

## Angabe von Messunsicherheiten im Rahmen der amtlichen Kontrolle von Elementgehalten in Lebensmitteln

Positionspapier der Arbeitsgruppe Elemente und Elementspezies

Stand: 11. April 2024

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 die korrekte Ermittlung und Angabe der erweiterten Messunsicherheit eines Ergebnisses.

Nach Anhang Teil D Abschnitt D.2.1 und D.2.2 der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] wird „die Partie oder Teilpartie akzeptiert, wenn das für die Laborprobe ermittelte Analyseergebnis den jeweiligen Höchstgehalt gemäß Verordnung (EU) 2023/915 [2] nicht überschreitet, wobei die erweiterte Messunsicherheit [...] zu berücksichtigen ist. Eine Partie oder Teilpartie wird zurückgewiesen, wenn das für die Laborprobe ermittelte Analyseergebnis zweifelsfrei ergibt, dass der jeweilige Höchstgehalt gemäß Verordnung (EU) 2023/915 [2] überschritten ist, wobei die erweiterte Messunsicherheit [...] zu berücksichtigen ist“.

Dies hat zur Folge, dass die Akzeptanz oder Ablehnung einer Partie, also die (Nicht)Verkehrsfähigkeit eines Lebensmittels, ganz entscheidend von der vom Labor zu einem Analyseergebnis angegebenen erweiterten Messunsicherheit abhängt.

**Im Rahmen der amtlichen Kontrolle wird deshalb ein einheitliches Vorgehen bei der Beurteilung von Analyseergebnissen in Bezug zu lebensmittelrechtlich festgelegten Höchstgehalten empfohlen.**

Im Anhang Teil C Abschnitt C.3.3.2. der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] wird die Berechnung der maximalen Standardmessunsicherheit  $U_f$  im Rahmen des „Tauglichkeits“-Ansatzes definiert:

$$U_f = \sqrt{(\text{LOD}/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

$U_f$	maximale Standardmessunsicherheit ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
LOD	Nachweisgrenze ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ); drei Zehntel der maximal zugelassenen Quantifizierungsgrenze (LOQ) nach Anhang Teil C Abschnitt C.3.3.1.a) der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1]
$\alpha$	konzentrationsabhängiger Faktor gemäß Anhang Teil C Abschnitt C.3.3.2. Tabelle 8 der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1]
C	In der Probe gemessene Konzentration ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

Die erweiterte Messunsicherheit  $U$  wird durch die Multiplikation der kombinierten Standardmessunsicherheit  $u$  mit dem Erweiterungsfaktor 2 berechnet:

$$U = 2 \cdot u$$

Wird für  $u$  die nach dem „Tauglichkeits“-Ansatz berechnete maximale Standardmessunsicherheit  $U_f$  in die Formel eingesetzt, wird die erweiterte maximale Messunsicherheit erhalten:

$$U_{\max} = 2 \cdot U_f$$

**Die nach diesem Verfahren berechnete erweiterte maximale Messunsicherheit  $U_{\max}$  sollte einheitlich bei der Beurteilung der Analyseergebnisse angewendet werden.**

Unabhängig von der mit den genannten Formeln berechneten erweiterten maximalen Messunsicherheit muss jedes Labor seine eigene erweiterte Messunsicherheit für die jeweilige Analysemethode ermitteln. Diese muss grundsätzlich kleiner als die über den „Tauglichkeits“-Ansatz errechnete erweiterte maximale Messunsicherheit sein, andernfalls ist die Analysemethode nicht geeignet.

**Es hat sich bewährt, diesen in der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] definierten „Tauglichkeits“-Ansatz nicht nur für die Überwachung von Höchstgehalten nach der VO (EU) 2023/915 [2] einzusetzen, sondern auch zur Ermittlung von erweiterten maximalen Messunsicherheiten bei der Überwachung von Höchstgehalten, die in anderen Verordnungen oder Richtlinien festgelegt sind.**

#### Begründung:

Die erweiterte Messunsicherheit ist ein Leistungskriterium für eine Analysemethode, welche die Summe der zufälligen und systematischen<sup>1</sup> Fehler beschreibt und als quantitativer Begriff für das Streuungsmaß gebraucht wird. Die erweiterte Messunsicherheit ist immer im Zusammenhang mit dem Analyseergebnis zu betrachten. Sie ist abhängig von der Untersuchungsmethode, der Matrix und dem Konzentrationsbereich. Die erweiterte Messunsicherheit ist geschätzt und grenzt einen Wertebereich um das Analyseergebnis ein, innerhalb dessen sich der „richtige“ Gehalt mit einer definierten Wahrscheinlichkeit befindet.

