

## Aus den Arbeitsgruppen

---

### **Grundlagenpapier: Probenaufarbeitung von Lebensmitteln für die Elementspurenanalytik**

**K.Schöberl<sup>1</sup>, G. Ruhnke<sup>2</sup>, R. Habernegg<sup>3</sup>, S. Pieper<sup>4</sup>, F. Stückrath<sup>5</sup>, G. Ilgen<sup>6</sup>, P. Fecher<sup>7</sup>**

<sup>1</sup>Ostfildern; <sup>2</sup>Harthausen; <sup>3</sup>Oberschleißheim; <sup>4</sup>Berlin; <sup>5</sup>Erlangen; <sup>6</sup>Bad Berneck; <sup>7</sup>Wiesenttal

Bei der Analytik von chemischen Elementen ist die Probenaufarbeitung im Anschluss an die Probenvorbereitung ein weiterer wichtiger Arbeitsschritt, der die Qualität und

Richtigkeit von Ergebnissen beeinflusst. Der vorliegende Beitrag soll die Relevanz dieses Verfahrensschrittes aufzeigen und befasst sich daher speziell mit der Probenaufarbeitung, insbesondere dem Aufschluss von Lebensmitteln für nachfolgende Elementspurenbestimmungen und gibt praktische Tipps sowie Hilfestellungen dazu.

Lebensmittelproben werden auf Elementspuren untersucht, um anhand der Untersuchungsergebnisse – die Einhaltung von festgelegten Höchstgehalten zu über-

- prüfen,
- eventuelle Gefährdungspotenziale frühzeitig zu erkennen,
- die Verbraucherexposition abzuschätzen,
- das gesundheitliche Risiko zu bewerten,
- neue Höchstgehalte festzulegen oder bestehende Höchstgehalte anzupassen.

Um diesen Ansprüchen gerecht zu werden, müssen alle Arbeitsschritte immer so durchgeführt werden, dass die Richtigkeit der Analysenergebnisse – auch wenn diese weit unter den Höchstgehalten liegen – gewährleistet wird.

Eine Lebensmittelprobe durchläuft auf ihrem Weg von der Entnahme bis zum Versand des Prüfberichtes viele Stationen. Am Anfang stehen die Probenahme, der Transport und nach dem Eingang in der Untersuchungsstelle die Beschreibung der Probe, die Probenvorbereitung und die Probenlagerung. Im Rahmen der Probenaufarbeitung folgt der Aufschluss oder bei der Speziesanalytik eine Extraktion. Anschließend werden die Elemente bestimmt, die Ergebnisse bewertet und die Probe beurteilt.

Die Richtigkeit eines Untersuchungsergebnisses wird entscheidend von der Qualität jedes einzelnen Arbeitsschrittes bestimmt. In der Verordnung (EG) Nr. 333/2007 [1] sind die Anforderungen an alle Arbeitsschritte vom Probenahmeverfahren bis zur Darstellung und Beurteilung der Untersuchungsergebnisse in einem Dokument festgelegt. Konsequenterweise müssen alle Tätigkeiten in der Untersuchungsstelle vom Elementanalytikteam durchgeführt werden, das von dem für diese Tätigkeiten (Probenvorbereitung, Probenaufarbeitung, Elementbestimmungen, Bewertung und Beurteilung) verantwortlichen Sachverständigen geleitet wird. Bedauerlicherweise ist dies oftmals nicht der Fall.

Fehler bei der Probenvorbereitung [2] und der sich anschließenden Probenaufarbeitung können mit keiner noch so empfindlichen und spezifischen Messtechnik nachträglich korrigiert werden. Wie wenig Bedeutung der Probenvorbereitung und der Probenaufarbeitung beigemessen wird, zeigen auch die Prüfberichte, in denen selten eine Angabe zu diesen beiden Arbeitsschritten zu finden ist. In den meisten Fällen werden nur die Elementbestimmungsmethoden angegeben.

### **Spezielle Hinweise für die Durchführung von Druckaufschlüssen**

In der Regel wird bei der Probenaufarbeitung von Lebensmitteln der Druckaufschluss eingesetzt, wenn anschließend die Gesamtgehalte der Elemente zu bestimmen sind. Im Folgenden sind einige wichtige Punkte für die Durchführung von Druckaufschlüssen zusammengestellt [3, 4].

