Positionspapiere - Informationen und Arbeitshilfen der Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“

der Lebensmittelchemischen Gesellschaft, Fachgruppe in der GDCh

K. Schöberl - *Stuttgart*, R. Habernegg - *Oberschleißheim*, P. Fecher - *Wiesenttal,* A.Stuckmann - *Berlin*

Motivation

Als Hilfestellung für eine qualifizierte und fehlerfreie Elementanalytik veröffentlicht die Arbeitsgruppe Positionspapiere zu aktuellen und grundsätzlichen Themen. Interessierte Kollegen erhalten so die Möglichkeit, an den Erfahrungen aus der Alltagspraxis der Arbeitsgruppenmitglieder teilzuhaben. Aktuell stehen Positionspapiere zu folgenden Themen auf der Homepage der Arbeitsgruppe bereit:

Angabe von Messunsicherheiten

Sn Pb Cu

Diese Angabe ist zur Beurteilung von Elementgehalten in Lebensmitteln notwendig. In der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 ist sie so geregelt:

- Im Tauglichkeitsansatz (Teil C des Anhangs) ist die maximale Standard-messunsicherheit Uf (in µg/kg) definiert.

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha\, C)^2}$$

- Durch Multiplikation mit 2 erhält man die erweiterte maximale Mess-unsicherheit – diese wird zur Entscheidung über eine Höchstmengenüber-schreitung verwendet.
- Die laboreigene Messunsicherheit muss immer zusätzlich berechnet werden. Diese muss kleiner sein, als der nach der VO Nr. 333/2007 berechnete Wert.

Durch die Verwendung des Tauglichkeitsansatzes wird die Beurteilung von Elementgehalten einheitlich und vergleichbar.

Berücksichtigung von Wiederfindungsraten

Die Korrektur von Ergebnissen um eine Wiederfindungs-rate ist bei der Bestimmung von Elementgesamtgehalten fachlich nicht sinnvoll, weil:

$$C = \cancel{Wf} * C_m$$

- das Analysenverfahren keinen Extraktionsschritt beinhaltet.
- die Elemente nach dem Aufschluss vollständig zur Messung zur Verfügung stehen.
- Minderbefunde in der Elementanalytik methodische Ursachen haben (Verflüchtigung, Absorption) und zudem nicht konstant sind.
- Überbefunde durch Kontaminationen hervorge-rufen werden und ebenfalls nicht konstant sind.

Beide Befunde sind zufällig und können nicht mit einem konstanten Faktor korrigiert werden

„Wiederfindung“ bedeutet eine systematische und konstante Ausbeute, wenn eine Extraktion durchgeführt wurde.

Für einen Aufschluss kann dieses Vorgehen nicht angewendet werden.

Methodenvalidierung bei NRKP-Proben

Cu Hg Cd

Für Proben, die im Rahmen des Nationalen Rückstandskontroll-planes (NRKP) untersucht werden, gibt es in 2002/657/EG Regeln für umfangreiche Validierungen. Diese müssen jedoch nicht durchgeführt werden, wenn andere Rechtsvorschriften speziellere Vorgaben festlegen.

Regelungen mit Vorgaben für die Elementanalytik sind, u.a.:

- VO (EG) Nr. 1881/2006 (Höchstgehalte für Pb, Cd, Hg, Sn ... in Lebensmitteln)
- VO (EG) Nr. 333/2007 (... Analysemethoden für die amtliche Kontrolle von Pb, Cd, Hg ... in Lebensmitteln)

- harmonisierte Methoden (CEN-, DIN-Normen und §64-Vorschriften) z.B.:

DIN EN 13804:2013-06 Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen - Allgemeines und spezielle Festlegungen

DIN EN 14083:2003-07 Bestimmung von Blei, Cadmium, Chrom und Molybdän mit Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS) nach Druckaufschluss

DIN EN 13806:2002-11 Bestimmung von Quecksilber mit Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)-Kaltdampftechnik nach Druckaufschluss

Probenvorbereitung von Lebensmitteln

Diese hat auch in der Elementanalytik eine große Bedeutung und wirkt sich direkt auf die Richtigkeit der Bestimmung aus.

- Fehler die hier passieren, lassen sich später, auch mit sehr aufwändigen und teuren Messtechniken, nicht mehr korrigieren.
- Der Anwender muss sich über die speziellen Vorgaben zur Probenvorbereitung für die Elementanalytik informieren und diese auch anwenden: z.B. Probe waschen, unreine oder verdorbene Stellen entfernen (küchenmäßige Vorbereitung).

- Die Laborprobe muss repräsentativ sein.
- Bei der Homogenisierung müssen Kontaminationen oder eine starke Erwärmung des Mahlguts vermeiden werden.

- Bei der Lagerung der Homogenate darf sich das Probenmaterial nicht verändern, z.B. keine Wasserverluste, keine Wasser-aufnahme, keine Kontaminationen durch das Lagergefäß, keine Absorptionen der Analyten am Lagergefäß.

Ein Grundlagenpapier, das die Anwendung von Aufschlussverfahren und deren Besonderheiten zum Thema hat, ist derzeit in Arbeit.

Weitere Informationen zur Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“ finden Sie hier: