

Probenvorbereitung von Lebensmitteln für die Elementspurenanalytik

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. Die grundlegende Bedeutung einer fachgerechten Probenvorbereitung vor der eigentlichen Analyse der gewünschten Parameter wird in vielen Laboratorien unterschätzt.

Untersuchungen von Lebensmitteln auf Elemente werden u. a. durchgeführt, um

- mit diesen Daten die Verbrauchereexposition abzuschätzen,
- mit den Untersuchungsergebnissen Gefährdungspotenziale frühzeitig zu erkennen,
- daraus eine gesundheitliche Risikobewertung zu erstellen,
- neue oder geänderte Höchstgehalte und Grenzwerte festzulegen,
- die Einhaltung von Höchstgehalten oder Grenzwerten zu überprüfen.

Um diesen Ansprüchen gerecht zu werden, müssen aus Sicht der Lebensmittelchemischen Gesellschaft grundsätzlich alle Arbeitsschritte immer so durchgeführt werden, dass die Richtigkeit der Analyseergebnisse – auch wenn sie weit unter den Höchstgehalten oder Grenzwerten liegen - gewährleistet wird.

In der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] sind die Anforderungen an die Ausführung aller Arbeitsschritte vom Probenahmeverfahren bis zur Darstellung und Beurteilung der Untersuchungsergebnisse in einem Dokument festgelegt. Idealerweise sollten aus Sicht der Lebensmittelchemischen Gesellschaft alle Tätigkeiten in der Untersuchungsstelle von dem Elementanalytikteam durchgeführt werden, welches von dem für die Analyse und die Beurteilung verantwortlichen Sachverständigen geleitet wird. Leider ist dies oftmals nicht der Fall.

Fehler bei der Probenvorbereitung können mit keiner noch so empfindlichen und spezifischen Messtechnik ausgeglichen werden. Um Personalkosten zu sparen, wird die Bearbeitung von Proben in manchen Prüflaboratorien durch Zusammenlegung von Abläufen scheinbar optimiert. So werden mitunter alle angelieferten Proben unabhängig vom Untersuchungsziel an zentraler Stelle vorbereitet, nicht selten sogar von ungelernten Hilfskräften. Zur weiteren Bearbeitung kommen dann die Probenhomogenate in die jeweiligen speziellen Laborbereiche. Dort wissen die Analytiker meist nicht einmal, wie die Homogenate entstanden sind. Das richtige Analyseergebnis bleibt oft schon an dieser Stelle auf der Strecke.

Die in der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] festgelegten Anforderungen an die Probenvorbereitung sehen als wichtigstes Kriterium, dass eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination und ohne Verluste an den zu bestimmenden Elementen erhalten wird.

Angaben zur Probenvorbereitung vor der Untersuchung auf Elementspuren finden sich auch:

- in der DIN EN 13804 [2] bzw. in der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB (ASU L 00.00-19/E) [3];
- im jährlich neu herausgegebenen Handbuch Monitoring des Bundesamtes für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit [4];
- für spezielle Produktgruppen in eigenen Vorschriften, wie z. B. für Milch und Milchprodukte in einem genormten Leitfaden (DIN EN ISO 707 2009-01) [5].

Die geeignete Literatur zu kennen und sachkundig anzuwenden ist ein wichtiges Handwerkszeug für die Analytiker.

Spezielle Hinweise zur Durchführung der Probenvorbereitung

Im Folgenden sind einige wichtige Punkte zur Probenvorbereitung zusammengestellt:

1. Allgemeine Voraussetzungen

Bei der Untersuchung von Lebensmitteln auf Elementspuren werden nur die zum Verzehr bestimmten Anteile der Probe zur Analyse verwendet.

Frische Obst- und Gemüseproben werden vor dem Homogenisieren küchenmäßig vorbereitet, also gewaschen und zum Teil auch geschält, sowie grob zerkleinert. Durch diese Behandlung darf keine Kontamination der Probe mit den zu bestimmenden Elementen erfolgen. Beim Zerkleinern und Homogenisieren können übliche Küchengeräte zum Einsatz kommen, wenn die Gehalte an den zu bestimmenden Elementen in der Probe dadurch nicht beeinflusst werden. Wo immer möglich, sollten allerdings Messer aus z. B. Keramik oder Titan verwendet werden [6].

Alle Arbeitsschritte müssen in Räumlichkeiten durchgeführt werden, die Kontaminationen mit den zu bestimmenden Elementen möglichst ausschließen. Um einen unerwünschten Eintrag von Elementen durch die Labormitarbeiter zu vermeiden, sollten diese z. B. auch bei der Probenvorbereitung nicht mit frisch eingecremten Händen arbeiten und keinen Schmuck an Händen und Unterarmen tragen. Vorsicht ist beim Arbeiten mit Laborhandschuhen geboten, da diese mitunter die zu bestimmenden Elemente abgeben. In der Regel sind bei der küchentechnischen Vorbereitung von Lebensmitteln keine Handschuhe notwendig.

2. Herstellung einer Laborprobe

Zur Herstellung einer repräsentativen Laborprobe erfolgt vor der Homogenisierung gegebenenfalls eine repräsentative Teilung der Probe und anschließend die küchentechnische Vorbereitung. Bereits hier ist auf die Verwendung von möglichst inerten Materialien zu achten. Abhängig von dem Lebensmittel muss es z. B. von nicht essbaren Teilen befreit und gewaschen oder Lake abgetropft werden.

