

Anwendung der Bestimmungs- und Nachweisgrenze sowie der Messunsicherheit bei der Beurteilung von Höchstgehalten, Richt- und Grenzwerten

Die Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft e. V. (DGF) ist das Deutsche Netzwerk für die Wissenschaft und Technologie der Fette, Öle und Lipide. Sie bringt Fachleute aus Wissenschaft, Technik und Wirtschaft zusammen, um praktische und wissenschaftliche Forschungsarbeiten zu fördern, die Ausbildung zu verbessern sowie den Informationsaustausch zu erleichtern.

Vorwort

In regelmäßigen Abständen wird am Markt über Richt- und Grenzwerte bzw. tolerierbare Höchstgehalte von Kontaminanten in pflanzlichen Fetten und Ölen diskutiert. Aus Sicht der DGF müssen lebensmittelrechtliche und wissenschaftliche, insbesondere analytische Aspekte beachtet werden.

Diese Stellungnahme soll einen Überblick geben, was zu beachten ist, wenn man Analysenwerte für eine Beurteilung z. B. in vergleichenden Tests oder in Kontrakten heranzieht. Es ist nicht beabsichtigt, damit indirekt auf die Festlegung von zulässigen Höchstgehalten, Grenz- oder Richtwerten Einfluss zu nehmen.

Auch wenn Höchstgehalte oder Richtwerte fehlen, ist der Lebensmittelhersteller auf allen Stufen der Produktionskette im Rahmen seiner Sorgfaltspflicht gem. VO (EG) 178/2002 und EG (VO) 852/2004 stets gehalten, die Prozessparameter und Kontrollpunkte im Rahmen des HACCP-Konzeptes (engl. *Hazard Analysis and Critical Control Points / Gefahrenanalyse und kritische Kontrollpunkte*) so festzulegen, dass mögliche Gesundheitsrisiken, die vom produzierten Lebensmittel ausgehen könnten, minimiert bzw. sicher nach derzeitigem Kenntnisstand ausgeschlossen werden. Möglicherweise kritisch diskutierte Substanzen müssen im Sinne des ALARA-Prinzips (engl. *As Low As Reasonable Achievable*) reduziert werden, soweit dies mit angemessenem Aufwand möglich ist.

Was bedeutet „Null“ oder „Nicht nachweisbar“?

Gemäß Artikel 11 in Verbindung mit Anhang III der VO(EG) 882/2004 sollten Probenahme und Analysenverfahren bestimmte Kriterien erfüllen. Aufgrund systematischer und zufälliger Abweichungen kann kein Messergebnis den wahren Wert sondern nur einen Schätzwert für den wahren Wert liefern. Aus diesem Grund müssen Messwerte immer mit einer Messunsicherheit (Art. 11 VO(EG) 882/2004 und ISO 17025) angegeben werden. Folglich ist bei der Forderung nach einer Nulltoleranz immer die Messunsicherheit unter Einbeziehung der Nachweis- und Bestimmungsgrenze zu berücksichtigen. Alle Kriterien sind abhängig vom angewandten

analytischen Verfahren. Die Forderung eines Wertes von „Null“ ist somit nicht sinnvoll, weil dies in seiner absoluten Aussage bedeuten würde, dass die Substanz in der Probe faktisch nicht vorkommt.

Auch bei der Festlegung von Richt- oder Höchstwerten sollte daher auf die Begriffe „Null“ oder „Nicht nachweisbar“ verzichtet werden und stattdessen eine Angabe zum zulässigen Höchstgehalt einer unerwünschten Substanz enthalten sein.

Für die verschiedenen analytischen Bestimmungsverfahren existieren die so genannte Bestimmungsgrenze (BG) und Nachweisgrenze (NWG). Diese Werte sind typische Kenngrößen einer analytischen Methode und hängen vom jeweiligen Verfahren ab.

