

Validierung von Methoden für das Schweizerische Lebensmittelbuch = Validation of methods for the Swiss "food manual"

Autor(en): **Buxtorf, Urs P. / Camenzind, Ruedi / Gerber, Rico**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **88 (1997)**

Heft 2

PDF erstellt am: **14.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982322>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Validierung von Methoden für das Schweizerische Lebensmittelbuch

Validation of Methods for the Swiss «Food Manual»

Key words: Validation, Analytical methods, Swiss «Food Manual»

*Urs P. Buxtorf¹, Ruedi Camenzind², Rico Gerber³, Peter Meier⁴,
Erhard Walter⁵ und Karl Zürcher⁶*

Einleitung

Immer mehr Laboratorien unterziehen sich zurzeit dem Verfahren zur Akkreditierung nach EN 45001 (1) und werden dabei mit dem Problem der Validierung konfrontiert. Diese Norm fordert u. a., dass nur Prüfverfahren eingesetzt werden, welche objektive, aussagekräftige Ergebnisse ermöglichen, und dass die Messunsicherheiten abgeschätzt werden. Die nötigen Informationen müssen im Rahmen von Validierungen beschafft werden, entweder durch den Anwender oder durch die Organisation, welche bestimmte Methoden empfiehlt oder vorschreibt.

Im ISO/IEC-Guide 25 wird ausdrücklich (s. Ziffer 10.4 in [2]) im verwandten Dokument EN 45001 (1) stillschweigend verlangt, dass selbstentwickelte Methoden vom Anwender validiert werden, während genormte als validiert betrachtet werden können und nur noch in der Anwendung überwacht werden müssen. Es wird somit zu Recht vorausgesetzt, dass eine normgebende Organisation ein Prüfverfahren möglichst vollumfänglich auf seine Eignung und Zuverlässigkeit prüft, bevor sie dieses publiziert und zur Anwendung freigibt. Von verschiedenen Organisationen wie AOAC International oder vom deutschen Bundesinstitut für Verbraucherschutz und Veterinärmedizin (BfV, früher BGA) sind die dafür erforderlichen Arbeiten schon vor Jahren publiziert worden ((3, 4) und frühere Versio-

¹ Kantonales Laboratorium Basel-Stadt, Postfach, 4012 Basel

² Interlabor Belp AG, Birkenweg 6, Postfach, 3123 Belp

³ Bundesamt für Gesundheit, 3003 Bern

⁴ Eidg. Amt für Messwesen (SAS), Lindenweg 50, 3084 Wabern

⁵ Kantonales Laboratorium Bern, Muesmattstrasse 19, 3000 Bern 9

⁶ Coop Schweiz Zentrallabor, Postfach 2550, 4002 Basel

nen). Dagegen gab es für die Methoden des Schweizerischen Lebensmittelbuches bis vor kurzem keine verbindlichen Vorschriften oder Richtlinien, wie eine Methode vor ihrer amtlichen Publikation zu validieren sei.

Die Eidgenössische Lebensmittelbuchkommission erteilte daher im Sommer 1995 einer Arbeitsgruppe den Auftrag, auf der Basis von Dokumenten der EU (Richtlinie des Rates vom 20. Dezember 1985; 85/591/EWG) und von WELAC/EURACHEM Richtlinien auszuarbeiten für die Validierung der verschiedenen Methoden. Diese sollten einerseits den allgemein anerkannten Minimalanforderungen Rechnung tragen, andererseits mit tragbarem Aufwand verbunden sein.

Das Resultat der eingesetzten Arbeitsgruppe wird nachstehend publiziert. Für den beschrittenen Weg liess sich die Gruppe davon leiten, dass im neuen Schweizerischen Lebensmittelgesetz (= LMG) dem Bundesrat die Kompetenz gegeben wird, bestimmte Methoden zu empfehlen oder gar als verbindlich zu erklären (siehe Art. 22 LMG). Eine derart hoch angesiedelte Befugnis ist so zu interpretieren, dass die Methoden eine entsprechend hohe Zuverlässigkeit aufweisen müssen; dabei sind insbesondere solche Methoden verbindlich zu erklären, deren Resultate methodenabhängig sind. Falls der damit verbundene Aufwand gross wird, muss die Anzahl der Methoden verringert werden. Mit der Genehmigung der nachstehenden Richtlinien hat die zuständige Kommission dieses Prinzip «Qualität vor Quantität» gutgeheissen.

