



sartorius

Application Note

Ergonomische und effiziente Filtration in der Lebensmittelanalytik



turning science into solutions

Probenvorbereitung von partikelhaltigen und viskosen Lebensmittelproben mit dem Claristep® Filtrationssystem

Zusammenfassung

In der Lebensmittelanalytik ist die Klarfiltration per Membranfiltration oftmals ein wichtiger Schritt in der Probenvorbereitung, wie z.B. vor einer HPLC. Das für die parallele Bearbeitung von bis acht Proben konzipierte Claristep-Filtrationssystem wurde auf seine Eignung für die Filtration von Lebensmittelproben untersucht. 14 handelsübliche Lebensmittelproben – zum Teil hochviskose und extrem partikelreiche Dispersionen – wurden in verschiedenen Verdünnungen mit den spritzenlosen Claristep® Filtern der Porengröße 0,45 µm und 0,2 µm und der manuell zu bedienenden Claristep® Station filtriert. Die geeignete Verdünnungsstufe wurde bestimmt sowie der Anwendungskomfort mit einem gängigen Spritzenvorsatzfilter verglichen. Die Ergebnisse zeigen, bei welchen Verdünnungen eine erfolgreiche Filtration erwartet werden kann. Im Vergleich zu konventionellen Vorsatzfiltern berichteten die durchführenden Personen durchweg über eine bessere ergonomische Handhabung und eine deutliche Zeitersparnis bei der Probenvorbereitung.

Einleitung

Bei der Herstellung von Lebensmitteln nicht nur im industriellen Maßstab wird eine Vielzahl von Substanzen eingesetzt, um Eigenschaften wie Nährstoffgehalt,

Geschmack und Haltbarkeit zu beeinflussen. Darunter fallen Zusatzstoffe wie z.B. Lebensmittelfarben und Konservierungsmittel aber auch Verbindungen, die als Verunreinigungen in den Rohstoffen vorhanden sind, wie Pestizide oder Antibiotika. Da diese die Qualität der Lebensmittel mindern oder gar gesundheitliche Schäden verursachen können, sind analytische Untersuchungen unerlässlich und teils von den Gesetzgebern gefordert.

In der Probenvorbereitung ist die Klarfiltration flüssiger, teils disperser und viskoser Lebensmittelproben ein unvermeidlicher Schritt vor nahezu allen analytischen Techniken in der Lebensmittelanalytik, etwa vor einer Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC). Dies stellt dabei hohe Anforderungen an die Filtrationstechnik, um die Apparaturen zuverlässig vor Partikeleintrag zu schützen und so Performance analytischer Systeme zu erhalten.

Lebensmittelproben wie Fruchtsäfte, Ketchup oder Salatdressings sind häufig hochviskos und weisen eine hohe Dichte von Partikeln auf. Erfolgt die Klarfiltration mithilfe von Vorsatzfiltern, ist mitunter ein extremer Kraftaufwand erforderlich, was zu körperlichen Beschwerden beim Anwender führen kann. Manche Proben müssen daher für die Klarfiltration derart stark verdünnt werden, dass in der nachfolgenden Analyse verstärkt auf die Erreichung einer zufriedenstellenden Bestimmungsgrenze geachtet werden muss.

Mit dem Claristep® System wurde ein neues Multiplexing-Filtrationsverfahren entwickelt, das hohen Probendurchsatz bei gleichzeitig geringer körperlicher Anstrengung kombiniert. Das manuell zu bedienende System besteht aus einer Station mit acht einzelnen spritzenlosen Filtereinheiten, die für Probenvolumina von 60–600 µl ausgelegt sind. Die Proben werden direkt in laborüblichen Standard 2 ml HPLC Vials filtriert und sind somit sofort der Analyse zugänglich.

Im Folgenden wird die Eignung des Claristep® Systems am Beispiel der Klarfiltration von 14 schwer filtrierbaren Lebensmittelproben gezeigt und der Anwendungskomfort mit konventionellen Spritzenvorsatzfiltern verglichen.



