

Prinzipien der Probenahme bei Milch und Milcherzeugnissen

Thomas Berger, Forschungsanstalt Agroscope
Liebefeld-Posieux ALP-Haras, Bern

Die Fortschritte in der Analytik haben in vielen Fällen zur Senkung der Nachweisgrenze und zur Verbesserung der Präzision in der Lebensmittelanalytik geführt. In Kombination mit einem immer größer werdenden Angebot an Proficiency Testings (Vergleichstests) und Referenzmaterialien führt dies zu einer vertrauenswürdigen, rückführbaren und sehr präzisen Analytik.

Bei Milch und Milchprodukten sind die internationale Standardisierung von Methoden und das Festlegen von Referenzverfahren weit fortgeschritten. Mit der Einführung der Qualitätssicherung und der Akkreditierung der Laboratorien wurden die Validierung der analytischen Methoden, die Überwachung der Analysengeräte und die Überprüfung der Resultate systematisiert. Trotzdem sind immer wieder große Unterschiede zwischen den Resultaten verschiedener Laboratorien oder Abweichungen zu den Sollwerten von Referenzmaterialien festzustellen. Eine große und meist unterschätzte Fehlerquelle kann der Probenahmeprozess sein. Die oft sehr komplexen Prozesse von der Probenahme vor Ort bis zur Entnahme der Prüfmenge im Labor sind häufig nicht bekannt oder es fehlt die nötige Kenntnis der Faktoren und deren Einfluss auf die Probe und die zu untersuchenden Merkmale.

Probenahmeprozess Planung entscheidend

Generell bedeutet Probenahme, dass eine Menge von Proben beschafft wird, welche in der richtigen Art und Quantität für die geplanten Analysen zur Verfügung steht und das gesamte zu analysierende Objekt repräsentiert. Repräsentativ meint in diesem Zusammenhang, dass die Probe ein Maximum an Ähnlichkeit mit der ganzen zu untersuchenden Einheit hat.

Von entscheidender Bedeutung ist die Fragestellung an den Probenah-

me- und Messprozess. Welches Ziel wird verfolgt, welche Aussage soll mit dem Ergebnis der Probe gemacht werden? Die Probenahme kann daher nur in Zusammenhang mit einer eindeutigen Problemdefinition und einer klaren analytischen Fragestellung diskutiert werden. Zu klären ist auch, ob genügend Probemenge für die vorgesehenen Analysen und die Resultatangabe vorhanden ist oder beschafft werden kann.

Die Antwort auf diese Fragen ist eine detaillierte Planung der Probenahme, damit eine zufriedenstellende, reproduzierbare und zu quantitativ vergleichbaren Resultaten führende Probenahme ermöglicht wird. Sie muss Vorgaben (Probenahmenvorschrift, publizierte Verfahren und Empfehlungen, amtliche Dokumen-

te), spezifische Vorbereitungen (statistisches Probenahmedesign, Probenahmeplan), die Beschreibung der Probe und des Ortes, nötiges Material (Geräte, Gefäße, Etiketten), Transport und Lagerung berücksichtigen (Berger und Badertscher, 2006).

Eine detaillierte und formalisierte Aufzeichnung des ganzen Probenahme- und Messprozesses, die eindeutige Kennzeichnung der Proben und die Beschreibung der Herkunft sind Grundlage für die Kontrolle und das Erkennen möglicher Fehler. Der Probenahmeplan sollte mit allen beteiligten Parteien abgesprochen sein und ihnen zur Verfügung stehen. Abbildung 1 stellt den in der Milchwirtschaft beschriebenen Probenahmeprozess gemäß ISO 707 | IDF 50 (Anonym, 2008; Anonym, 2009) dar.