Richtlinien für die Subkommissionen zur Validierung von Methoden für das Schweizerische Lebensmittelbuch

1. Allgemeines

Die Validierung soll eine Methode anhand von Laborversuchen möglichst gut charakterisieren und zeigen, dass diese für den vorgesehenen Zweck geeignet ist. Die nachfolgenden Richtlinien sind als Minimalanforderungen zu verstehen.

Der Verwendungszweck einer Methode kommt in der Regel im Titel zum Ausdruck. Der Verwendungszweck der Resultate kann sehr verschieden sein, wie z. B. Überwachung von deklarierten Gehalten und gesetzlichen Minimalanforderungen, Überwachung von Grenz- und Toleranzwerten, Nachweis verbotener Stoffe, Nachweis von Veränderungen, Vor- bzw. Schnelltests (Screening), Monitoring. Dieser Verwendungszweck ist bei den Validierungsarbeiten zu berücksichtigen; er soll auch in der Methode angegeben werden.

Bei der Übernahme der Verantwortung für eine bestehende, genormte Methode sind durch die Subkommission der Text und die Validierungsangaben kritisch zu beurteilen. Erfüllen die Validierungsangaben die unter den Punkten 3 ff. genannten

Anforderungen nur teilweise, so sind die fehlenden Überprüfungen durch die Subkommission womöglich nachzuholen bzw. nachholen zu lassen.

Die Validierungsangaben sind gemäss den Angaben unter Punkt 3.4 mit der Methode zu publizieren. Bei allfälligen Lücken entscheidet die Eidg. LMB-Kommission.

Der Status einer Referenzmethode ist vor allem für diejenigen Methoden anzustreben, welche im Sinne von Artikel 22 LMG verbindlich erklärt werden sollen.

2. Definitionen

2.1 Provisorische Methode

In der Verantwortung einer Subkommission bzw. des BAG von mindestens 1 Laboratorium validierte Methode.

2.2 Empfohlene Methode

In der Verantwortung einer Subkommission von mindestens 1 Laboratorium validierte Methode, welche in einem Ringversuch von mindestens 3 Laboratorien auf Anwendbarkeit und Übereinstimmung der Resultate geprüft worden ist.

2.3 Referenzmethode

In der Verantwortung einer Subkommission von mindestens 1 Laboratorium validierte Methode, welche in einem Ringversuch vom Typ «Methodenprüfung» auf Anwendbarkeit, Richtigkeit und Präzision geprüft worden ist.

3. Chemische und physikalisch-chemische Methoden

Die aufgeführten erforderlichen Angaben bzw. Messungen gelten für Messmethoden.

Bei reinen Nachweisverfahren entfällt die Kalibrierfunktion des Messbereiches. Statt dessen ist die Nachweisgrenze anzugeben und in analoger Weise zu überprüfen.

3.1 Provisorische Methoden

Für die Validierung sind folgende Angaben bzw. Messungen erforderlich:

1. Angabe der Substanzen, welche erfasst bzw. gemessen wurden.

2. Korrekt beschriebener Anwendungsbereich aufgrund der geprüften Proben.
3. Abdeckung des Messbereiches durch die Kalibrierfunktion mit mindestens 3 Kalibrierpunkten.
4. Zuverlässigkeit der Kalibrierfunktion, dargelegt durch 3 Wiederholmessungen mindestens am tiefsten und höchsten Kalibrierpunkt. Graphische Darstellung der Resultate. Berechnung: Mittelwert, Wiederholstandardabweichung.
5. Mindestens 2 repräsentative, homogene Warenmuster je mindestens 3mal aufarbeiten und messen. Die Proben sind so auszuwählen, dass der Verwendungszweck der Resultate berücksichtigt wird und dass Aussagen über die Richtigkeit möglich sind (z. B. durch Verwendung eines Referenzmaterials oder Aufteilung einer Probe mit möglichst tiefem Gehalt in 2 Portionen, wobei die eine Hälfte zum Beurteilungsbereich aufgestockt wird). Berechnung: Mittelwert, Wiederholstandardabweichung, Wiederfindung. Aussagekräftiges Dokument beilegen (Chromatogramm, Spektrum usw.).
6. Eine der beiden Proben durch eine zweite Person mindestens 3mal aufarbeiten und messen lassen. Berechnung: Mittelwert, Wiederholstandardabweichung, Wiederfindung.

3.2 Empfohlene Methoden

Für die Validierung sind folgende Angaben bzw. Messungen erforderlich:

1. Angabe der Substanzen, welche erfasst bzw. gemessen wurden. Angabe der Substanzen, welche bezüglich Störverhalten überprüft wurden.
2. Korrekt beschriebener Anwendungsbereich aufgrund der geprüften Proben. Dabei sind weitere Probenarten aus dem Anwendungsbereich, welche nicht gemäss Punkt 5 (Ringversuch) geprüft worden sind, als natürliche und aufgestockte Proben durch mindestens 1 Laboratorium bezüglich Anwendbarkeit, Richtigkeit und Präzision zu überprüfen.
3. Abdeckung des Messbereiches durch die Kalibrierfunktion mit mindestens 4 Kalibrierpunkten.
4. Zuverlässigkeit der Kalibrierfunktion dargelegt durch 3 Wiederholmessungen an allen Kalibrierpunkten. Graphische Darstellung der Resultate. Berechnung: Mittelwert, Wiederholstandardabweichung.
5. Ringversuch gemäss SLMB Kapitel 60 B (Methodenvorprüfung oder -vergleich) (1) oder gemäss einem international anerkannten Verfahren an mindestens 2 repräsentativen, homogenen Proben. Die Repräsentativität bezieht sich auf den Anwendungs- und den Beurteilungsbereich.
6. Wenn die Richtigkeit nicht im Rahmen des Ringversuchs überprüft worden ist (z. B. durch aufgestockte Proben oder durch Referenzmaterial), so ist diese Prüfung an der im Ringversuch geprüften Probenart durch mindestens 1 Laboratorium separat durchzuführen.

- (1) SLMB Kap. 60: Statistik und Ringversuche

3.3 Referenzmethoden

Für die Validierung sind folgende Angaben bzw. Messungen erforderlich:

1. Angabe der Substanzen, welche erfasst bzw. gemessen wurden. Angabe der Substanzen, welche bezüglich Störverhalten überprüft wurden.
2. Korrekt beschriebener Anwendungsbereich aufgrund der geprüften Proben. Dabei sind weitere Probenarten aus dem Anwendungsbereich, welche nicht gemäss Punkt 5 (Ringversuch) geprüft worden sind, als natürliche und aufgestockte Proben durch jeweils 2 Laboratorien bezüglich Anwendbarkeit, Richtigkeit und Präzision zu überprüfen.
3. Abdeckung des Messbereiches durch die Kalibrierfunktion mit mindestens 4 Kalibrierpunkten.
4. Zuverlässigkeit der Kalibrierfunktion dargelegt durch 3 Wiederholmessungen an allen Kalibrierpunkten. Graphische Darstellung der Resultate. Berechnung: Mittelwert, Wiederholstandardabweichung.
5. Ringversuch gemäss SLMB Kapitel 60 B (Methodenprüfung) oder gemäss einem international anerkannten Verfahren an mindestens 2 repräsentativen, homogenen Proben. Die Repräsentativität bezieht sich auf den Anwendungs- und den Beurteilungsbereich.
6. Wenn die Richtigkeit nicht im Rahmen des Ringversuchs überprüft worden ist (z. B. durch aufgestockte Proben oder durch Referenzmaterial), so ist diese Prüfung an der im Ringversuch geprüften Probenart durch mindestens 1 Laboratorium separat durchzuführen.

