

Streuung von Analyseergebnissen bei der Elementanalytik in Lebensmitteln

N. Prühs (Krefeld), R. Lohmayer (Kulmbach), B. May (Geisenheim), S. Pieper (Berlin),
K. Schöberl (Karlsruhe), L. Viehweger (Halle)

In der Elementanalytik begegnen einem hin und wieder schwankende Analysewerte, selbst wenn durch mitgeführte Blindwerte und Referenzmaterialien Streuungen durch z.B. Kontaminationen oder Elementverluste bereits ausgeschlossen werden konnten.

Welche Ursachen können derartige Schwankungen haben? Ist eine unzureichende Homogenisierung der Ursprung des Problems? Wie geht man mit stark streuenden Einzelbestimmungen um und wann sollte kein Mittelwert gezogen werden?

Keine Frage, die Lösungsansätze bei derartigen Problemstellungen sind so verschieden, wie die Lebensmittel selbst und müssen individuell betrachtet werden. Folgende Beispiele sollen bei der Interpretation solcher Fälle helfen.

Inhomogenitäten kommen prinzipiell bei allen Lebensmitteln vor, deshalb müssen diese immer gründlich homogenisiert werden

⇒ Auch wenn die Probe sichtbar homogen erscheint: Aufrühren reicht nicht aus!



Abb. 1: Schematische Darstellung von Pulverentmischungen bei Nahrungsergänzungsmitteln

Beispiele für inhomogene Verteilung der Elemente im Lebensmittel

Problem	Beispiele	Mögliche Maßnahmen
Pulverentmischung bei vermeintlich homogen wirkenden Proben	Nahrungsergänzungsmittel, Säuglingsnahrung	Sehr sorgfältige Homogenisierung, z.B. Vermahlen bis zur „Puderzucker-Konsistenz“
Natürlich vorliegende ungleichmäßige Verteilung in der Matrix	Nieren: Elemente (z.B. Cd) sind nicht gleichmäßig im essbaren Anteil der Niere verteilt	Es muss der gesamte essbare Anteil der Niere homogenisiert werden (nach Entfernen von Fett und Harnleiter)
Inhomogene, partikuläre Verteilung, lässt sich nur unzureichend homogenisieren	a) Fleischerzeugnisse mit Anteilen an Separatorenfleisch b) Wildfleisch mit nicht sichtbaren Resten an bleihaltiger Munition	a) Anzahl der Aufschlüsse erhöhen, Einwaage erhöhen b) Anzahl der Aufschlüsse erhöhen, ggf. keine Mittelwertbildung!

Calcium aus Knochenpartikeln in Separatorenfleisch:

Variante 1: 8 Aufschlüsse mit einer Einwaage von 0,5 g

Calcium [mg/kg]			
49,1	51,4	52,4	40,2
40,9	42,4	62,2	50,0

Mittelwert: 48,6 mg/kg

Standardabweichung: 7,35 mg/kg

Variante 2: 2 Aufschlüsse mit erhöhter Einwaage von 2,5 g

Calcium [mg/kg]	
48,3	48,5

Mittelwert 48,4 mg/kg

Standardabweichung 0,14 mg/kg

Mit beiden Varianten lassen sich hier trotz einer unvermeidbaren Materialinhomogenität akzeptable Analyseergebnisse erzielen.

⇒ **Beurteilung möglich**

Abb. 2: Schematische Darstellung von (in-)homogen verteilten Knochenpartikeln bei Separatorenfleisch (weiße Punkte)



Starke Streuung von Bleigehalten in Wildschweinfleisch mit nicht sichtbaren Resten an Munition:

	Blei [mg/kg]
1. Aufschluss	0,41
2. Aufschluss	4,31
3. Aufschluss	0,52
4. Aufschluss	1,21