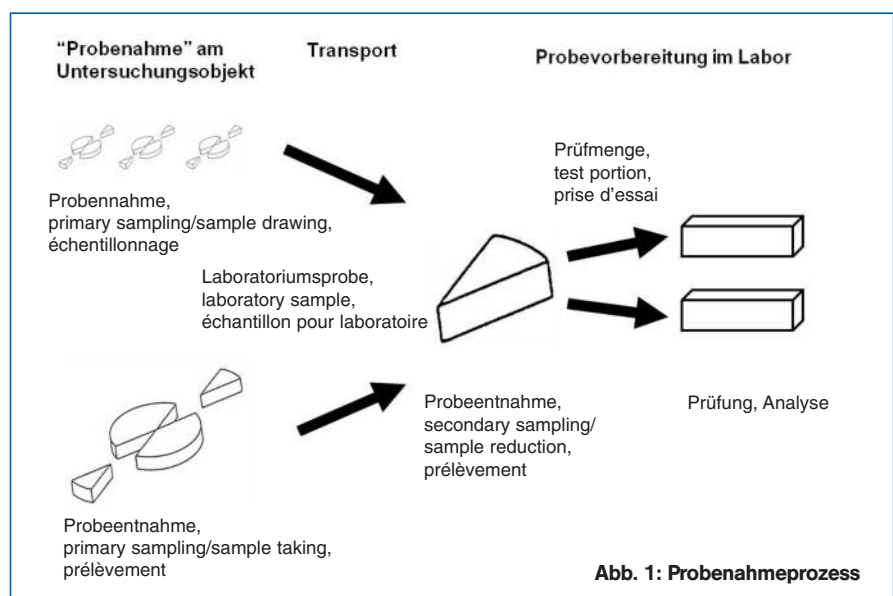


Abb. 1: Probenahmeprozess

Der Zeitpunkt der Probenahme kann von entscheidender Bedeutung sein. Lebensmittel sind nur beschränkt haltbar, soll also die Frische und Verzehrtauglichkeit beurteilt werden, ist die Probe sofort oder spätestens bei Ablauf des Mindesthaltbarkeitsdatums zu analysieren. Milchprodukte, die einer Reifung unterliegen, müssen zu einem bestimmten Zeitpunkt beprobt werden; je nach Fragestellung und Merkmal erfordert dies eine gute Kenntnis der Reifungsverläufe (Abbildung 2).

Bei Käsespezialitäten ist zu beachten, dass sich Resultate oft nur auf den essbaren Anteil beziehen. Dies ist ein besonders heikler Punkt, da die Verzehrgeohnheiten von Land zu Land, ja oft sogar von Region zu Region unterschiedlich sind.

Homogenisierung als wesentliche Komponente

Die Homogenisierung der Probe ist in den meisten Fällen ein äußerst wichtiger Schritt in der Analyse von Lebensmitteln. Lebensmittel sind in vielen Fällen Mischungen mehrerer Matrices (z.B. Fettkügelchen in Milch, Natriumchlorid in Salami, Fruchtzusatz in Joghurt, Cerealienmischungen, Eier). Der benötigte Grad an Homogenität hängt stark von der Größe der Laborprobe ab. Inhomogenitäten sollten deshalb durch Paralleluntersuchungen verschiedener Laborproben identifiziert werden. Love (2000) verweist in diesem Zusammenhang auf die Most Probable Number (MPN), ein statistisches Verfahren zur Abschätzung der Anzahl von Mikroorganismen in der Mikrobiologie, und regt an, einen ähnlichen Ansatz zur Bestimmung der kritischen Probengröße zu verwenden. Chemiker tendieren dazu, Unterschiede von Wiederholmessungen auf analytische Fehler zurückzuführen, was nicht der Fall sein muss. Leider können in der aktuellen analytischen Routine oft nur Einzelproben untersucht werden, weshalb hier mit einer wesentlichen Fehlerquelle zu rechnen ist.

