

Grenzen von Multielementmethoden bei der Elementspurenanalytik

K. Vietzke - Hamburg, T. Kapp - Berlin, T. A. Kemper - Friedrichsdorf, N. Prühs - Krefeld, K. Schöberl - Karlsruhe, L. Viehweger - Halle
§ 64 LFBG-Arbeitsgruppe „Elementanalytik“ | Arbeitsgruppe „Elemente und Elementspezies“

Wunsch für Lebensmittelanalytik

In einem Analysengang parallel alle Elemente mit nur einem Aufschlussverfahren und demselben Messverfahren (z. B. ICP-MS, ICP-OES) einfach, schnell, präzise und richtig quantifizieren.

Herausforderungen für die Umsetzung

- Unterschiedliches **Aufschlussverhalten** in Abhängigkeit von Säurekonzentration, -zusammensetzung und Aufschlussstemperatur
- **Stabilität** der Elemente in der Aufschlusslösung **durch Adsorption** an Wandungs- und Gefäßmaterialien (z. B. Hg, Sb, Ag)

Unterschiedliches Aufschlussverhalten

- Aufschluss nur mit HNO_3 (ASU L 00.00-19-1): nicht für alle Elemente geeignet
- HCl-Löslichkeiten: Abhängig von Chloridmenge und Lebensmittelmatrix (z. B. Ag, Fe, Sn)
- Al-Löslichkeit: Abhängig vom HNO_3 :Wasser-Verhältnis und Aufschlussstemperatur

HCl-Löslichkeit

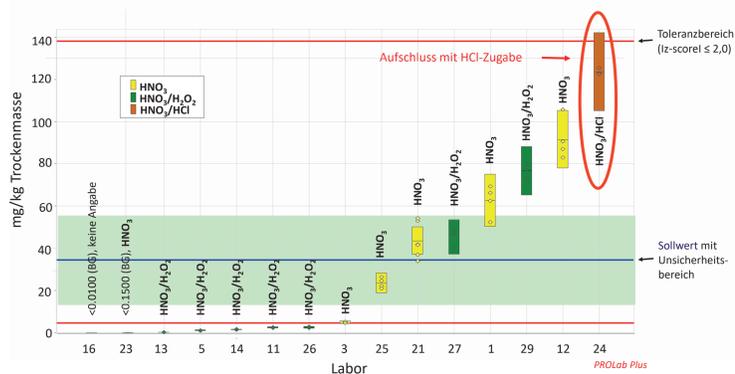


Abb. 1: Silbergehalte in Wildpilzen, aus Eignungsprüfung MN0319 „Elemente in Wildpilzen“, BVL 2019

Beobachtung

Bis auf Labor 24 haben alle Labore reine HNO_3 -Aufschlüsse gemäß ASU L 00.00-19-1 durchgeführt. Ist nur mit HCl-Zugabe der „richtige“ Gehalt bestimmbar?

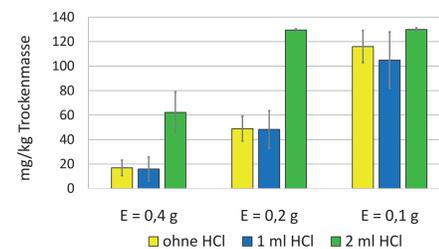


Abb. 2: Ergebnisse für die Silbergehalte in Wildpilzen unter Variation der Einwaage (E) und der Salzsäuremenge beim Aufschluss

Fazit

Sowohl die Variation der Einwaagen als auch der Salzsäuremenge zeigen einen Einfluss auf die Ag-Wiederfindung. Mit sinkender Einwaage und steigender HCl-Konzentration werden höhere Ag-Gehalte mit besserer Präzision gefunden. Vermutlich bilden sich bei HCl-Überschuss lösliche Komplexe.

Al-Löslichkeit

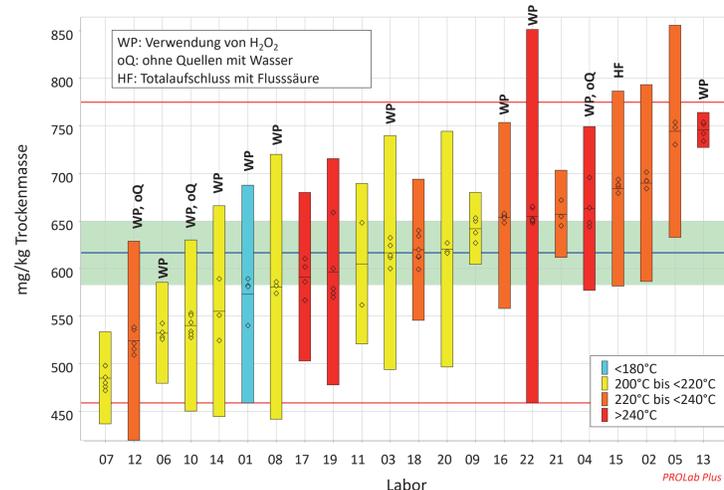


Abb. 3: Aluminiumgehalte in Petersilie, aus Eignungsprüfung MN1018 „Elemente in Petersilie“, BVL 2018

Beobachtung

Das Lösen von Aluminium aus oxid- und silikathaltigen Matrices kann Probleme bereiten, wenn auf Flusssäure verzichtet wird. Die Ergebnisse streuen auffällig stark. Aufschlussstemperaturen von $\leq 200^\circ\text{C}$ liefern Unterbefunde.

Fazit

Richtige Al-Befunde ergeben sich mit:

- Aufschlussstemperaturen $\geq 220^\circ\text{C}$
- Aufschlännen und 30 minütigem Quellen trockener Probenmatrices mit Wasser
- HNO_3 -Zugabe, so dass $\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3 = 1:1$
- Verzicht auf H_2O_2
- ▶ entspricht Aufschlussbedingungen der ASU L 00.00-157/ASU L 00.00-158

Beeinflussung der Stabilität durch Adsorption an Gefäßmaterialien

- Unterbefunde spezieller Elemente (z. B. Hg, Sb, Fe, Sn) durch **Adsorption** an Wandungen von Aufschlussgefäßen, Messröhrchen, Probeneinführungssystem (z. B. Schläuche)
- **Stabilisierung** durch HCl-Zugabe bzw. glatte Gefäßoberflächen (z. B. Quarz)

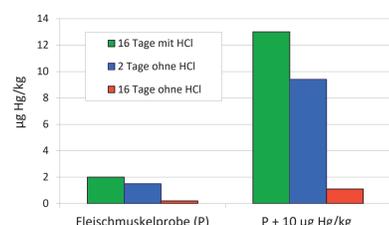


Abb. 4: Lagerung von Hg-haltigen Aufschlusslösungen, in Abhängigkeit von der HCl-Menge; NRL-Fachtagung 2012

Zusammenfassung

- Den **unterschiedlichen chemischen Anforderungen** der einzelnen Elemente sowie den matrixbezogenen Unterschieden hinsichtlich unterschiedlicher Konzentrationsbereiche **kann oft mit nur einer „Multimethode“ kaum Rechnung getragen werden.**
- Einsatz mehrerer Multimethoden unter **Verwendung modifizierter Aufschlussbedingungen**, die unterschiedliche Aspekte abdecken können, ist eher möglich.
- **Erweiterung der amtlichen Sammlung** von Untersuchungsverfahren, z. B. Entwicklung einer weiteren **Multimethode ICP-MS in Lebensmitteln mit HCl-Zusatz** beim Aufschluss.