

# Mikrowellenaufschlüsse zur Quecksilber-Bestimmung

## Bedeutung für die Lebensmittelanalytik

**Quecksilber wird bereits seit der Antike verwendet und ist heute auf Grund seiner Mobilität weit verbreitet. Noch immer werden durch den Menschen, vor allem in Verbrennungsreaktionen, enorme Mengen des toxischen Elements in die Umwelt abgegeben. Quecksilber reichert sich in der Nahrungskette an, wobei insbesondere organische Verbindungen (v. a. Methylquecksilber) sich in fettreichem Gewebe anreichern und somit in die Nahrungskette gelangen.**

Der Nachweis von Quecksilber in Lebensmitteln erfolgt zumeist nach nasschemischem Aufschluss mittels Kaltdampf-AAS (CV-AAS). Die Kunst liegt hierbei aber weniger im Nachweis sondern vielmehr im verlustfreien Aufschluss des Probenmaterials. Verluste treten häufig durch Verdampfung bei höheren Aufschlussstemperaturen auf. Ein vollständiger Aufschluss ist hierbei unerlässlich, um sicher zu stellen, dass Methyl- oder Ethylverbindungen während dem Aufschluss nicht in die leichter flüchtigen Organo-Chlor-Verbindungen überführt werden.

Zudem wird in älteren Literaturstellen und einzelnen Normen [1] Quarzglas als Gefäßmaterial an Stelle von PTFE empfohlen, da es mit PTFE auf Grund der Oberflächenrauigkeit und Porosität des Materials zu Minderbefunden kommen kann. Mit TFM-PTFE, speziell isostatisch gepresstem TFM-PTFE, treten diese Effekte heute nicht mehr auf und aktuelle Normen lassen dieses Material ebenfalls zu [2].

Im Folgenden soll gezeigt werden, dass Quecksilber aus Lebensmittelproben über Jahre, mittels Mikrowellenaufschluss unter Verwendung isostatisch gepresster TFM-PTFE Druckgefäße, reproduzierbar und mit ausreichender Genauigkeit analysiert werden kann. Die beeindruckende Lebensdauer der Gefäße reduziert die Betriebskosten des Systems deutlich.

### Geräte- und Versuchsbeschreibung

Alle Aufschlüsse wurden in einer speedwave MWS-3+ von Berghof Products + Instruments

GmbH mit DAP-60+ Gefäßen (60 ml, 40 bar, 260 °C) durchgeführt. Dies sind massive Druckgefäße aus isostatisch gepresstem TFM-PTFE, d.h. das Gefäß und der Deckel sind vollständig, druckfest aus TFM-PTFE gefertigt. Ein Druckmantel und/oder Deckel aus einem anderen bedingt mikrowellentransparenten und nicht säureresistenten Kunststoffmaterialien wird nicht benötigt. Alle Gefäße bestehen aus wenigen Einzelteilen und sind entsprechend schnell und einfach zu Verschließen bzw. zu Öffnen. Dieses erfolgt manuell ohne spezielles Werkzeug. Verluste werden erfolg-



reich vermieden durch druckfesten, permanenten Verschluss der Gefäße mit einem TFM-PTFE Deckel mit integrierter Dichtlippe. Eine Berstscheibe dient hierbei als Überdrucksicherung.



Abb.1: Mikrowellenaufschlusssystem speedwave MWS-3+



Das System ist inkl. Gefäße nunmehr seit ca. 6 Jahren in der Routineanalytik von Lebensmittelproben im Einsatz. Zum Aufschluss werden 250–500 mg getrocknetes Probenmaterial ein-

gewogen und in einer Säuremischung bestehend aus 5 ml  $\text{HNO}_3$  und 2 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$  bei 180 °C in 15–20 min aufgeschlossen. Die Proben wurden mit bidest. Wasser in einen Messkolben überspült und auf 25 ml verdünnt. Die Gefäße sind freistehend im Drehteller platziert, wodurch sie Wärme direkt an die Ofenluft abgeben können. Dadurch sind sie bereits nach 15 Minuten so weit abgekühlt, dass sie gefahrlos geöffnet werden können.

Die Reinigung der Gefäße erfolgt lediglich durch Spülen mit bidest. Wasser und verdünnter Säure oder bei sichtbarer Verschmutzung mit Hilfe eines Blindaufschlusses.

### Ergebnisse

Grundsätzlich lassen sich mit dem dargestellten Verfahren Quecksilber und andere Schwermetalle aus pflanzlichem Material mit ausreichender Genauigkeit und Reproduzierbarkeit bestimmen. Dies wurde durch 6-fach Bestimmung von zertifizierten Tomatenblätter (Referenzmaterial NIST 1573a) belegt (siehe Tab. 1). Die Wiederfindungsraten liegen für die untersuchten Elemente zw. 94 und 106 % und die Bestimmungsgrenzen bei 0,01 und 0,05 mg/kg aus der Trockensubstanz.

