

Angabe von Messergebnissen unterhalb der Berichtsgrenze

Positionspapier der Arbeitsgruppe Pestizide

Stand: Februar 2022

Einleitung

Das vorliegende Positionspapier befasst sich mit der Angabe von Wirkstoffbefunden unterhalb der Berichtsgrenze (reporting limit, RL, entspricht der validierten Bestimmungsgrenze) in einem akkreditierungskonformen Prüfbericht. Die Übertragung der Gültigkeit der Vorgaben für die Berichterstellung aus dem SANTE-Leitfaden [1] auch für nichtamtliche Laboratorien (Handelslaboratorien) im Rahmen von Akkreditierungsverfahren nach DIN EN ISO/IEC 17025 [2] wurde durch den Beschluss des Sektorkomitees 'Gesundheitlicher Verbraucherschutz' der DAkkS [3] vorgegeben.

Handelslaboratorien müssen häufig neben der rechtlichen Bewertung nach der VO(EG) Nr. 396/2005 [4] spezielle Kundenspezifikationen (Sekundärstandards) in Form einer zusätzlichen Konformitätsbewertung im Prüfbericht berücksichtigen. Hier kann es für den Kunden auch von Bedeutung sein, ob ein Stoff nachgewiesen wird. Die Angabe „< RL“ im Bericht ist für diese Forderung dann nicht eindeutig. Eine detailgenaue Angabe der Befunde ist für Proben aus dem ökologischen Anbau besonders wichtig, da die Tragweite von Fehlentscheidungen bei solchen Produkten besonders hoch ist.

Im Folgenden werden das Risiko möglicher Fehlentscheidungen und der Einfluss der erweiterten Messunsicherheit auf die Konformitätsaussage dargestellt.

Risiko statistischer Fehlentscheidungen

Nullhypothese H_0 :

Erzeugnis enthält keine Wirkstoffe mit Gehalten über der maßgeblichen Spezifikation

Folge: Erzeugnis verkehrsfähig / geeignet für Auftraggeber

Alternativhypothese H_A :