#### *Allgemeine Voraussetzungen*

Die meisten Elementbestimmungsverfahren verlangen, dass die zu untersuchende Probe vollständig gelöst ist. Deshalb müssen durch den Aufschluss der Probe die anorganischen Bestandteile möglichst vollständig in Lösung gebracht und die organischen Stoffe vollständig zerstört werden. Dies geschieht bevorzugt auf oxidativem Weg in einem geschlossenen System durch einen Druckaufschluss bei hoher Temperatur. Die Aufschlusslösung muss

alle zu bestimmenden Elemente in unveränderter Menge enthalten. Für den Druckaufschluss stehen unterschiedliche Techniken zur Verfügung. Bei der Auswahl des Aufschlussverfahrens sind folgende Gesichtspunkte von besonderer Bedeutung:

- Art der Probenmatrix
- Vollständigkeit des Aufschlusses (u. a. Temperatur, Haltezeit)
- Höhe der Einwaage, Volumen der Aufschlusslösung
- Vermeidung von Kontaminationen mit den zu bestimmenden Elementen
- Vermeidung von Elementverlusten durch Verflüchtigung oder Adsorption an der Gefäßwand
- Richtigkeit und Präzision

#### *Druckaufschlussapparatur*

Es stehen folgende Aufschlussysteme zur Verfügung:

- Druckaufschlussapparatur mit konventioneller Beheizung: Solche Apparaturen arbeiten mit oder ohne äußeren Autoklavendruck und sind für unterschiedliche Arbeitsdrücke ausgelegt.
- Druckaufschlussapparatur mit mikrowellenunterstützter Beheizung: Beim Einsatz dieser Geräte muss darauf geachtet werden, dass die Temperatur in der Aufschlusslösung gemessen werden kann.
- Druckaufschlussapparatur mit mikrowellenbeheiztem Autoklaven: Bei diesen Apparaturen wird die Mikrowellenenergie in eine Absorptionsflüssigkeit im Autoklaven eingekoppelt und darüber die Aufschlussgefäße erhitzt.

Es werden geschlossene Aufschlussysteme empfohlen, die kein planmäßiges Druckablassen aus den Gefäßen während des Aufschlusses vorsehen. Halbgeschlossene Systeme arbeiten mit niedrigem Arbeitsdruck und regulieren den entstehenden Druck im Aufschlussgefäß durch beabsichtigtes Öffnen des Deckels, wodurch Verluste möglich sind.

Die Aufschlussgefäße sollen generell aus säurefestem, kontaminationsarmem Material bestehen, vorzugsweise aus Quarzglas oder Fluorkunststoff. Für die Bestimmung von Quecksilber und anderen Elementen, die leicht an rauen Oberflächen adsorbieren (z. B. Antimon) wird Quarzglas empfohlen.

Bei allen Aufschlussystemen muss während des gesamten Aufschlussvorgangs durch entsprechende Sicherheitseinrichtungen ein gefahrloser Betrieb sichergestellt werden.

#### *Probeneinwaage*

Es sollte grundsätzlich eine Doppelbestimmung durchgeführt werden, d. h. doppelte Aufarbeitung vom Aufschluss an. Die bereits homogenisierten Proben werden vor der Einwaage nochmals gut durchmischt (Schütteln, Umrühren mit Glasstab oder Kunststoffspatel) und danach direkt in das erste Aufschlussgefäß für die jeweilige Probe eingewogen. Vor der Einwaage in das zweite Aufschlussgefäß zu jeder Probe muss die Probe erneut gut durchmischt werden. Dies ist insbesondere wichtig bei Proben, die zur Entmischung neigen, z. B. Gemüse, Obst und Säfte.

Innerhalb einer Aufschlussreihe sind jeweils Aufschlussgefäße für mindestens einen Blindwert und mindestens

eine Kontrollprobe bereitzuhalten. In diese Gefäße ist Wasser bzw. geeignetes Referenzmaterial einzuwiegen.

