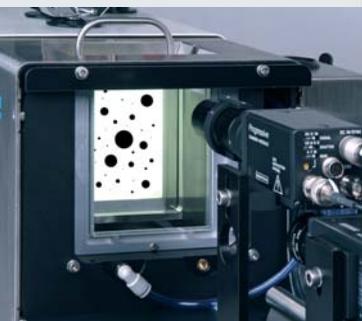
Partikelanalytik von Mahlkörpern

In den RETSCH Kugelmöhlen der MM und PM Serie werden Mahlkugeln in einem Größenbereich von 2 mm bis 30 mm eingesetzt. Die Menge und Größe der verwendeten Mahlkörper richtet sich dabei nach den Eigenschaften des Mahlgutes wie Härte, Bruchverhalten, Aufgabe- und Zielkorngröße. Die Kugelfüllung hat einen entscheidenden Einfluss auf das Mahlergebnis.



MESSPRINZIP

Die patentierte Messanordnung des CAMSIZER – zwei Digitalkameras als adaptive Messeinheit – verbessert und optimiert die Partikelanalytik mittels digitaler Bildverarbeitung. Hierdurch ist es möglich, ohne Messbereichsumstellungen oder Justagearbeiten ein breites Kornspektrum von **30 µm bis 30 mm** genau zu vermessen. Die berührungslose, optische Vermessung erfolgt in Echtzeit und ermittelt simultan alle gewünschten Informationen zur Korngröße und -form.



CAMSIZER®

Qualitätskriterium Rundheit

Für eine optimale Zerkleinerung müssen die eingesetzten Mahlkugeln möglichst gleichmäßig in ihrer Größe, sowie nahezu perfekt rund sein. Abb. 1 zeigt ein Beispiel für drei unterschiedliche Qualitäten von Zirkonoxid-Mahlkugeln. Es lässt sich deutlich erkennen, dass die B- und C-Ware eine viel breitere Verteilung aufweist, sowie ovale und unrunde Partikel enthält.

Mit dem optischen Partikelmesssystem **CAMSIZER** lassen sich diese **qualitativen Unterschiede exakt quantifizieren**. Das Messbeispiel zeigt, dass die Partikelgrößenverteilung der A-Ware (rot) bei exakt 3 mm liegt und nur geringe Schwankungen aufweist. Die B-Ware (grün) und C-Ware (blau) sind hingegen viel inhomogener. Auch in der **Formanalyse** zeigen sich deutliche Unterschiede. Je mehr unrunde Partikel in der

Probe enthalten sind, desto weiter links liegt die entsprechende Kurve in dem Diagramm, welches das Breiten/Längenverhältnis darstellt (Abb. 2). Aus solchen Darstellungen lässt sich leicht erkennen, ob Mahlkugeln den hohen Qualitätsanforderungen gerecht werden. Für Hersteller und Anwender ist der CAMSIZER daher das ideale Messinstrument, um die Qualität von Mahlkörpern in der Produktion oder deren Grad an Abnutzung zu bestimmen. Bei der Definition von Schwellwerten und Qualitätskriterien hilft dem Anwender die Funktion „Bildauswertung“, mit der jedes einzelne Partikel auf vorher gespeicherten Bildern ausgewertet werden kann. Der Benutzer sieht also die „schlechten“ Partikel auf den Bildern und kann sich die zugehörigen Größen- und Formparameter direkt anzeigen lassen (Abb. 3).



Der CAMSIZER bietet zahlreiche Vorteile gegenüber anderen Messverfahren. Bei der Siebanalyse beispielsweise ist eine Messung der Partikelform nicht möglich, außerdem ist die Auflösung begrenzt durch die Anzahl der verwendeten Siebe. Der CAMSIZER hingegen speichert das **Ergebnis in bis zu 1000 Größenklassen**.

Bei statischen Bildanalysenverfahren besteht die Gefahr, dass Partikel sich ausrichten,

d.h. leicht linsenförmige Mahlperlen zeigen bevorzugt kreisförmige Querschnitte, was dazu führt, dass die Partikel runder erscheinen als sie sind. Im Vergleich zu Handmessungen mit der Schiebellehre bietet der CAMSIZER eine viel höhere statistische Sicherheit durch das Vermessen großer Probenmengen. Dadurch lassen sich auch geringe Mengen an zu großen bzw. zu kleinen Partikeln erkennen.