Abbildung 1: Claristep® Filter und Claristep® Station

Methode

Ermittlung der Zielkonzentration

Untersucht wurden 14 verschiedene Lebensmittelproben (siehe Tabelle 1). Um die Verdünnung zu ermitteln, bei der eine problemlos manuelle Klarfiltration möglich ist, wurden die jeweiligen Lebensmittelproben, neben einer unverdünnten Probe, mit Wasser in 7 verschiedenen Stufen verdünnt (100 = unverdünnt, 75, 50, 25, 10, 5, 2 und 1 %-ige Lösung). Eine Probe galt dann als filtrierbar, wenn sie mit angemessener Kraftanstrengung vollständig filtriert werden konnte. Die durchführende Person führte den Arbeitsschritt bequem stehend mit beiden Händen durch. Bewertet wurden das Filtrationsverhalten, die Ausbeute und die subjektive Beurteilung des Anwenders.

Mit dem Claristep® Filtrationssystem wurden acht unterschiedliche Verdünnungen einer Lebensmittelprobe gleichzeitig filtriert. Das Probenvolumen betrug jeweils 400 µl. Zum Einsatz kamen die Claristep® Filter 0,2 µm und die Claristep® Filter 0,45 µm.

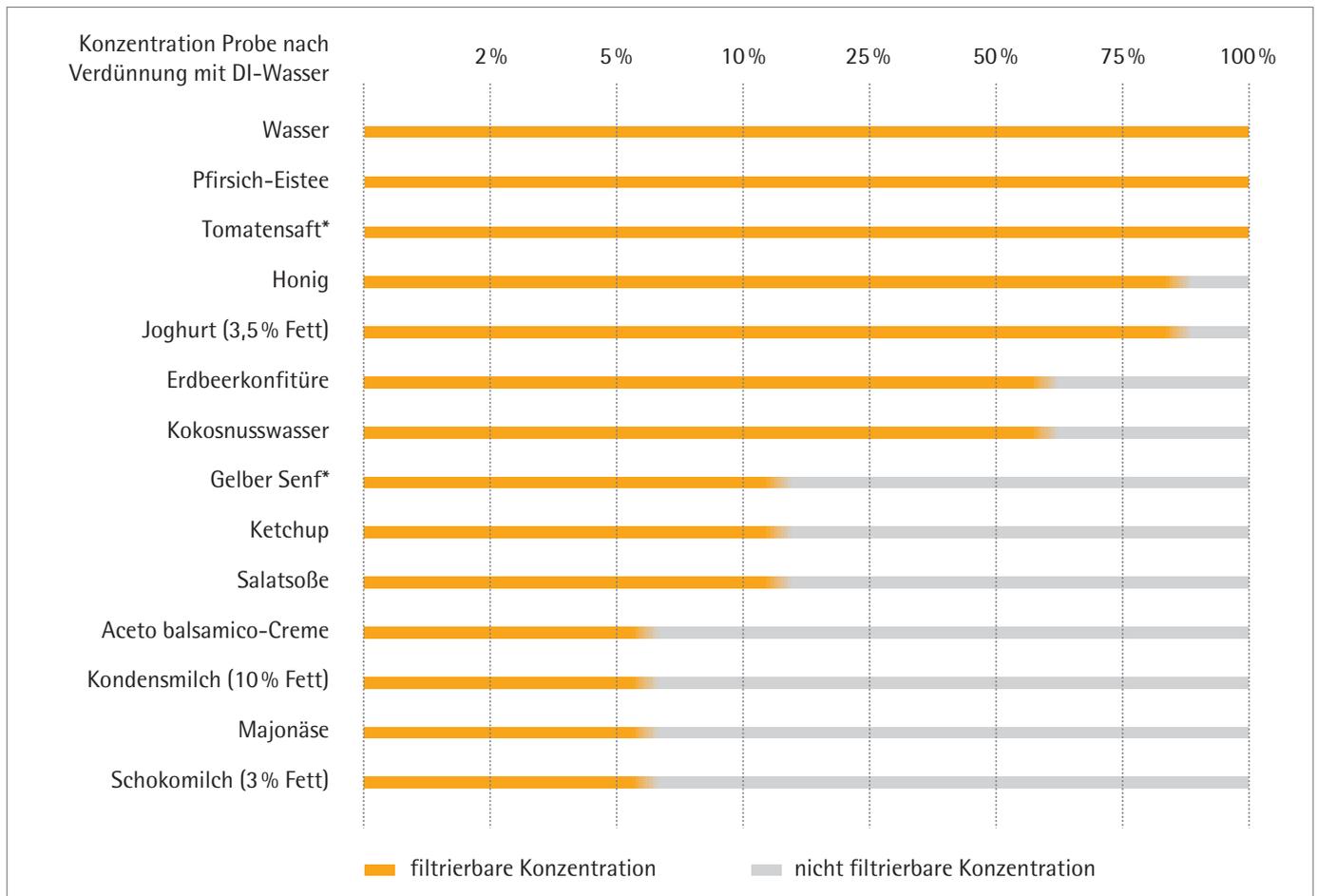
Subjektive Bestimmung des Anwendungskomforts