Die Probeneinwaage ist dem Fassungsvermögen des Aufschlussgefäßes und dem maximal zulässigen Druckanstieg des Gerätes anzupassen. Der sich bildende Druck ist abhängig vom Kohlenstoffgehalt der Probe. Pulverförmige Proben werden vor der Zugabe von Säure mit Wasser versetzt, intensiv gemischt und quellen gelassen, damit die Probe gut aufgeschlämmt ist. Es ist darauf zu achten, dass beim Vermischen keine Verluste durch Verspritzen auftreten und die Aufschlussgefäße nicht beschädigt werden. Bei alkoholhaltigen Proben, zum Beispiel Spirituosen, ist es aus Sicherheitsgründen (Druckentwicklung) zwingend notwendig den Alkohol nach Einwiegen der Probe in das Aufschlussgefäß durch vorsichtiges Erwärmen vollständig zu entfernen (z. B. im Trockenschrank oder im Ultraschallbad), bevor die Säure zugegeben wird. Hierbei ist sicherzustellen, dass keine Verluste an den zu bestimmenden Elementen auftreten.

#### *Zugabe von Säuren*

Zum Aufschluss wird das eingewogene Probenmaterial mit Salpetersäure versetzt. Eine zusätzliche Zugabe von Wasserstoffperoxid verringert die Bildung von nitrosen Gasen und sorgt durch die Gasentwicklung für eine gute Benetzung und Durchmischung der Probe mit Säure. Zur Bestimmung von Aluminium darf Wasserstoffperoxid nicht verwendet werden [5, 6].

Die zum Aufschluss erforderliche Säuremenge ist von der Art und Menge des Probenmaterials abhängig. Für Proben mit hohem Kohlenstoffanteil kann es erforderlich sein, eine größere Menge an Säure einzusetzen und/oder die Einwaage zu reduzieren. Die Probe wird nach der Säurezugabe intensiv gemischt. Es muss darauf geachtet werden, dass keine verklumpten Probenbestandteile an der Wand des Aufschlussgefäßes anhaften und die Probe vollständig mit Säure bedeckt ist. Es wird empfohlen, nach der Säurezugabe das Aufschlussgefäß über eine oder mehrere Stunden (gegebenenfalls auch über Nacht) bei Raumtemperatur offen und nur lose abgedeckt stehen zu lassen, um erste spontane Reaktionen abklingen zu lassen.

Bei der Bestimmung von Elementen wie Antimon, Eisen, Zinn ist zur vollständigen Lösung und zur Stabilisierung eine zusätzliche Zugabe von Salzsäure notwendig. Die Zugabe der Salzsäure muss unmittelbar vor dem Verschließen der Gefäße erfolgen, damit das entstehende Chlorgas während des Aufschlusses für die Reaktion zur Verfügung steht.

In Sonderfällen kann ein Zusatz von Flusssäure notwendig sein, um die Bildung unlöslicher Rückstände von z. B. silikat- oder titandioxidhaltigen Verbindungen zu verhindern oder wenn Titan bestimmt werden soll. In solchen Fällen dürfen nur Aufschlussgefäße aus Fluorkunststoffen verwendet werden, da Quarzglas bei Kontakt mit Flusssäure irreversibel geschädigt wird. Außerdem sind bei der Verwendung von Flusssäure die einschlägigen Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Perchlorsäure darf bei Druckaufschlüssen keinesfalls zum Einsatz kommen, auch nicht in geringer Menge.

Nach Zugabe aller Reagenzien sollten alle Aufschlussgefäße etwa gleich hoch befüllt sein.

#### *Aufschlusstemperatur und Aufschlusszeit*

Für den Aufschluss der Probe wird an der jeweiligen Druckaufschlussapparatur ein entsprechendes Temperatur-/Druck-Programm erstellt. Es sollte eine dem Reaktionsverhalten der Probe angepasste, langsame Aufheizrate gewählt werden.