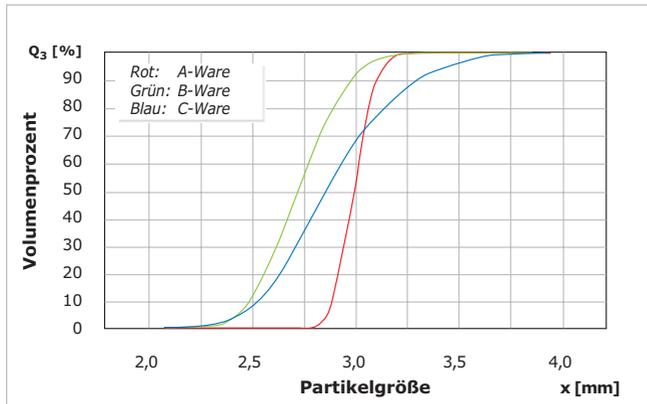


Abb. 1:
Partikelgrößenverteilung von 3 verschiedenen Qualitäten von Zirkonoxid Mahlperlen. Mahlperlen geringerer Qualität zeigen eine breitere Streuung um den Mittelwert, der nicht bei exakt 3 mm liegt. Rot: RETSCH-Mahlkugeln, der Median liegt bei exakt 3 mm, die Streuung der Messwerte ist gering (enge Verteilung).

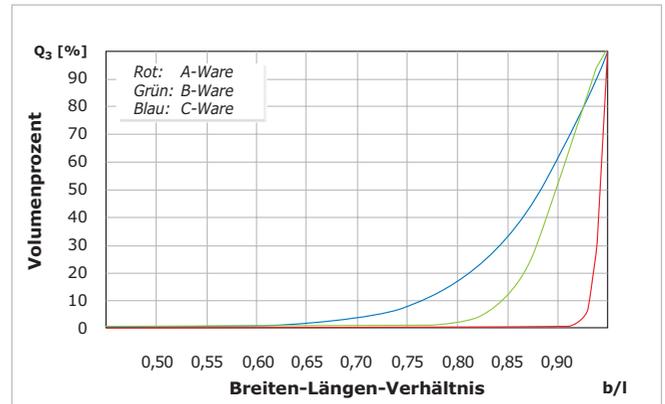


Abb. 2:
Auch in der Form unterscheiden sich die Mahlperlen. Dargestellt ist das Breiten-Längenverhältnis (b/l) der Proben. Je unrunder die Partikel sind, desto weiter links liegt die Kurve in dem Diagramm. Die RETSCH-Mahlperlen (rote Kurve) haben ein b/l nahe 1, sind also besonders rund.

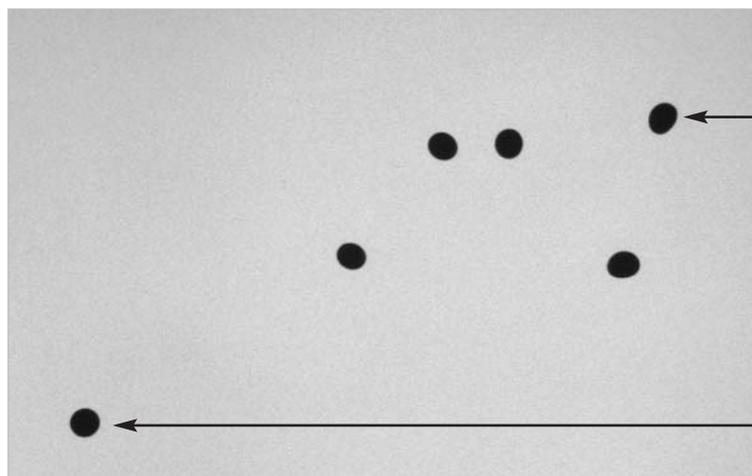
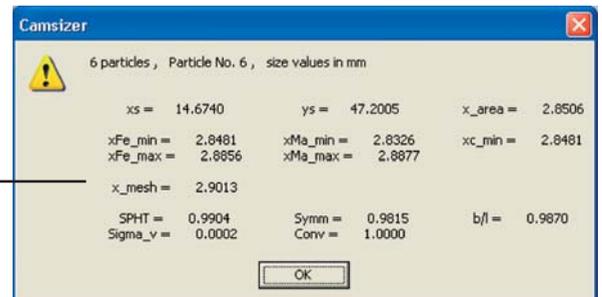
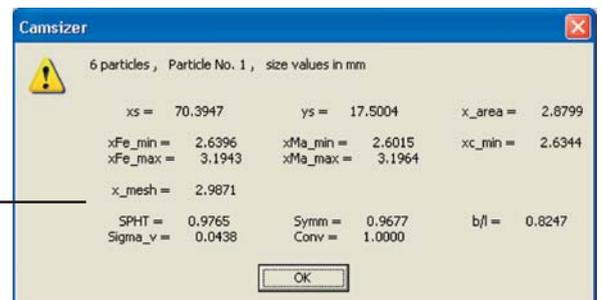


Abb. 3:
Mit dem CAMSIZER aufgenommene Bilder lassen sich einzeln manuell oder automatisch speichern und nachträglich auswerten. Es werden für jedes Partikel die gemessenen Größen und Formparameter angezeigt. Unten links auf dem Bild befindet sich eine nahezu perfekt runde Mahlperle ($b/l = 0,987$), oben rechts eine leicht ovale Mahlperle ($b/l = 0,825$).



