



AG Futtermittel Jahresbericht 2013

Obfrau: Dr. Gudrun Schulz-Schroeder, Hamburg

Zum 31.12.2013 hatte die Arbeitsgruppe 15 aktive Mitglieder aus den Bereichen amtliche Futtermitteluntersuchung und -überwachung, unabhängige Prüflaboratorien, freiberuflich tätige Lebensmittelchemiker und der Futtermittelindustrie. Im Jahr 2013 ist die AG Futtermittel zu einer zweitägigen Sitzung (13. und 14. Mai) im Institut für Hygiene in Hamburg zusammen gekommen.

Das Schwerpunktthema der Arbeitsgruppensitzung war die Mykotoxanalytik. Daneben wurden auch regelmäßig zu besprechende Themen bearbeitet. Folgende Themen wurden besprochen, zu denen z.T. auch externe Referenten gewonnen werden konnten.

- Bedeutung der Probenvorbereitung in der Mykotoxanalytik von Lebens- und Futtermitteln
- Qualitätssicherung in der Mykotoxanalytik
- Techniken zur Empfindlichkeits- und Selektivitätssteigerung bei der LC-MS/MS Analytik von Mykotoxinen
- Unerwünschte Stoffe – Doppelbestimmung, Wiederfindungsrate, Messunsicherheit, Meldepflicht – Aflatoxine in serbischem Mais 2013
- Universitäre Ausbildung von Lebensmittelchemiker/innen im Fach Futtermittel
- Futtermittelrechtliche Entwicklungen
- Weiterentwicklung der AG Futtermittel LChG

Zur Probenvorbereitung von Lebens- und Futtermitteln zur Mykotoxanalytik konnte die AG einen ausgesprochenen Fachmann der Mykotoxanalytik aus der amtlichen Futtermittelüberwachung als Referenten gewinnen. Dr. Hubertus Swaczyna (Institut für Hygiene und Umwelt Hamburg) hat in seiner langjährigen Tätigkeit als einen seiner Untersuchungsschwerpunkte die Optimierung der Probenvorbereitung gesetzt und berichtete aus diesem Erfahrungsschatz. Die Mykotoxanalytik ist gekennzeichnet durch eine extrem inhomogene Verteilung der Toxine innerhalb der Lebens- und Futtermittelproben. Probenbezogene Zerkleinerungen und jeweils spezielle Homogenisierungen der Proben stehen hierbei im Focus. In seinem Vortrag stellte Herr Dr. Swaczyna die verschiedenen Zerkleinerungs- und Homogenisierungsgeräte vor und berichtete über Vor- und Nachteile auch in Verbindungen mit der zu zerkleinernden Matrix. Die beste Homogenität wird bei der Nass-Vermahlung mit dem Chargenmischer erreicht. Als Faustregel für die Wasserzugabe gibt er an, dass sich der komplette Inhalt während der gesamten Homogenisierungszeit bewegen muss. Die Grenzen der Nass-Vermahlung werden durch stärkereiche Produkte erreicht, so dass hier die Trocken-Vermahlung mit Prall- oder Schneidmühlen vorteilhafter ist. Im Gegensatz zur Nasshomogenisierung erfolgt die Trockenhomogenisierung stets in einem von der Vermahlung getrennten gesonderten Arbeitsgang. Herr Dr. Swaczyna wies insbesondere auch daraufhin, dass die gesetzlich vorgeschriebenen Probenmengen von Lebens- und Futtermitteln recht unterschiedlich sind.

Im Anschluss an den ersten Sitzungstag erfolgte eine umfangreiche Besichtigung der Laborvorbereitungsräume für Lebens- und Futtermittel, zum Teil mit einer Demonstration der Geräte.

Ein Validierungskonzept zur Mykotoxanalytik stellte Frau Simone Staiger von Eurofins Hamburg vor. In den Laboratorien von Eurofins Hamburg wurden interne Akzeptanzkriterien zur Qualitätssicherung in einem Klassifizierungskonzept für Matrixgruppen erarbeitet. Bei der Vielzahl der zu analysierenden Matrices in einem Handelslabor stellt es eine umfassende Möglichkeit dar – ähnlich wie bei Pestizidvalidierungsverfahren – Matrixgruppen zu definieren und diese zu validieren. Nach folgendem Klassifizierungskonzept wurde vorgegangen:
Klassifizierungskonzept Mykotoxanalytik (Eurofins Hamburg)

Nr.	Zuordnung nach Inhaltsstoffen	Matrices
I	Kohlenhydrat- u. stärkereich	Getreide u. -erzeugnisse
II	Hoher Fettgehalt neben Protein	Nüsse u.- erzeugnisse
III	Hoher Fettgehalt	Fette, Öle

IV Hoher Proteingehalt neben Fett Fleisch

In der Routine werden zur arbeitstäglichen Qualitätssicherung Kontrollkarten verwendet. Mit internen Referenzmaterialien werden Wiederfindungen oder Sollwerte ermittelt.