Um den Anwendungskomfort der Filtration zwischen dem Claristep® Filtrationssystem und Spritzenvorsatzfiltern zu vergleichen, wurden die Proben zusätzlich mit einem Spritzenvorsatzfilter (RC; Porengröße 0,45 µm; Filterdurchmesser 25 mm) filtriert. Hierzu musste mindestens ein Filtrationsvolumen zwischen 0,5 und 1 ml erzielt werden.

Viskositätsmessung

Die Viskosität der geringsten noch filtrierbaren Verdünnungen wurde mit dem ViscoTester VT5^L von Haake ermittelt.

Tabelle 1: Claristep® 0,2 µm und 0,45 µm: Klarfiltration schwer filtrierbarer Lebensmittelproben in unterschiedlichen Verdünnungen. Es wurden immer eine unverdünnte Probe (100 %) und 7 verschiedene Verdünnungen mit jeweils 400 µl Probenvolumen filtriert. Dargestellt wird die Filtrierbarkeit verschiedener Lebensmittelproben in Abhängigkeit der jeweiligen Verdünnung (auf die Darstellung der Ergebnisse für 1 %-ige Verdünnungen wurde verzichtet).



* Die Filtrierbarkeit der Proben wurde durch Porenweite meist nicht messbar beeinflusst. Eine Ausnahme stellten die Proben Tomatensaft und Gelber Senf dar, die bei einer Porenweite von 0,2 µm, im Vergleich zu 0,45 µm, mit einer höheren Verdünnung filtriert werden mussten (Tomatensaft: 75 %, Gelber Senf: 2 %).

Ergebnisse

Die Filtration der 14 untersuchten Lebensmittelproben ist prinzipiell mit allen drei Filtern möglich. Zum Teil müssen die Proben erheblich verdünnt werden, um eine filtrierbare Probe zu erhalten (Tabelle 1). Wie zu erwarten, lassen sich mit einer Porengröße von 0,45 µm Proben in gleicher oder höherer Konzentration filtrieren als mit einer Porengröße von 0,2 µm. Die Ausbeuten der mit Claristep® 0,45 µm noch filtrierbaren geringsten Verdünnungen sind mit denen des Spritzenvorsatzfilter 0,45 µm vergleichbar.

Mit dem Claristep® Filtrationssystem lassen sich auch unverdünnte, hochviskose Lebensmittelproben wie Tomatensaft problemlos und zuverlässig (Tabelle 1 und 2) filtrieren. Andere schwer filtrierbare Lebensmittelproben wie etwa Joghurt oder Honig müssen lediglich in geringem Maße verdünnt werden, um sie mit den Claristep® Filtereinheiten bearbeiten zu können. Während sich einige Proben zum Teil nur mit spürbar großer Mühe durch die Spritzenvorsatzfilter pressen lassen, ist die Klarfiltration mit Claristep® bei vergleichbarer Ausbeute ohne großen Kraftaufwand möglich. Die durchführenden Personen berichteten einheitlich von einer deutlichen Arbeitserleichterung und einer erheblichen Zeitersparnis durch den Einsatz des Claristep® Systems.