Bei der Homogenisierung ist genauestens darauf zu achten, dass die Proben durch das Zerkleinern nicht kontaminiert werden, z.B. mit Chrom

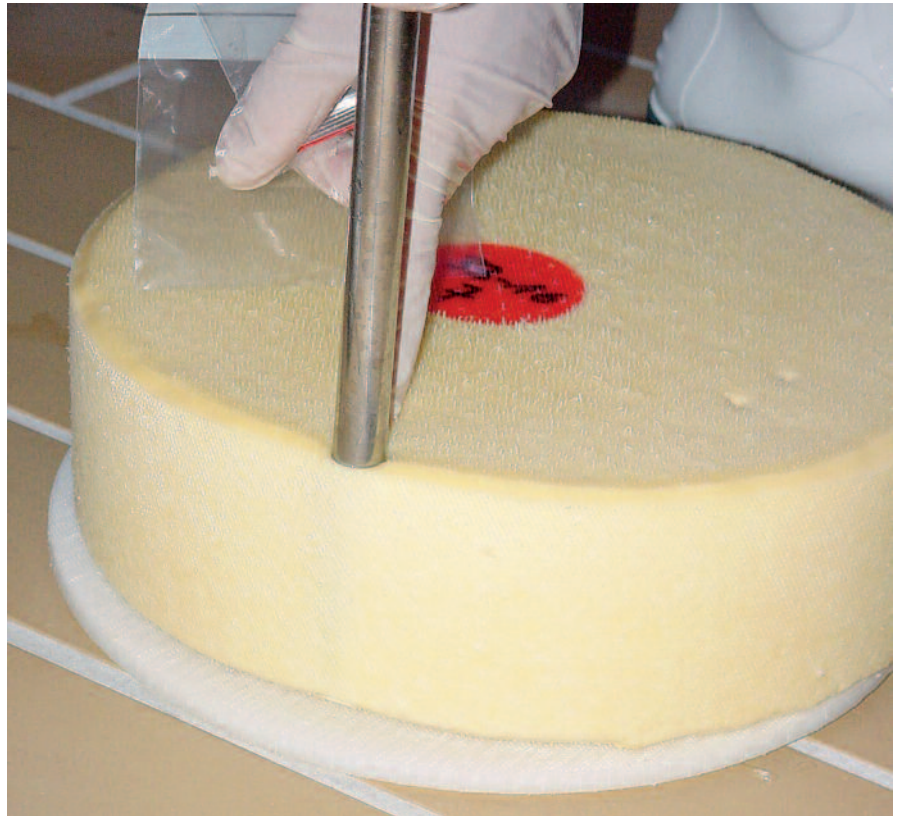


Abbildung 2: Entnahme einer Randzonenprobe bei 24-stündigem Käse.

bei der Verwendung von Messern und Mixern. Es ist auch darauf zu achten, dass die Probe während der Homogenisierung nicht übermäßig erwärmt wird, da dies zu einer Veränderung der zu untersuchenden Merkmale führen könnte (z.B. Verlust an flüchtigen Stoffen).

Statistische Überlegungen einkalkulieren

Weil die Analyse oft mit einer Zerstörung der entnommenen Probe verbunden ist und einen Kostenfaktor darstellt, ist es nicht möglich und sinnvoll, eine große Anzahl Proben oder die ganze Prüfmenge zu testen. Stattdessen werden Stichproben gezogen und analysiert. Dabei besteht ein gewisses Risiko, dass ein Produkt falsch beurteilt wird. Für jede Probenahme ist deshalb die Wahl der statistisch relevanten Zahl und Menge der Einzelproben sehr wichtig. Sie hängt unter anderem von der Verteilung und Konzentration des Merkmals in der Probe und der verwendeten Methode ab und erfordert entsprechende Kenntnisse. Darüber hinaus muss festgelegt wer-

den, wie groß die verbleibende Unsicherheit sein soll.