In Abbildung 3 sind die Analysenergebnisse von Quecksilber in zertifiziertem Thunfisch (Referenzmaterial BCR-463) im Zeitraum von August 2005 bis Juli 2008 dargestellt. Die mittlere Wiederfindungsrate über diesen Zeitraum beträgt 93,3 % mit einem Variationskoeffizienten von 6,4 %. In diesem Referenzmaterial liegt das Quecksilber überwiegend als Methyl-



Abb. 2: Flexible, modulare Gefäße

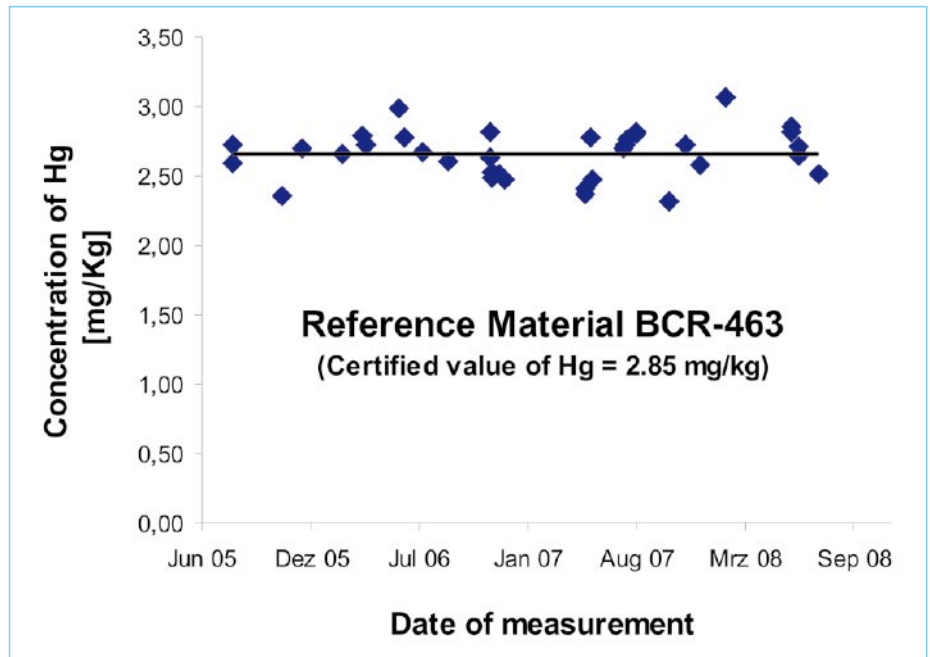


Abb. 3: Quecksilber-Analytik aus Thunfisch nach Aufschluss (Reference Material BCR-463, certified value 2,85 mg/kg)

Tab. 1: Schwermetall-Analytik aus Tomatenblättern mit speedwave MWS-3+ und DAP-60+ Gefäßen (Reference Material NIST 1573a)

Element	Limit of determination [µg/g]	Result [µg/g]	Certified value [µg/g]	Recovery [%]
Cd	0,01	1.52 ± 0.01	1.52 ± 0.04	100
Cr	0,05	1.94 ± 0.23	1.99 ± 0.06	97,5
Ni	0,05	1.49 ± 0.10	1.59 ± 0.07	93,7
Hg	0,01	0.036 ± 0.004	0.034 ± 0.004	106

Quecksilber vor (zertifizierter Wert 3,04 mg/kg). Damit wird auch deutlich, dass mit diesem Aufschlussverfahren das Methyl-Quecksilber vollständig zersetzt und in der anschließenden Bestimmung erfasst wird.

Die Daten belegen darüber hinaus, dass mit der vorgestellten Aufschlusstechnik über Jahre verlässliche Analyseergebnisse erhalten werden. Teure Quarzgefäße, die zudem leicht zerbrechen können, müssen nicht verwendet werden.

### Fazit

Jeder Analytiker ist heute bemüht, die Betriebskosten für seine Prozesse zu reduzieren. Bei Verwendung massiver TFM-PTFE Druckgefäße kann man, ohne signifikante Qualitätseinbußen in Kauf nehmen zu müssen, die beachtliche Lebensdauer von mindestens 3 oder sogar mehr Jahren erreichen. Damit können die laufenden Betriebskosten auf den Austausch kleinerer

Ersatzteile, wie z.B. Innendeckel und Berstscheiben, reduziert werden.

### Literatur

- [1] DIN EN 13805, Juni 2002 und §35 LMBG, L00.00-19/1 Dezember 2003
- [2] z.B. DIN EN 1483, Juli 2007, EPA 3051a und EPA 3052

### KONTAKT

**Dr. Dieter Gutwerk**  
 Berghof Products+Instruments GmbH  
 Eningen  
 Tel.: 07121/894-202  
 Fax: 07121/894-300  
 info@berghof-instruments.de  
 www.berghof-instruments.de