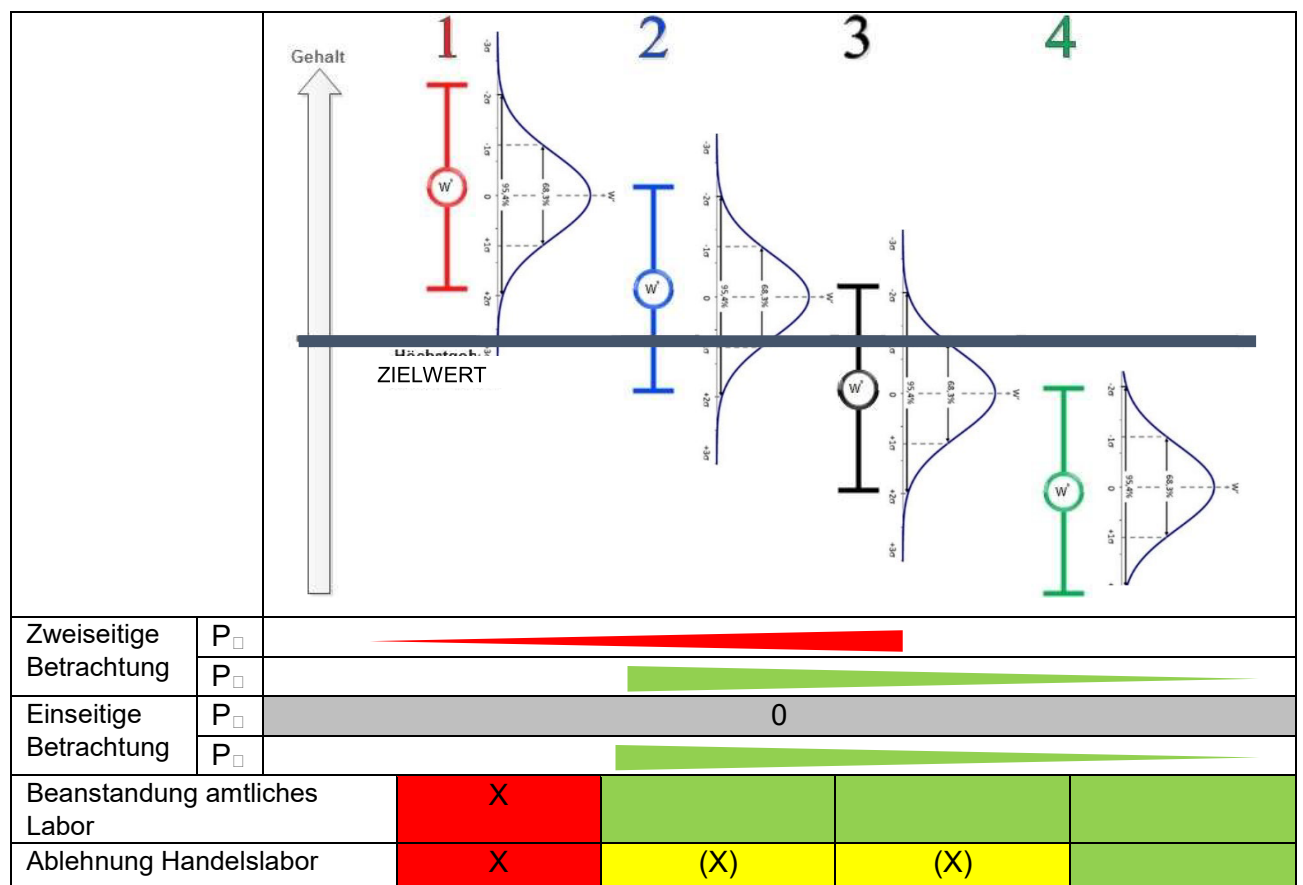
Erzeugnis enthält Pflanzenschutzmittelrückstände mit Gehalten über der maßgeblichen Spezifikation

Folge: Ablehnung des Erzeugnisses / Erzeugnis (ggf.) nicht verkehrsfähig

	α -Fehler	β -Fehler
Definition	H_0 wird zurückgewiesen, obwohl H_0 wahr ist	H_0 wird angenommen, obwohl H_A wahr ist
Laborergebnis	fehlerhaft zu hoch / Überbefund	fehlerhaft zu niedrig / Unterbefund

Folge	Erzeugnis wird zurückgewiesen oder als nicht verkehrsfähig beurteilt, obwohl die Spezifikation eingehalten ist.	Erzeugnis wird angenommen und als verkehrsfähig beurteilt, obwohl die Spezifikation nicht eingehalten ist.
Schaden	wirtschaftlicher Schaden wahrscheinlich	wirtschaftlicher und gesundheitlicher Schaden möglich
Mögliche Folgen für amtliche Labore	ggf. Regressforderungen	Vertrauensverlust in Überwachung und Verbraucherschutz
Mögliche Folgen für Handelslabore	Regressforderungen und Verlust von Kunden können ggf. Existenz gefährden	Vertrauensverlust in die analytischen Dienstleistungen und ggf. wirtschaftliche Konsequenzen

Einfluss der Messunsicherheit auf die Konformitätsaussage
 (neues Element in DIN EN ISO/IEC 17025 [3])



- Amtliches Labor: → Prüfung auf Verkehrsfähigkeit durch einseitige Anwendung der erweiterten Messunsicherheit 0 50 % (k=2)
- Methode „fit for purpose“ gemäß SANTE-Leitfaden [1]: RL < RHG (Besonderheiten: *Rückstandshöchstgehalt und Auffangwert)
- Handelslabor: → Bewertung der Verkehrsfähigkeit analog amtlichen Laboratorien
- ggf. zusätzliche Aussagen zu Kundenspezifikationen erforderlich

