

Bestimmung von Perchlorat in Frischgemüse und Frischobst mittels LC-MS/MS

Hintergrund

Über das EU-Schnellwarnsystem wurden im März 2013 nach Analysen des CVUA Stuttgart Warnungen vor Perchlorat-Rückständen in Tomaten und Grapefruit aus Spanien veröffentlicht.



Erste Ergebnisse deuteten auf die Anwendung von anorganischen Düngemitteln als möglichen Eintragspfad hin. Andere Kontaminationsquellen wie beispielsweise Desinfektionsmittel können zusätzlich eine Rolle spielen. Perchlorate werden weltweit eingesetzt.

Im Institut Kirchhoff Berlin wurden bereits mehrere Hundert Proben untersucht, bei ca. 20% der Proben war der Nachweis positiv, d. h., Gehalte $>0,01$ mg/kg wurden bestimmt. Die Gehalte schwankten von 0,01 mg/kg bis 3,6 mg/kg. Die Auslastung des ARfD-Wertes lag typischerweise unter 10%, bei 6% der Proben darüber. Häufig nachgewiesen werden konnte Perchlorat bei Kräutern, Bohnen, Tomaten, Gurken und Salat. Eine auffällige herkunftsbezogene Verteilung konnte hierbei nicht ermittelt werden.

Perchlorat ist nicht durch die Verordnung (EG) Nr. 396/2005 geregelt. Daher existiert für Perchlorat kein Rückstandshöchstgehalt. Das Bundesinstitut für Risikobewertung empfiehlt, als Grundlage zur Risikobewertung das EFSA-PRIMo-Modell zur Berechnung anzuwenden. Nach einer Risikobewertung des Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) gilt eine vorläufige maximale Aufnahmemenge von 0,01 mg/kg pro kg Körpergewicht und Tag.

Analytik

Das Institut Kirchhoff Berlin verfügt über umfangreiche Kompetenz und moderne apparative Ausstattung im Bereich Rückstandsanalytik.

Rückstände von Perchlorat in Frischgemüse und Frischobst lassen sich nicht mit der zur Bestimmung vieler Pflanzenschutzmittel-Wirkstoffe eingesetzten „QuEChERS“-Multimethode bestimmen. Zur Bestimmung von Perchlorat in Frischgemüse und Frischobst wurde daher eine vom CVUA Stuttgart (EU-Referenzlabor für Einzelmethoden in der Rückstandsanalytik) als Modul der QuPPE-Methode („Quick Method for the Analysis of Residues of numerous Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin involving Simultaneous Extraction with Methanol and LC-MS/MS Determination“) veröffentlichte Bestimmungsmethode etabliert. Das homogenisierte Probenmaterial wird mit einem isopenmarkierten internen Standard versetzt und mit angesäuertem Methanol extrahiert. Nach Auftrennung mittels HPLC an einer Spezialphase wird Perchlorat nach Elektrospray-Ionisation mittels Massenspektrometrie (MS/MS) anhand charakteristischer Zerfälle der Quasimolekülonen bestimmt. Die Quantifizierung erfolgt über den vor der Extraktion zugegebenen isopenmarkierten internen Standard.

Ansprechpartner:
Institut Kirchhoff Berlin GmbH
Dr. Holger Hübke
Tel.: +49 (0) 30 85 10 28-147
Mail: HOH@institut-kirchhoff.de