Die NWG bezeichnet den niedrigsten Wert eines analytischen Verfahrens, bis zu dem die Substanz gerade noch zuverlässig nachgewiesen werden kann.

Die BG ist die kleinste Konzentration einer Substanz (x), die bei vorgegebener statistischer Sicherheit und maximal zugelassener relativer Abweichung sicher vom Blindwert unterschieden und quantitativ bestimmt werden kann. Erst oberhalb der BG können quantitative Gehalte einer Substanz unter gleichzeitiger Angabe der Messunsicherheit angegeben werden. Die Nachweis- und Bestimmungsgrenze lässt sich nach Methode DGF- A-II 2b (97) [1] berechnen.

Messunsicherheit

Aufgrund systematischer und zufälliger Abweichungen kann kein Messverfahren den wahren, exakten Wert liefern. Jedes Messergebnis ist immer nur eine Annäherung an den wahren Wert und ist mit einer Unsicherheit behaftet, die ihre Ursache in der Unvollkommenheit der Messeinrichtung, des analytischen Verfahrens hinsichtlich Spezifität und Empfindlichkeit und/oder in Umweltbedingungen wie Temperatur, Luftfeuchtigkeit etc. hat. Die mögliche Abweichung des Analysenergebnisses vom wahren Wert ist aber zur Beurteilung des Messergebnisses wichtig.

Nach der europäischen Norm EN ISO/IEC 17025 [2] müssen Prüflaboratorien über Verfahren für die Ermittlung der Messunsicherheit verfügen, eine sinnvolle Ableitung der Messunsicherheit vornehmen und sicherstellen, dass Prüfberichte keinen falschen Eindruck bzgl. der Messunsicherheit erwecken (siehe auch Methode DGF- A-II 3(15)).

Die Begriffe Nachweisgrenze oder Bestimmungsgrenze sind zwar weiterhin gebräuchlich. Sie lassen die Gegenwart möglicher systematischer Fehler jedoch unberücksichtigt, was aber bei Beurteilung einer tatsächlichen Über- oder Unterschreitung eines Grenz- oder Richtwertes mit zu beachten ist. Falls eine externe Validierung oder Bestätigung fehlt, kann nicht ausgeschlossen werden, dass ein Labor mit einer sehr niedrigen Nachweis- oder Bestimmungsgrenze im Vergleich zu anderen Laboratorien abweichende Ergebnisse liefert.

Die **Messunsicherheit**, auch Vertrauensintervall, gibt den Wertebereich für das Messergebnis y an, innerhalb dem angenommen werden darf, dass der wahre Wert der gemessenen Größe

unter den Bedingungen der Messung mit einer anzugebenden Wahrscheinlichkeit P zu erwarten ist. In vielen Fällen hat sich bei der Angabe der Messunsicherheit U ein Erweiterungsfaktor von $k = 2$ (d. h. auf dem Niveau einer zweifachen Standardabweichung) als zweckmäßig erwiesen. Hierfür liegt der Grad des Vertrauens bei 95% (unter Annahme einer Normalverteilung).

Das Messergebnis zusammen mit der Messunsicherheit bildet das so genannte vollständige Ergebnis für die Messgröße X und ist in der Form $(X \pm U)$, einschließlich Erweiterungsfaktor k anzugeben:

Messgröße = (Messwert \pm Unsicherheit) Einheit; Erweiterungsfaktor

Die Messunsicherheit ist auf maximal 2 Dezimalstellen nach dem Komma, der Zahlenwert der Messgröße X ist auf die gleiche Anzahl Dezimalstellen zu runden, z. B.:

Gehalt (Methodenzitat): $(0,00 \pm 0,00)$ g/100g; $k=2$

Stand: November 2015

Literatur

[¹] Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft e. V. *DGF-Einheitmethoden – zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten, Tensiden und verwandten Stoffen*; ISBN 978-3-8047-3024-3; <http://www.dgfett.de/methods>

[²] EN ISO/IEC 17025 *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*