Die Aufschlusstemperatur ist ein wichtiger Parameter, um die organische Substanz möglichst vollständig zu zerstören. Dabei sollte die Endtemperatur von mindestens 180 °C für mindestens 20 min im Mikrowellensystem oder für mindestens 90 min bei konventioneller Beheizung gehalten werden. Temperaturen über 200 °C liefern generell vollständigere Aufschlüsse und sorgen für weniger Störungen bei der nachfolgenden Messung. Die Nichteinhaltung der hier angegebenen Mindest-Aufschlusstemperatur und der Mindest-Haltezeiten führt zu schlechteren Aufschlussqualitäten und damit zu Störungen bei der Messung, die auch mit modernen Störungskorrekturen nicht beseitigt werden können.

Bei der Bestimmung von Aluminiumgehalten über 200 mg/kg im Lebensmittel kann eine Aufschlusstemperatur über 220 °C notwendig sein, um Aluminium möglichst vollständig in Lösung zu bringen [5, 6].

Werden organische Arsenverbindungen im Lebensmittel erwartet, kann eine Aufschlusstemperatur von 300–320 °C notwendig sein, wenn für die nachfolgende Arsenbestimmung die Hydrid-AAS eingesetzt wird [7]. Eine Zugabe von Salzsäure zusätzlich zur Salpetersäure unterstützt bei diesem Aufschluss die Zerstörung der organischen Arsenverbindungen. Für die nachfolgende Bestimmung von Selen mit Hydrid-AAS sollte eine Aufschlusstemperatur von 280 °C nicht überschritten werden [8].

#### *Behandlung und Lagerung der Aufschlusslösung*

Nach dem Aufschluss müssen die Druckgefäße auf Raumtemperatur abkühlen, bevor sie geöffnet werden dürfen. Je nach Konstruktion des Druckgefäßes muss zuerst unter Absaugen vorsichtig belüftet werden, um den Restdruck abzulassen. Zum Öffnen muss das Aufschlussgefäß unter eine Abzugshaube gestellt werden und bleibt dort stehen bis keine braunen Dämpfe (nitrose Gase) mehr zu sehen sind. Es wird empfohlen, danach die Aufschlusslösung im Ultraschallbad möglichst vollständig zu entgasen. Die Aufschlusslösung muss klar sein und der Füllstand im Aufschlussgefäß muss etwa dem Füllstand vor dem Aufschluss entsprechen. Bei deutlichem Mindervolumen ist von einer Undichtigkeit des Druckgefäßes auszugehen und der Aufschluss zu wiederholen. Gelb gefärbte Lösungen werden durch nicht vollständig aufgeschlossene organische Stoffe hervorgerufen. Sie können auftreten, wenn die Probeneinwaage zu hoch, die Aufschlusstemperatur bzw. -dauer zu gering und/oder die Säuremenge zu niedrig war.

Danach werden die Aufschlusslösungen mit Reinstwasser auf ein definiertes Volumen aufgefüllt und in geeignete Gefäße überführt. Dabei ist im Vorfeld sicherzustellen, dass die Gefäße, in denen die Aufschlusslösungen gelagert werden, keine der zu bestimmenden Elemente adsor-

bieren oder abgeben. Empfohlen wird die Lagerung der Aufschlusslösungen in Quarzglasgefäßen oder geeigneten Kunststoffgefäßen (z. B. aus Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymeren (FEP) oder Perfluoralkoxy-Polymeren (PFA)) bei Raumtemperatur. Aufschlusslösungen für die Quecksilberbestimmung müssen jedoch in Quarzglasgefäßen gelagert oder geeignet stabilisiert werden. Für die Bestimmung von Silber sind die Aufschlusslösungen dunkel zu lagern.

#### *Umgang mit Niederschlägen*

Das Auftreten von Niederschlägen in den Aufschlusslösungen stellt eine Herausforderung dar, da Elemente an diese gebunden sein können und somit nicht zur Messung zur Verfügung stehen. Niederschläge können auch fest an der Innenwand der Aufschlussgefäße haften und müssen vor dem nächsten Aufschluss entfernt werden, ohne die Gefäße zu beschädigen. Andernfalls sind bei nachfolgenden Aufschlüssen Adsorptionen an den entstandenen rauen Oberflächen möglich. Besondere Probleme bereiten hier nicht-transparente Aufschlussgefäße, z. B. aus Kunststoff, in denen die Niederschläge nur schwer erkennbar sind. Es wird deshalb empfohlen, die Aufschlussparameter so zu optimieren (z. B. Einwaage verringern), dass Niederschläge möglichst vermieden werden.