Ergebnisdarstellung im Prüfbericht

Die Anforderung an einen Prüfbericht ist die klare und unmissverständliche Abbildung der Ergebnisse. Der SANTE-Leitfaden [1] enthält in E2 bei quantitativen Bestimmungen die Vorgabe, dass Rückstände einzelner Analyten unterhalb der Berichtsgrenze (RL-Grenze) als „< RL mg/kg“ darzustellen sind. Um Missverständnissen bezüglich der Interpretation dieser Angabe vorzubeugen, können zusätzliche Erläuterungen notwendig sein. Im Fall sicher detektierter, jedoch unterhalb der Berichtsgrenze liegender Rückstandskonzentrationen, ist die Anmerkung empfehlenswert, dass solche Rückstände qualitativ verlässlich nachgewiesen wurden, jedoch quantitativ unterhalb der Berichtsgrenze liegen.

Sind dagegen keine Rückstände verlässlich nach [1] detektiert, kann die Angabe im Prüfbericht „< RL mg/kg“ für Adressaten ohne entsprechenden fachlichen Hintergrund irreführend sein. In einem solchen Fall sollte die Erläuterung, dass ein Rückstand nicht sicher nachweisbar ist, Klarheit schaffen.

Beispiele für Angaben im Prüfbericht

Fall	Beschreibung	Angabe im Prüfbericht	Beispiel
1	Messwert liegt oberhalb der Berichtsgrenze (RL)	Messwert ± erweiterte MU*	0,21 ± 0,11 mg/kg
2	Analyt ist nachweisbar, der Messwert liegt unterhalb der Berichtsgrenze (RL)	< RL (nachweisbar)	< 0,01 mg/kg (nachweisbar)
3	Analyt ist nicht nachweisbar	< RL (nicht nachweisbar)	< 0,01 mg/kg (n. n.)

* MU Messunsicherheit

Für die Angabe nach Fall 2 muss nachvollziehbar sein, dass der entsprechende Analyt sicher identifiziert wurde. Hierfür sind die Anforderungen des SANTE-Leitfadens Tabelle 3 [1] heranzuziehen.

Fazit

Der SANTE-Leitfaden [1] stellt die Anforderungen an die Validierung und analytische Qualitätskontrolle für Methoden zur amtlichen Untersuchung von Lebensmitteln und Futtermitteln

auf Pflanzenschutzmittelrückstände in der EU zusammen. Ein harmonisiertes Berichtswesen ist für diese Untersuchungen im Sinne des einheitlichen Verwaltungshandelns anzustreben.

Mit Blick auf die unterschiedlichen Adressatenkreise für Prüfberichte von amtlichen und nichtamtlichen Laboratorien sollte eine den Leitfaden ergänzende Ergebnisdarstellung für Handelslaboratorien ermöglicht werden, die spezifische Absprachen mit Kunden erlauben, ohne dass von dem SANTE-Leitfaden [1] abgewichen wird. Dazu sollte die Gültigkeit des Leitfadens im Rahmen des Akkreditierungsverfahrens auf die technischen Forderungen begrenzt sowie die Anforderungen an die Prüfberichte auf die Normforderungen (Normpunkt 7.8) [3] abgestellt werden. Eine einfache Darstellung nach SANTE [1] („< RL“ ohne zusätzliche Angaben) ist nach wie vor zulässig.

Literatur

[1] SANTE/11312/2021: Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed Implemented by 01/01/2022

[2] DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2017)

[3] revidierte Beschluss Nr. 01-/2018 (18.03.2018) - Beschlüsse im Fachbereich der DAkkS – Gesundheitlicher Verbraucherschutz SD 71 4 036 Revision 1.6 vom 04.09.2019 (DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle)

[4] Verordnung (EG) Nr. 396/2005 des Europäischen Parlament und des Rates vom 23. Februar 2005 über Höchstgehalte an Pestizidrückständen in Lebens- und Futtermitteln pflanzlichen und tierischen Ursprungs und zur Änderung der Richtlinie 91/414/EWG, zuletzt geändert 17. September 2021