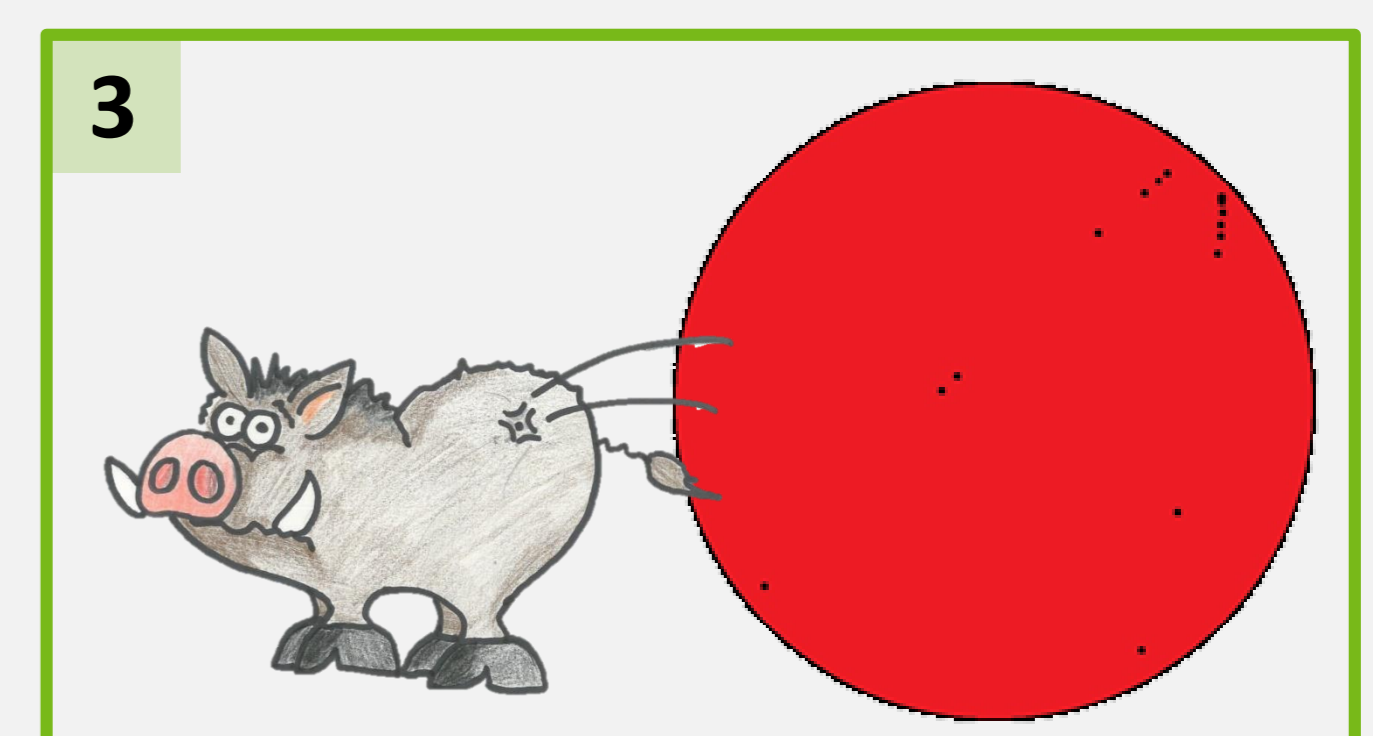
Mittelwert: 1,61 mg/kg

Standardabweichung: 1,83 mg/kg

Mittelwertbildung führt zu keinem Analyseergebnis, das den Zustand der Probe zutreffend widerspiegelt.

⇒ **Aufgrund der hohen Standardabweichung ist eine Beurteilung mit den Einzelwerten als nicht sicheres Lebensmittel zu prüfen.**

Abb. 3: Schematische Darstellung von inhomogen verteilter Kontamination durch Deformationsgeschoss (schwarze Punkte)



Auf den Punkt gebracht:

Lebensmittel, in denen die Elemente nicht homogen verteilt sind oder in unterschiedlichen Bindungsformen vorliegen, erfordern eine spezielle Bearbeitung. Bei der Untersuchung solcher Lebensmittel können Streuungen von Analyseergebnissen, aber auch Über- oder Minderbefunde auftreten. Diese haben letztlich einen erheblichen Einfluss auf die rechtliche Bewertung der Ergebnisse.