

Berücksichtigung von Wiederfindungsraten bei Elementbestimmungen

Positionspapier der Arbeitsgruppe Elemente und Elementspezies

Stand: 15.08.2018

Die Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“ der Lebensmittelchemischen Gesellschaft der Gesellschaft Deutscher Chemiker sieht in der Sicherstellung der Qualität und Richtigkeit von Elementbestimmungen bei Lebensmitteln, kosmetischen Mitteln, Bedarfsgegenständen und Futtermitteln eine ihrer vorrangigen Aufgaben. Dazu gehört auch der korrekte Umgang mit Wiederfindungsraten.

Die Lebensmittelchemische Gesellschaft stellt fest, dass die Korrektur von Ergebnissen um die Wiederfindungsrate bei der Bestimmung von Elementgesamtgehalten fachlich nicht sinnvoll ist und deshalb nicht durchgeführt werden sollte.

Begründung:

In der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] wird im Anhang unter Teil B im Punkt D.1.2. „Berechnung der Wiederfindungsrate“ ausgeführt: „Wenn das Analyseverfahren keinen Extraktionsschritt beinhaltet (z.B. bei Metallen), kann das Ergebnis ohne Berichtigung um die Wiederfindungsrate angegeben werden, vorausgesetzt, es wird nachgewiesen – im Idealfall durch Verwendung von geeignetem zertifiziertem Referenzmaterial –, dass die zertifizierte Konzentration unter Berücksichtigung der Messunsicherheit erreicht wird (d.h. eine hohe Messgenauigkeit) [...]“. Diese Vorgehensweise wird von der Lebensmittelchemischen Gesellschaft grundsätzlich unterstützt.

Darüber hinaus werden von der Lebensmittelchemischen Gesellschaft folgende Punkte klargestellt:

Bei der Bestimmung von Elementen in Lebensmitteln wird die organische Matrix im Regelfall mit einem Aufschluss zerstört. Dadurch stehen die Elemente zur Messung vollständig zur Verfügung. Hier wird keine Extraktion durchgeführt, die einen Korrekturfaktor bei der Berechnung des Ergebnisses rechtfertigen würde. Über- oder Minderbefunde sind in der Elementanalytik bei Anwendung einer validierten Methode im Regelfall auf zufällige und nicht vollständig vermeidbare Fehler durch Verluste oder Kontaminationen zurückzuführen und können deshalb nicht mit konstanten Wiederfindungsfaktoren korrigiert werden.

Bei der Verwendung des Begriffes Wiederfindung wird von einer systematischen Abweichung durch Verluste während der Extraktion ausgegangen, jedoch nicht von einem zufällig auftretenden Fehler [2]. Auch die Europäische Kommission bezieht sich bei der Definition der Wiederfindung [3, Abschnitt 5] auf die Menge an Analyt, die anteilmäßig aus der Probe extrahiert wurde. Beide Aussagen treffen auf die Bestimmung von Gesamtelementgehalten in Lebensmitteln nicht zu, die Verwendung von Wiederfindungsfaktoren ist hier folglich nicht angebracht. Europäische Experten des CEN-Normungsgremiums TC 275/WG 10 „Elements and their chemical species“ teilen diese Auffassung, welche auch in der DIN EN 13804 [4] verankert ist. Die Lebensmittelchemische Gesellschaft würde es begrüßen, wenn diese Feststellung von den rechtsetzenden Gremien der EU über die bestehende Formulierung hinaus berücksichtigt werden würde.

Minderbefunde erfordern eine methodische Suche nach den Ursachen der Verluste, die z.B. durch Verflüchtigung, Adsorption oder Niederschläge entstehen können. Eine Korrektur über einen Wiederfindungsfaktor ist hier ein methodisch falsches Vorgehen, da diese Art von Minderbefunden nicht mit einem konstanten Faktor korrigiert werden kann.

Überbefunde sind häufig durch Kontaminationen verursacht. Diese sind zufälliger Art. Auch hier führt eine Korrektur mit einem konstanten Faktor generell zu falschen Ergebnissen. Die Verwendung hochreiner Reagenzien (für Spuren- oder Ultraspurenanalyse) und der Einsatz von Quarz- oder Fluorkunststoffgefäßen sind neben einer sauberen Laborluft geeignete Voraussetzungen, um Kontaminationen möglichst zu vermeiden.

Mehrfachbestimmungen vom Aufschluss an sind ein entscheidendes Mittel, zufällig auftretende Fehler zu erkennen und durch nachfolgende Analysen zu korrigieren.

Bei einer **speziesspezifischen Bestimmung**, z.B. von anorganischem Arsen [5, 6] oder Methylquecksilber [7] kann im Einzelfall eine Korrektur des Messergebnisses um die Wiederfindungsrate sinnvoll sein. Da für diese Art von Bestimmungen in der Regel eine Extraktion durchgeführt wird, ist die Wiederfindung grundsätzlich zu überprüfen, eine Korrektur kann aber nicht generell empfohlen werden.

Literatur:

- [1] Verordnung (EG) Nr. 333/2007 der Kommission vom 28.03.2007 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle des Gehalts an Spurenelementen und Prozesskontaminanten in Lebensmitteln (ABl. Nr. L 88 S. 29), zuletzt geändert am 15.04.2016 (ABl. Nr. L 101 S. 3)
- [2] Thompson, M.; Ellison, S. L. R. et al. „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement“ Pure Appl. Chem. Vol. 71, pp. 337-348 (1999)
- [3] European Commission: Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation, with particular reference to community legislation concerning - contaminants in food (...) - undesirable substances in feed (...); https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/safety/docs/cs_contaminants_sampling_analysisreport_2004_en.pdf, Aufruf vom 24.05.2018
- [4] DIN EN 13804 Lebensmittel - Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen - Allgemeines und spezielle Festlegungen; Deutsche Fassung EN 13804:2013
- [5] DIN EN 16802:2016 Bestimmung von anorganischem Arsen in Lebensmitteln marinen Ursprungs und pflanzlichen Lebensmitteln mit Anionenaustausch-HPLC-ICP-MS
- [6] DIN CEN/TS 16731:2014 Lebensmittel - Bestimmung von Hydrid-bildenden Arsenverbindungen in Reis nach Säureextraktion mit Atomabsorptionsspektrometrie (HydridAAS)
- [7] DIN EN 16801:2016 Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen – Bestimmung von Methylquecksilber in Lebensmitteln marinen Ursprungs mit Isotopenverdünnung GCICP-MS