Konzentrationsniederschläge in der Aufschlusslösung lösen sich nach dem Auffüllen auf ein definiertes Volumen mit Wasser auf, wenn die zur Lösung notwendigen Säuren im Aufschluss vorhanden sind (z. B. Salzsäure). Unlösliche Niederschläge (oftmals Silikate, falls ohne Flusssäure aufgeschlossen wurde) müssen entfernt werden, wenn die Messung nicht innerhalb einer Woche erfolgen kann. Meist kann der Überstand durch Dekantieren vom Niederschlag abgetrennt werden. Wenn dies nicht möglich ist, kann zentrifugiert oder durch ein Membranfilter filtriert werden. Dabei ist sicherzustellen, dass die Filter oder die Zentrifugegefäße keine Kontaminationen verursachen oder Adsorptionseffekte zeigen.

Für die Messung darf die Messlösung keine Partikel enthalten, da dadurch Probleme bei der Probenzuführung (z. B. Verstopfung des Zerstäubers) verursacht werden können.

#### *Qualitätskontrolle*

Zur Qualitätskontrolle sind in jeder Aufschlussreihe Kontrollproben (z. B. Referenzmaterialien) mit zuverlässig bekannten Gehalten an den zu bestimmenden Elementen aufzuschließen. Dabei müssen alle Verfahrensschritte, beginnend mit dem Aufschluss, einbezogen werden. Ebenso sind in jeder Aufschlussreihe unter Einbeziehung aller Verfahrensschritte Blindaufschlüsse, die alle Reagenzien und als Probe Reinstwasser enthalten, durchzuführen.

#### **Weitere Möglichkeiten der Probenaufarbeitung für besondere Anforderungen**

Abhängig von den Proben und den zu bestimmenden Elementen bzw. Elementspezies kann die Anwendung weiterer Probenaufbereitungsverfahren notwendig sein, wobei im Folgenden einige genannt werden.

#### *Extraktion zur Bestimmung von Elementspezies*

Für die Elementspeziesbestimmung ist die Probenaufarbeitung hauptsächlich auf den Erhalt der Bindungsformen bzw. Spezies und eine möglichst quantitative Extraktion ausgerichtet. Im Gegensatz zur Bestimmung von Elementgesamtgehalten darf bei der Elementspeziesbestimmung die organische Matrix nicht oxidativ oder photolytisch zerstört werden, denn sowohl starke Oxidationsmittel als auch starke Säuren bzw. entsprechende radikalische Prozesse würden die Spezieszusammensetzung eines Elements verändern.

Um die Elementspezies in einer Probe in eine messbare Form zu überführen, müssen die Bedingungen so gewählt werden, dass eine möglichst vollständige Extraktion gewährleistet ist und zugleich die Speziesinformation erhalten bleibt. Solche Bedingungen sind stark matrix- und speziesabhängig. Wichtige Faktoren sind die Art und Zusammensetzung des Extraktionsmittels, die Extraktionsbedingungen (Dauer, Temperatur) sowie das Verhältnis von Einwaage zu Extraktionsmittel.

Die Lagerfähigkeit der Extrakte richtet sich generell nach der Natur der Spezies und der extrahierten Matrix. In der Regel sind die Extrakte möglichst zeitnah zu messen, denn sie sind auch bei dunkler und kühler Lagerung selten länger als eine Woche stabil. Die Extrakte dürfen nicht tiefgekühlt werden. Die in den normierten Methoden zur Bestimmung von Elementspezies in Lebensmitteln festgelegten Extraktionsbedingungen dürfen nicht verändert werden [9–12].