3.4 Validierungsangaben

Selektivität	Angabe der Substanzen, welche erfasst bzw. gemessen wurden. Angabe der Substanzen, welche bezüglich Störverhalten überprüft wurden.
Anwendungsbereich	Beschreibung des Anwendungsbereiches und Angabe der getesteten Probearten
Messbereich	Graphische Darstellung von Kalibrierfunktion und Einzelwerten bzw. Angabe der Nachweisgrenze
Präzision	Wiederholstandardabweichung evtl. Wiederholbarkeit r und Vergleichbarkeit R (bei Ringversuch gemäss Punkt 3.3.5)
Richtigkeit, Robustheit	Zu beiden Begriffen ist aufgrund der durchgeführten Validierungsarbeiten eine begründete Aussage zu machen.

4. Weitere Methoden

4.1 Physikalische Methoden

Die Validierung bedingt zuerst eine Kalibrierung der entsprechenden Geräte gemäss Anweisungen des Herstellers. Die Tests sind mit entsprechenden Referenzmaterialien durchzuführen. Für weitere Validierungsarbeiten sind die unter Punkt 3 genannten Angaben sinngemäss umzusetzen.

4.2 Sensorische Methoden

Die sensorischen Methoden betreffen optische, geruchliche, geschmackliche und den Tastsinn betreffende Feststellungen. Die Güte der Resultate ist stark abhängig von den Rahmenbedingungen wie z. B. Räumlichkeiten, Raumklima, Ablauf und geschulte Testpersonen.

Gleichzeitig stellen sich Probleme wie z. B. die Tagesform der Testpersonen oder die zufällige Auswahl bei mikroskopischen Untersuchungen.

Sensorische Methoden sind deshalb als solche kaum validierbar. Die Validierung muss im konkreten Einzelfall durch spezielle Massnahmen wie z. B. Grenztests, Dreiecktests u. ä. erfolgen.

Dazu kommt, dass sie meist als Vortests eingesetzt werden, so dass ein sensorischer Befund üblicherweise mit einer anderen – validierbaren – Methode bestätigt wird.

4.3 Mikrobiologische Methoden

Soweit sinnvoll und möglich sind die Angaben unter Punkt 3 entsprechend umzusetzen. Konkrete Anforderungen sind in Ausarbeitung.

Ausblick

Diese Richtlinien sind nichts Endgültiges. Sie werden bei Vorliegen neuer Erkenntnisse oder neuer Regelungen (z. B. bez. mikrobiol. Methoden) revidiert.

Zusammenfassung

Es werden Richtlinien gegeben, wie die Methoden für das Schweiz. Lebensmittelbuch entsprechend ihrem Status als provisorische, empfohlene oder Referenzmethode zu validieren sind.

Résumé

Des directives sont édictées concernant la manière de valider les méthodes du Manuel suisse des denrées alimentaires, selon leur statut de méthode provisoire, recommandée ou de référence.

Summary

Criteria are given for the validation corresponding to their status as provisional, recommended or reference method, according to the Swiss Food Manual.

Literatur

1. Europäische Norm SN EN 45 001: 1990 (Allgemeine Kriterien zum Betreiben von Prüflaboratorien).
2. ISO/IEC-Guide 25: 1990 (General requirements for the competence of calibrating and testing laboratories).
3. Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, 16th Ed., 1996, p. xxii.
4. Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG. Beuth Verlag GmbH, Berlin, Wien, Zürich, 1996, Allg. Teil.

Dr. Erhard Walter
Kantonales Laboratorium Bern
Muesmattstrasse 19
CH-3000 Bern 9

Dr. Urs P. Buxtorf
Kantonales Laboratorium Basel-Stadt
Postfach
CH-4012 Basel