Nach der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] müssen für die amtliche Kontrolle taugliche Methoden Ergebnisse bringen, bei denen die Standardmessunsicherheit unter der maximalen Standardmessunsicherheit liegt, die nach der in Anhang Teil C Abschnitt C.3.3.2. („Tauglichkeits“-Ansatz) angegebenen Formel berechnet wird.

Die nach den oben genannten Formeln für die unterschiedlichen Konzentrationsbereiche berechneten erweiterten maximalen Messunsicherheiten erscheinen mit Blick auf verschiedene Ringversuchsauswertungen und langjährige Erfahrungen realistisch und praxisingerecht. Allerdings ist zu beachten, dass die Probenahme, die einen zusätzlichen bedeutenden Einfluss auf das Endergebnis haben kann, nicht Bestandteil der Berechnungen dieses Positionspapieres ist.

Durch eine einheitliche Vorgehensweise werden die für die Beurteilung angewendeten erweiterten Messunsicherheiten nicht zu niedrig eingeschätzt. Die Beurteilungspraxis in der amtlichen Überwachung wird damit vergleichbar. Die nach dem „Tauglichkeits“-Ansatz berechnete erweiterte maximale Messunsicherheit ist nicht als Gütekriterium für ein Labor zu interpretieren.

Die beschriebene Vorgehensweise ist in der chemischen Analytik nicht unüblich, denn auch in anderen Untersuchungsbereichen [4] werden einheitliche erweiterte Messunsicherheiten empfohlen bzw. angewendet:

Bei der Untersuchung von Pflanzenschutzmittelrückständen in Lebensmitteln wird einheitlich eine erweiterte Messunsicherheit von 50 % des festgestellten Rückstandsgehaltes angenommen. Diese 50 % wurden über die Auswertung einer großen Zahl EU-weiter Laborvergleichsuntersuchungen von Pestizidrückständen ermittelt (SANTE/11813/2017 [3]).

<sup>1</sup> *Der systematische Fehler setzt sich aus bekannten und unbekanntem Anteilen zusammen. Bekannte systematische Fehler sollten bereits bei der Methodenerarbeitung und -validierung erkannt und beseitigt werden.*

Beispiele für Cadmium in Schweineleber:

Konzentration C [µg/kg]	Faktor α	2 × Uf (= U <sub>max</sub> ) [µg/kg]	Ergebnis ± U <sub>max</sub> [mg/kg]	Höchstgehalt (HG) gemäß [2] [mg/kg]	Bewertung	Beurteilung amtliche Kontrolle
250	0,18	95	0,25 ± 0,10	0,50	sichere HG-Unter- schreitung	Leber verkehrs-fähig
370	0,18	137	0,37 ± 0,14	0,50	nicht sichere HG-Unter- schreitung	Leber verkehrs-fähig
510	0,15	156	0,51 ± 0,16	0,50	nicht sichere HG-Über- schreitung	Leber verkehrs-fähig mit Hinweis
706	0,15	214	0,71 ± 0,22	0,50	nicht sichere HG-Über- schreitung	Leber verkehrs-fähig mit Hinweis
750	0,15	227	0,75 ± 0,23	0,50	sichere HG-Über- schreitung	Leber nicht verkehrs-fähig

Die mindestens zu erreichende Nachweisgrenze (LOD) für diesen Höchstgehalt liegt bei 30 µg/kg.

Literatur:

- [1] Verordnung (EG) Nr. 333/2007 der Kommission vom 28.03.2007 zur Festlegung der Probenahme- und Analysemethoden für die Kontrolle des Gehalts an Spurenelementen und Prozesskontaminanten in Lebensmitteln (ABl. Nr. L 88, S. 29)
- [2] Verordnung (EU) 2023/915 der Kommission vom 25. April 2023 über Höchstgehalte für bestimmte Kontaminanten in Lebensmitteln und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 1881/2006 (ABl. L 119/103)
- [3] SANTE/11813/2017 Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed, implemented by 01/01/2018
- [4] Positionspapier zur Angabe und Anwendung der erweiterten Messunsicherheit - Fassung vom 25.04.2018 der Arbeitsgruppen Lebensmittelwirtschaft, Lebensmittelüberwachung, Qualitätsmanagement und Hygiene, Lebensmittellaboratorien, Elemente und Elementspezies sowie Pestizide der Lebensmittelchemischen Gesellschaft (LChG); Lebensmittelchemie 72, S. 109-111 (5/2018)