#### *Alkalische Extraktion zur Bestimmung von Iod*

Zur Bestimmung des Iodgehaltes darf kein Aufschluss mit Salpetersäure durchgeführt werden, da hierbei Iodid zum elementaren Iod oxidiert wird, welches selbst in einem geschlossenen System teilweise verloren geht, und somit eine quantitative Erfassung nicht möglich ist. Deshalb muss eine alkalische Extraktion des Lebensmittels z. B. mit Tetramethylammoniumhydroxid (TMAH) [13] oder mit Kaliumhydroxid (KOH) [14] erfolgen. Dies geschieht in einem verschlossenen Gefäß (vorzugsweise aus Glas) bei erhöhter Temperatur, z. B. in einem Trockenschrank. Die alkalischen Extrakte sind trüb und viskos. Sie müssen vor der Messung membranfiltriert bzw. ultrazentrifugiert und immer verdünnt werden, um Verstopfungen bzw. Ablagerungen am Probenzufuhrsystem zu vermeiden. Als Messmethode für diese Extrakte eignet sich die ICP-MS, bei höheren Iodgehalten, z. B. in Algen, kann auch die ICP-OES verwendet werden. Beim Wechsel von sauren Messlösungen auf alkalische Messlösungen wird ein Austausch des Probenzufuhrsystems inklusive der Pumpenschläuche empfohlen. Ansonsten muss so lange gespült werden, bis die Intensitäten der Nullwertlösung stabil bleiben. Alternativ können Iod und andere Halogene auch mittels einer Verbrennung in Sauerstoffatmosphäre (Schöniger-Verbrennung) verlustfrei in Lösung gebracht werden [15, 16].

#### *UV-Aufschluss*

Der UV-Aufschluss ist ein schnelles Verfahren zur Aufarbeitung von Proben mit geringem organischem Anteil,

insbesondere von flüssigen, homogenen Lebensmitteln wie Getränken. Anteile an festen Stoffen in der Probe (z. B. bei fruchtfleischhaltigen Säften) können zu Trübungen und Ausflockungen in der Aufschlusslösung führen, die in der Regel auch bei längeren Bestrahlungszeiten nicht verschwinden. Beim UV-Aufschluss wird die Probe mit Hilfe eines intensiven UV-Strahlers (meist Quecksilberdampflampen) bestrahlt, wobei die enthaltenen organischen Verbindungen photolytisch zerstört werden; dies geschieht bevorzugt durch radikalische Prozesse [17]. Dabei werden nur geringe Mengen an Reagenzien wie Wasserstoffperoxid und Salpetersäure bei einer relativ hohen Probeneinwaage (z. B. 5 g und mehr bei Glühwein) benötigt, so dass eine empfindliche, kontaminationsarme Elementbestimmung mit geringen Blindwerten möglich wird.

Apparativ werden meist offene Aufschlussysteme verwendet, in denen die Proben in Quarzglasröhrchen bei Atmosphärendruck und nur mäßig erhöhten Temperaturen (65–90 °C) bestrahlt werden. Ein großer Vorteil von offenen Apparaturen, bei denen die Röhrchen nur mit einem perforierten Teflonband oder locker aufliegenden Stopfen bedeckt sind, ist ein relativ gefahrloser Aufschluss von alkoholhaltigen Proben (Spirituosen ab ca. 30 % Alkoholgehalt mit reduzierter Einwaage), ohne dass der Alkohol vorher entfernt werden muss.

Demgegenüber gibt es auch ein System, das einen (geschlossenen) mikrowellenunterstützten UV-Aufschluss bei höheren Drücken und Temperaturen bietet [18, 19]. Damit können auch Proben mit deutlich höherem organischem Anteil bei höheren Aufschlussstemperaturen (250–280 °C) in kürzerer Zeit bearbeitet werden. Für alkoholische Proben gelten hier allerdings die gleichen Einschränkungen wie beim konventionellen Druckaufschluss.

### *Trockene Veraschung*

Bei der trockenen Veraschung wird die organische Substanz in einem Muffelofen unter Lufteinwirkung verascht. Die hierfür notwendige Temperatur darf 450 °C nicht übersteigen, wodurch lange Veraschungszeiten resultieren. Bei einer höheren Temperatur treten unweigerlich signifikante Verluste an Elementen auf. Bei flüchtigen Elementen (z. B. Arsen) müssen Veraschungshilfsmittel zugesetzt werden, die Verluste verhindern sollen. Durch den dann resultierenden hohen Salzgehalt in der Aufschlusslösung können nur entsprechend tolerante Bestimmungsverfahren (z. B. Hydrid-AAS) eingesetzt werden.