Solutions in Milling & Sieving



Die RETSCH GmbH gehört zu den weltweit führenden Anbietern für Laborgeräte zur Aufbereitung und Charakterisierung von Feststoffen im Rahmen der Probenvorbereitung und Qualitätskontrolle. Zur umfangreichen Produktpalette zählen Backenbrecher, Mühlen, Probenteiler, Siebmaschinen und optische Partikelmessgeräte. Der weltweite Vertrieb der Produkte erfolgt in Kooperation mit dem qualifizierten Fachhandel, Handelspartnern und Niederlassungen in über 75 Ländern sowie direkt an den Endkunden.



ZERKLEINERN

Lösungen für die analysengerechte Probenaufbereitung

Für viele chemische und physikalische Analysemethoden ist es notwendig, die Analysenprobe in einem möglichst hohen Grad zu homogenisieren und sie auf eine definierte Feinheit zu zerkleinern. Eine zuverlässige und genaue Analyse kann nur durch eine reproduzierbare Probenvorbereitung gewährleistet werden. RETSCH bietet

für diese Aufgabenstellung ein umfangreiches Programm modernster Mühlen und Brecher für die materialgerechte Grob-, Fein-, und Feinstzerkleinerung an. Durch die große Auswahl an Mahlwerkzeugen und Zubehör ermöglichen unsere Geräte eine analysengerechte, kontaminationsneutrale und materialschonende Probenvorbereitung.



Backenbrecher
BB 51
www.retsch.de/bb51



Backenbrecher
BB 100
www.retsch.de/bb100



Backenbrecher
BB 200
www.retsch.de/bb200



Backenbrecher
BB 300
www.retsch.de/bb300



Ultra-Zentrifugalmühle
ZM 200
www.retsch.de/zm200



Schlagrotormühle
SR 200/SR 300
www.retsch.de/sr200
www.retsch.de/sr300



Schlagkreuzmühle
SK 100
www.retsch.de/sk100



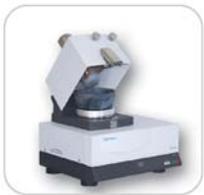
Messermühle
GRINDOMIX GM 200
www.retsch.de/gm200



Schneidmühle
SM 100
www.retsch.de/sm100



Hochleistungs-Schneidmühle
SM 2000
www.retsch.de/sm2000



Mörsermühle
RM 200
www.retsch.de/rm200



Scheibenmühle
DM 200
www.retsch.de/dm200



Scheiben-Schwingmühle
RS 200
www.retsch.de/rs200



Schwingmühle
MM 200
www.retsch.de/mm200



Schwingmühle
MM 400
www.retsch.de/mm400



Planeten-Kugelmühle
PM 100 CM
www.retsch.de/pm100cm



Planeten-Kugelmühle
PM 200
www.retsch.de/pm200



Planeten-Kugelmühle
PM 400
www.retsch.de/pm400



SIEBEN

Lösungen für die optimale Qualitätskontrolle von Feststoffen

Alle RETSCH Analysensiebmaschinen der Baureihe „control“ und alle RETSCH Analysensiebe sind kalibrierbar und somit als Messinstrumente im Rahmen der Qualitätskontrolle gemäß DIN ISO 9000 ff einsetzbar.

WINDOWS™-basierte Softwarelösungen und umfangreiches Zubehör runden das Programm ab.

Die Geräte zur Korngrößenbestimmung von RETSCH garantieren dank einzigartiger Technologien immer exakte Ergebnisse.



Siebmaschine
AS 200 basic/digit/control
www.retsch.de/as200



Siebmaschine
AS 300 control
www.retsch.de/as300



Plan-Siebmaschine
AS 400 control
www.retsch.de/as400



Klopf-Siebmaschine
AS 200 tap
www.retsch.de/as200tap



Analysesiebe
www.retsch.de/sieves



Auswerte-Software
EasySieve®
www.retsch.de/easysieve



ASSISTIEREN

Lösungen für effizientere Zerkleinerungsprozesse und Siebanalysen

Die Probenteiler von RETSCH stehen für repräsentative Teilproben. Ob Rückstell- oder Belegproben für chemische oder physikalische Analysen oder Ringversuche, unsere Probenteiler sorgen für repräsentative und reproduzierbare Teilungsergebnisse.