Tabelle 2: Viskositätsmessungen der Zielkonzentrationen. Untersucht wurden die Konzentrationen, die mit der Claristep® Station und den Claristep® Filtereinheiten 0,45 µm und 0,2 µm gerade noch filtrierbar sind (Zielkonzentrationen).

Probe	Viskosität [mPas]
Wasser	1
Gelber Senf*	6
100 % Pfirsich-Eistee	2
10 % Ketchup	8
100 % Tomatensaft*	15704
10 % Salatsoße	6
75 % Honig	42
5 % Aceto balsamico-Creme	8
75 % Joghurt (3,5% Fett)	10792
5 % Kondensmilch (10 % Fett)	5
50 % Erdbeerkonfitüre	17
5 % Majonäse	5
50 % Kokosnusswasser	8
5 % Schokomilch (3 % Fett)	5

* Filtration mit Claristep® (Porenweite 0,2 µm): Viskosität:
75 % Tomatensaft = 5301 mPas, 2 % Gelber Senf = 6 mPas.

Diskussion

In der Lebensmittelanalytik stellt die effiziente und zuverlässige Klarfiltration nach wie vor eine große Herausforderung dar. Dieser Schritt ist u.a. vor einer chromatographischen Analyse erforderlich, um die Qualität der Messergebnisse zu gewährleisten und um die sensiblen Analysengeräte zu schützen. Dieser Arbeitsschritt in der Laborroutine ist arbeitsintensiv, kann bei hohem Probenaufkommen für das Laborpersonal körperlich belastend sein und hat großen Einfluss auf die Effizienz der Laborarbeit.

Prinzipiell sind alle drei getesteten Filtertypen geeignet, um die untersuchten Lebensmittelproben für eine anschließende Analytik vorzubereiten. Wir konnten zeigen, dass sich mit dem Claristep® Filtrationssystem schnell und zuverlässig acht Lebensmittelproben gleichzeitig bearbeiten lassen. Im Vergleich zu Spritzenvorsatzfiltern lassen sich mit dem Claristep® System durchweg Proben in vergleichbaren Konzentrationen bei teilweise deutlich geringerer körperlicher Belastung filtrieren. Damit kann eine zu zusätzliche Verdünnung der Probe vermieden werden, was der Erreichung zufriedenstellender Bestimmungsgrenzen entgegenkommt.

Gerade partikelreiche oder hochviskose Suspensionen, wie sie in der Lebensmittelanalytik regelmäßig anfallen, machen eine schnelle und robuste Standardmethode für die Probenvorbereitung erforderlich. Mit diesem Anwendungsbericht zeigen wir, dass das Claristep® Filtrationssystem eine leistungsfähige und ergonomische Alternative zur gängigen Probenvorbereitung mit den Spritzenvorsatzfiltern darstellt. Das Verfahren kommt ohne den hohen apparativen Aufwand der Vakuum- oder Druckfiltration aus und ermöglicht die effiziente Laborarbeit auch bei hohem Probenaufkommen.

Fazit

Gerade bei hohem Probenaufkommen spart das Claristep® Filtrationssystem dem Anwender Zeit, Aufwand und Material. Das Multiplexing ermöglicht die Klarfiltration von acht Proben in einem einzigen Arbeitsschritt, wobei auch schwer zu filtrierende Proben und geringe Probenvolumina zuverlässig bearbeitet werden können. Zudem verhindert der Einsatz der Claristep® Station typische Belastungen der Hand, die infolge stereotypischer Bewegungsabläufe auftreten können.

Literatur

- Food Analysis by HPLC, Edited by Leo M.L. Nollet, Fidel Toldra, Third Edition CRC Press, 16.11.2012
- Gebrauchsanleitung Claristep®: Publication No.: SL-6207-p

Sartorius Lab Instruments
GmbH & Co. KG
Otto-Brenner-Strasse 20
37079 Goettingen, Germany
Phone +49.551.308.0
Fax +49.551.308.3289
www.sartorius.com

USA Toll-free +1.800.635.2906
UK +44.1372.737159
France +33.1.70.62.50.00
Italy +39.0362.5557.11
Spain +34.913.586.095
Russian Federation +7.812.327.53.27
Japan +81.3.3740.5408