Das sehr alte Verfahren der trockenen Veraschung weist gravierende systemische Nachteile auf:

- Kontaminationen über die Luft und das Muffelofenmaterial wegen der offenen Veraschungstiegel
- Elementverluste bereits bei einer Veraschungstemperatur von 450 °C
- Querkontaminationen zwischen den Proben über die offenen Gefäße

Diese Nachteile muss man kennen und einschätzen, bevor man sich möglicherweise aufgrund von notwendigen großen Einwaagen für die Verwendung des Verfahrens ganz bewusst entscheidet, um einzelne Elemente ausschließlich mit bestimmten Einzelelementmethoden zu messen [20].

Die trockene Veraschung darf nicht zur Probenaufarbeitung für die nachfolgende Messung mit Multielementverfahren verwendet werden.

### **Fazit**

Bei der Elementspurenanalytik von Lebensmitteln ist die Probenaufarbeitung ein sehr wichtiger Arbeitsschritt. Sie hat einen entscheidenden Einfluss auf die Richtigkeit der Untersuchungsergebnisse. Die auf die jeweilige Fragestellung angepasste Probenaufarbeitung richtig durchzuführen erfordert fachkundiges Personal. Deshalb ist es notwendig, die spezifischen Anforderungen für die Elementanalytik zu kennen, richtig anzuwenden und einzuhalten. Erfahrung und Sachkenntnis sowohl der Lebensmittel als auch der Elementanalytik sind hierbei erforderlich. Alle Arbeitsschritte von der Probenvorbereitung bis zur Beurteilung der Untersuchungsergebnisse müssen in einer Hand liegen. Nur so können bestmögliche Ergebnisse im Sinne des gesundheitlichen Verbraucherschutzes erzielt werden.

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), zuletzt geändert am 15.04.2016 (ABl. Nr. L 101, S. 3)
2. Habernegg R, Ruhnke G, Schöberl K, Erning D (2017) DLR 58–63
3. Bestimmung von Elementspuren in Lebensmitteln - Druckaufschluss, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00 19/1, Juni 2015 (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN EN 13805), Beuth-Verlag Berlin
4. Matter L (1997) Elementspurenanalytik in biologischen Matrices, Spektrum-Verlag Heidelberg
5. Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS), Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00-157, März 2016, Beuth-Verlag Berlin
6. Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES), Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00-158, März 2016, Beuth-Verlag Berlin
7. Bestimmung von Spurenelementen in Lebensmitteln – Teil 6: Bestimmung von Gesamtarsen mit der Atomabsorptionsspektrometrie(AAS)-Hydridtechnik, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00 19/6, Juli 2001, Beuth-Verlag Berlin
8. Bestimmung von Spurenelementen in Lebensmitteln – Teil 5: Bestimmung von Selen mit der Atomabsorptionsspektrometrie(AAS)-Hydridtechnik, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00 19/5, Juli 2001, Beuth-Verlag Berlin
9. Bestimmung von anorganischem Arsen in Reis mit Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (Hydrid-AAS) nach Säureextraktion, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 15.06-2, Januar 2013, Beuth-Verlag Berlin
10. Bestimmung von anorganischem Arsen in Algen mit Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (HGAAS) nach Säureextraktion, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 25.06-1, Dezember 2008 (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN EN 15517), Beuth-Verlag Berlin
11. Lebensmittel - Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen - Bestimmung von Methylquecksilber in Lebensmitteln marinen Ursprungs mit Isotopenverdünnung GC-ICP-MS, DIN EN 16801, Juli 2016, Beuth-Verlag Berlin
12. Lebensmittel - Bestimmung von Elementen und ihren Verbindungen - Bestimmung von anorganischem Arsen in Lebensmitteln marinen Ursprungs und pflanzlichen Lebensmitteln mit Anionenaustausch-HPLC-ICP-MS, DIN EN 16802, Juli 2016, Beuth-Verlag Berlin
13. Bestimmung von Iod in Lebensmitteln - ICP-MS-Verfahren, Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 00.00-93, Dezember 2008 (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN EN 15111), Beuth-Verlag Berlin