Die Trocknungs- und Reinigungsgeräte von RETSCH sind universell einsetzbar und erledigen dank ihrer Funktionalität und soliden Verarbeitung die alltäglichen Aufgaben im „Handumdrehen“.



Probenteiler
PT 100
www.retsch.de/pt100



Drehrohrteiler
PK 1000
www.retsch.de/pk1000



Zuteilgerät
DR 100
www.retsch.de/dr100



Schnelltrocknungsgerät
TG 200
www.retsch.de/tg200



Ultraschallbäder
UR 1/UR 2/UR 3
www.retsch.de/ur



Tablettenpressen
PP 25/PP 40
www.retsch.com/pp40

INNOVATIVE PRODUKTE ZUR PARTIKELCHARAKTERISIERUNG

Das RETSCH Schwesterunternehmen RETSCH Technology GmbH bietet in Kooperation mit der Jenoptik AG hochwertige optische Systeme zur Messung der Partikelgrößenverteilung von trocken dispergierbaren Pulvern und Granulaten an. Ergänzt wird das Produktprogramm

durch HORIBA Geräte zur Partikelanalyse von Suspensionen, Emulsionen und Kolloiden mittels Laserlicht-Streuung. Die Geräte decken einen Messbereich von 1 Nanometer bis 30 Millimeter ab. Für Pulver und Granulate ist eine hochauflösende und umfangreiche Kornformanalyse möglich.



Weitere Informationen zu den optischen Partikelmessgeräten finden Sie unter

www.retsch-technology.de



Optisches Partikelmessgerät
CAMSIZER®
www.retsch.de/camsizer



CAMSIZER®
mit AutoSampler
www.retsch.de/autosampler



Laser-Streulichtspektrometer
LA-950 (trocken)
www.retsch.de/la950



Laser-Streulichtspektrometer
LA-950 (nass)
www.retsch.de/la950



Laser-Streulichtspektrometer
LA-300
www.retsch.de/la300



Dynamische Laser-
Lichtstreuung LB-550V
www.retsch.de/lb550

RETSCH GRAND PRIX 2008

Erster Preis:
Mercedes SLK
Roadster



GEWINNEN SIE HIGH-TECH „MADE IN GERMANY“

Als Großer Preis erwartet Sie ein Mercedes Sportwagen! Außerdem verlosen wir jeden zweiten Monat wertvolle Preise, wie z.B. ein Mercedes Fitness-Bike oder eine 10 MB Digitalkamera von Leica.

WWW.RETSCH.DE/GRANDPRIX



(Der Rechtsweg ist ausgeschlossen, Abbildungen ähnlich)

GOLD RUSH Hauptgewinn wurde in Indien überreicht!



Frau Kavitha, die Gewinnerin des RETSCH Gewinnspiels „Gold Rush“ nahm auf der Analytica Anacon in Mumbai ihren Preis von den Mitarbeitern der indischen RETSCH Vertretung Inkarp entgegen.

„Als ich die E-Mail von Retsch erhielt, war ich sehr aufgeregt und glücklich und konnte kaum glauben, dass ich den ersten Preis gewonnen hatte! Meine Familie war begeistert und wir haben ein großes Fest gefeiert. Ich möchte Retsch danken, einer sehr vertrauenswürdigen Firma, und wünsche ihnen für die Zukunft viel Erfolg!“

Retsch[®]
Solutions in Milling & Sieving

www.retsch.de

a VERDER company

Ihr Kontakt in Deutschland, Österreich und der Schweiz

Retsch GmbH
Rheinische Straße 36
42781 Haan · Deutschland

Telefon +49 (0) 21 29 / 55 61-0
Telefax +49 (0) 21 29 / 87 02

E-mail info@retsch.de
Internet www.retsch.de

Verder Ges.m.b.H. Austria
Eitnergasse 21
1230 Wien · Österreich

Telefon +43 (0) 18 65 10 74-0
Telefax +43 (0) 18 65 10 76

E-mail office@verder.at
Internet www.retsch.at

Schieritz & Hauenstein AG
Finkelerweg 32
4144 Arlesheim · Schweiz

Telefon +41 (0) 6 17 01 10 60
Telefax +41 (0) 6 17 01 16 41

E-mail schieritz@magnet.ch
Internet www.retsch.ch