Dr. Hübner vom Arbeitskreis Prof. Dr. Humpf (Universität Münster, Institut für Lebensmittelchemie) berichtete der Arbeitsgruppe von neuen Techniken zur Empfindlichkeits- und Selektivitätssteigerung bei der LC-MS Analytik von Mykotoxinen. Bei der Weiterentwicklung eines MS-Messgerätes gelang eine Empfindlichkeits- bzw. Selektivitätssteigerung durch erhöhten Einlass von Ionen in die MS-Quelle. Dies führt allerdings auch zum schnelleren Verschmutzen der Quelle, da dem Gerät auch mehr Matrix zugeführt wird. Die Empfindlichkeit konnte um den Faktor 10 gesteigert werden. Eine zweite Möglichkeit zur Empfindlichkeitssteigerung setzt das Vorhandensein eines Triple-Quadrupol-Gerätes (LC-MS/MS) voraus. Wenn der dritte Quadrupol als lineare Ionenfalle genutzt wird, kann das zu messende Ion „angereichert“ werden.

Eine weitere Möglichkeit zur Selektivitätssteigerung bietet die relativ neue Methode der Differenziellen Ionenmobilitäts-Spektrometrie (DMS). Vor der eigentlichen Trennung nach dem Masse/Ladungsverhältnis im Quadrupol erfolgte eine zusätzliche (Vor-)Trennung auf Grund sterischer Eigenschaften (Größe, Form). Diese Methode ist gut geeignet um Matrix zu unterdrücken. Die Einstellungen müssen allerdings für jeden Analyten optimiert werden, daher ist die DMS für Multimethoden nicht so gut geeignet.

Durch Verwendung der mikroLC kann ebenfalls eine Verbesserung der Empfindlichkeit erreicht werden, da es hier zu schärferen Peaks und damit höheren Ionenausbeuten kommt. In einem vorgestellten Beispiel konnten so 3–4fache Empfindlichkeitssteigerungen erreicht werden. Letztlich wurde durch Kombination zweier Techniken (neues empfindliches Gerät, mikroLC) und einer einfachen „dilute and shoot“-Aufarbeitung eine optimierte Methode zur Trennung von 8 Toxinen in 5 min erreicht, die die Anforderungen an die aktuell zu erreichenden Nachweisgrenzen erfüllt. Ein Hinweis auf eine bevorstehende Veröffentlichung des Arbeitskreises Prof. Dr. Humpf zum Thema Herstellung von isotoopenmarkierten ¹⁸O-Standards für Mykotoxinanalytik rundete den Vortrag ab.

Das Arbeitsgruppenmitglied Dr. Benedikt Brand berichtete am Beispiel einer aktuellen Futtermittelbelastung von serbischem Mais mit Aflatoxinen über die Handhabung von Doppelbestimmungen, Wiederfindungsraten, Messunsicherheiten und die Meldepflicht bei der Untersuchung, Bewertung und Verfolgung von Futtermittelproben in der amtlichen Futtermittelüberwachung. Für eine Beanstandung ist laut Verordnung (EG) Nr. 152/2009 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln ein Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen von separaten Einwaagen erforderlich (s. Anhang II, Teil C, Nr. 4). Der Begriff Doppelbestimmung ist nicht genau definiert, insofern könnten verschiedene Verfahren angewandt werden (doppelte Messung, doppeltes Clean-Up, doppelte Einwaage, verschiedene Labore u.a.). Der sinnvollste Ansatz ist wohl wie in der VO(EG) Nr. 152/2009 auch beschrieben, die doppelte Einwaage aus ein und demselben Homogenisat. So wurde auch mit den Proben des serbischen Mais verfahren. Juristisch ist das aber noch nicht abschließend geklärt.

Eine Wiederfindungskorrektur ist bei Verdachtsproben zwingend erforderlich (s. Anhang II Teil C, Nr. 6 der genannten VO). Auch hier stellt sich die Frage, wie die Wiederfindung konkret zu ermittelt ist, so dass sie im Einklang mit den Vorgaben steht bzw. allgemein anerkannt ist. Für die genannte Aflatoxin-Kontamination erfolgte die Wiederfindungskorrektur einzeln in jeder Batch über dotierte Blank-Proben gleicher Matrix. Abschließend ist bei den ermittelten Analyseergebnissen auch noch die erweiterte Messunsicherheit zu berücksichtigen. In diesem Fall entspricht die erweiterte Messunsicherheit den Analysenspielräumen (ASR) des VDLUFA. Die Berücksichtigung erfolgt nur durch Abzug der erweiterten Messunsicherheit vom ermittelten Analyseergebnis. Eine Betrachtung des Analyseergebnisses zuzüglich der erweiterten Messunsicherheit ist nicht vorgesehen (s. Anhang II Teil C, Nr. 6 der genannten VO).

Nach den Fachvorträgen wurden noch einmal abschließend über die in 2011 und 2012 erarbeiteten Vorschläge zur universitären Ausbildung von Lebensmittelchemiker/innen im Masterstudiengang diskutiert. Die Inhalte sollen Grundlage für ein Positionspapier sein, das bis zur nächsten Sitzung erarbeitet werden soll.

Wie auf jeder Arbeitsgruppensitzung wurde auch über futtermittelrechtliche Entwicklungen berichtet. Am Ende der Sitzung wurde beraten, wie die Aktivität der Arbeitsgruppe gesteigert werden kann. Aktive und korrespondierende Mitglieder sollen noch einmal persönlich

angesprochen werden. Auch eine Zusammenarbeit mit der AG Junge Lebensmittelchemiker/innen wurde vorgeschlagen. Der Arbeitsschwerpunkt für die nächste Sitzung am 08.04.2014 in Frankfurt soll die Analytik von Pestiziden in Futtermitteln sein.