Im Rahmen der Eigenkontrolle verlangt der Gesetzgeber zur Bewertung der Konformität eines Lot Untersuchungen anhand der Mikrobiologischen Kriterien (Anonym, 2005 a). Dazu verwendet er Zwei- und Dreiklassenpläne (Anonym, 2005 a; Anonym, 2005 b; Anonym, 2007). Dabei wird mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit festgelegt, dass bei Untersuchung der vorgegebenen Anzahl Proben und Einhaltung des Kriteriums die Konzentration des untersuchten Merkmals im Produkt nicht überschritten wird (Legan et al., 2001; Weiss, 2006). Die Lebensmittelunternehmer entscheiden in einem gewissen Maß über die Anzahl der Probenahmen. Die Probenahmehäufigkeit kann in Art und Umfang an die Betriebsgröße angepasst werden, sofern die Lebensmittelsicherheit nicht gefährdet ist. In vielen Fällen wird vom Betrieb auf die Überprüfung jedes Lot verzichtet, sei es, weil der Betrieb vorgelagert kritische Kontaminationspunkte durch ein betriebseigenes Monitoring beobachtet, oder über eine

gute Produkt-„History“ verfügt. Der Betrieb geht dabei ein bestimmtes Risiko ein, dass ein Lot einen Grenzwert überschreiten wird. Solche Entscheidung werden betriebs- und produktspezifisch gefällt und hängen auch von den zur Verfügung stehenden personellen und finanziellen Ressourcen ab. InterLab (<http://www.interlab-ev.de/>) versucht mit seinem Projekt „InterLab-Leitfaden zur Wahrnehmung der Sorgfaltspflicht milchwirtschaftlicher Betriebe“ eine Empfehlung für die zu untersuchenden Merkmale und die Untersuchungshäufigkeit von Lots zu machen.

Qualitätssicherung und Probenahmeunsicherheit

Die primäre Aufgabe der Qualitätssicherung in der Probenahme ist die Sicherstellung, dass die Proben wirklich das sind, für was sie stehen. Um das zu garantieren, gelten bei der Probenahme die gleichen Grundsätze wie überall in der Qualitätssicherung. Es müssen validierte Verfahren, datierte und visierte Vorgabedokumente, Aufzeichnungen und Kompetenzregelungen vorhanden sein, um Rückverfolgbarkeit und Rück-

führbarkeit der Resultate zu garantieren. Ein dringender Bedarf an Information besteht bei der Ermittlung der Probenahmeunsicherheit. Detailliert beschrieben und mit Beispielen versehen, finden sich Ansätze und Methoden zur Abschätzung des Messunsicherheitsbeitrags der Probenahme in einem internationalen Leitfaden (Ramsey und Ellison (Eds.), 2007) und einem Handbuch (Grøn et al., 2007).

Empfehlungen zu Probenahme bei Milch und Milchprodukten

Die Revision des Standards DIN EN ISO 707 : 2009 (identisch mit ISO 707 | IDF 50 : 2008) „Milch und Milcherzeugnisse – Leitfaden zur Probenahme“ wurde vor einigen Jahren beendet. Der überarbeitete Standard ist in einige generelle, kürzere Kapitel aufgegliedert, beschreibt dann detailliert die produktspezifischen Probenahmetechniken und schließt mit einigen technischen Anhängen. Der Standard wird oft in behördlichen und privatrechtlichen Dokumenten verbindlich vorgeschrieben. Dabei wird vergessen, dass es sich „nur“ um

einen Leitfaden handelt, der nicht alle Situationen und Bedürfnisse abdeckt. Es ist deshalb zwingend, zusätzliche Anforderungen schriftlich festzulegen, wie z.B. an Mengen, Temperaturen und Probenahmetechniken. Der Standard schließt die automatische Probenahme explizit aus.

Schlussfolgerung

Die Probenahme, speziell von Milch und Milchprodukten, ist in amtlichen Dokumenten mehrfach in Form von statistischen Probenahmeplänen und Vorgaben an die Probenahme beschrieben. In den Laboratorien ist man sich der Probenahmeproblematik mehrheitlich bewusst, sie spielen aber oft keine aktive Rolle bei der fachlichen Beratung und Unterstützung der Kunden. Schwachpunkte im Probenahmeprozess werden erahnt, aber selten systematisch untersucht und quantifiziert. Leitfäden dazu sind vorhanden. Hier ist ein vermehrtes Engagement und die Zusammenarbeit von Labors und amtlicher Überwachung notwendig.

Literaturverzeichnis kann in der Redaktion angefordert werden.



© LVBM