Vorgaben zur Vorbereitung verschiedener Probenarten sind in der Norm DIN EN 13804 bzw. in der ASU L 00.00 19/E [2, 3] enthalten.

3. Homogenisierung

Zum Homogenisieren der evtl. grob vorzerkleinerten Probe müssen geeignete Gerätschaften aus möglichst inerten Materialien verwendet werden. Abhängig vom Lebensmittel und seinen Eigenschaften (z. B. spröde, zäh, trocken), den enthaltenen Bestandteilen (z. B. Nüsse mit hohem Fettgehalt), der vorhandenen Menge und den zu bestimmenden Elementen müssen jeweils die geeigneten Homogenisierungsgeräte zum Einsatz kommen. Für die Vielfalt an Lebensmitteln wird eine große Auswahl an Geräten benötigt, die nicht nur im Laborfachhandel sondern oftmals auch über den Haushaltswarenbedarf erhältlich ist. Geräte aus Kunststoff, Glas oder Keramik sind dabei immer Geräten aus Edelstahl vorzuziehen. Allerdings lässt sich der Einsatz von Edelstahl nicht vermeiden, wenn anders keine ausreichende Homogenität erreicht werden kann. Werden in den Lebensmitteln nachfolgend Elemente bestimmt, die in den Gerätewerkstoffen enthalten sind, wie z. B. Chrom oder Nickel, sind die Ergebnisse sehr kritisch zu prüfen. Bei der Bewertung der Ergebnisse ist die in der Elementspurenanalytik ohnehin unerlässliche Doppelbestimmung (d. h. doppelte Aufarbeitung der Probe vom Aufschluss an) ein wichtiges Hilfsmittel. Stimmen die Ergebnisse der Doppelbestimmung im Rahmen der festgelegten Streuung überein, kann relativ sicher davon ausgegangen werden, dass keine Kontamination durch das Homogenisierungsgerät stattgefunden hat. Ein Abrieb von Messern oder Gefäßen erfolgt meist in Form kleiner Partikel und ist dadurch in der Regel nicht homogen im Mahlgut verteilt.

Bei tiefgefrorenen Lebensmitteln ist darauf zu achten, dass Flüssigkeitsverluste während des Auftauens vermieden werden. Bei der Homogenisierung harter, trockener oder halbtrockener Lebensmittel wird die Zugabe einer definierten Menge Reinstwasser empfohlen, um Elementverluste durch eine Erwärmung des Mahlgutes zu vermeiden (abhängig vom Lebensmittel wird auch ein „Einweichen“ empfohlen). Bei manchen Fragestellungen ist eine Zugabe von Wasser jedoch nicht möglich, in diesen Fällen muss unter Kühlung homogenisiert werden, denn eine übermäßige Erhitzung des Mahlgutes sollte vermieden werden. Als Beispiel ist hier die Bestimmung von anorganischem Arsen in Reis zu nennen.

4. Lagerung

Die Probenhomogenate werden in der Regel in Kunststoffgefäßen gelagert, die z. B. nach der Reinigung in der Spülmaschine mit verdünnter Salpetersäure behandelt und mit Wasser nachgespült und getrocknet wurden. Bei der Auswahl der Gefäße ist darauf zu achten, dass durch sie keine Kontamination des Homogenates erfolgt. Vor dem Einsatz der Gefäße wird die Prüfung auf eine mögliche Abgabe von Elementen unter den Lagerbedingungen empfohlen. Die Lagerung erfolgt bevorzugt dunkel, kühl oder tiefgefroren.

Achtung!

Die für die Probenvorbereitung von Lebensmitteln verwendeten Geräte und Einrichtungen sollten möglichst nicht für die Probenvorbereitung von Futtermitteln, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen verwendet werden, um Verunreinigungen und Kontaminationen durch die zum Teil sehr unterschiedlichen Elementgehalte sicher auszuschließen. Zur Probenvorbereitung dieser Produkte gibt es eigene, zum Teil sehr spezifische Vorschriften. Bei Futtermitteln ist z. B. der Leitfaden F0098 [7] zu beachten.

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] DIN EN 13804 Lebensmittel - Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen - Allgemeines und spezielle Festlegungen; Deutsche Fassung EN 13804:2013
- [3] Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen in Lebensmitteln Teil E: Allgemeines und spezielle Festlegungen Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00 19/E, Juni 2015
- [4] Handbuch Monitoring; Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL) online unter:
http://www.bvl.bund.de/SharedDocs/Downloads/01_Lebensmittel/01_Im_mon_dokumente/03_Monitoring_Handbuecher/
(Aufruf vom 02.04.2024)
- [5] DIN EN ISO 707: 2009-01 Milch und Milcherzeugnisse – Leitfaden zur Probenahme (ISO 707:2008)
- [6] Deutsche Lebensmittelrundschau Februar 2017: Bedeutung der Probenvorbereitung von Lebensmitteln, Seite 58 - 63, Behrs Verlag Hamburg
- [7] Leitfaden zur Probenvorbereitung von Futtermitteln. Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB F0098, April 2013