

Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Tätigkeitsbericht FG VI – Futtermitteluntersuchung 2010/2011

Vorsitzende:
Dipl.-Ing. agr. Jürgen Danier
Dr. Anja Töpfer
Dr. Benedikt Brand

Die Arbeit der FG VI Futtermitteluntersuchung war im Berichtszeitraum 09/2010 – 08/2011 im Wesentlichen durch die FG-Sitzungen im September 2010 in Kiel und im April 2011 in Münster geprägt.

Hierbei wurden die Ereignisse zu unerwünschten bzw. verbotenen Stoffen wie Dioxine, Chloramphenicol, Nitrit, Perfluorierte Tenside, Radioaktivität und den Folgemaßnahmen mit Vorträgen aus der Behörde, Wissenschaft und Wirtschaft sachlich abgearbeitet.

Mit der erfolgreichen Durchführung entsprechender Validierungsstudien kamen zwei LC/MS/MS-Multimethoden zur Bestimmung von Fusarientoxinen und von Tetracyclinen im Verschleppungsbereich zur Lesung und wurden als Verbandsmethoden verabschiedet. Sie werden mit der 8.Ergänzungslieferung im VDLUFA Methodenbuch Band III zum Jahresende erscheinen.

Die Auswertebesprechung der umfangreichen VDLUFA Futtermittel Enquete (ehemals Bonner Enquete) zur Laborqualitätssicherung und der Harnstoff Enquete zur Ableitung von VDLUFA Analysenspielflächen waren ein wesentlicher Bestandteil, auch mit Blick auf eine angestrebte Kooperation mit den Nationalen Referenzlaboratorien zur Umsetzung der VO (EG) 882/2004.

Daneben wurden die Aktivitäten des Gemeinschaftlichen Referenzlabors (EURL) für Zusatzstoffe zur Autorisierung von Zusatzstoffen durch die Europäische Kommission vorgestellt und hierzu Analysemethoden für MHA durch zwei Firmenvertreter aus den USA und Frankreich der Fachgruppe präsentiert.

Natürlich kamen auch die Inhaltsstoffe nicht zu kurz: So wurden die Ergebnisse der DLG und VFT Prüfungen aus dem Jahre 2010 und zu den umfangreichen VDLUFA Ringversuchen in Mais- und Grassilagen via Nasschemie und NIRS erläutert. Ein Vortrag zur Erhebung der Tränkwasserqualität in Bayern rundete die Grundfuttermittelanalytik ab.

Arbeitskreis 'PCR-Analytik' - Brigitte Speck

Im Berichtszeitraum fanden vier Sitzungen am 28.-29.04.2010 und am 2.-3.12.2010 in Jena, am 6. -7. Juni in Karlsruhe und am 28.-29.11 in Oberschleißheim statt.

Im ersten Quartal 2010 wurde der 2. Ringversuch zur DNA-Extraktion durchgeführt. Es wurden die verschiedenen Hausmethoden der Labore verglichen, um eventuell eine noch geeignetere Methode zur im ersten Ringversuch einheitlich getesteten CTAB-Methode zu finden. Als Probenmaterial wurde wiederum ein Maiskleber gewählt, der sich im Vorfeld als eine besonders schwierige Matrix herausgestellt hatte. Es beteiligten sich 11 Labore. Jedes teilnehmende Labor musste drei DNA-Extrakte herstellen, die anschließend alle einer einheitlichen Messung der DNA-Extrakte im LLBB (DNA-Konzentrationsbestimmung und Herstellung der Verdünnungen 1:5, 1:10 und 1:50) zur Bestimmung der Ct-Werte für das hmg-Gen zugesendet wurden. Die notwendigen Chemikalien wurden dankenswerter Weise vom BVL bereitgestellt. Die Auswertung ergab, dass drei Methoden, darunter eine CTAB-Methode, basierend auf der IRMM-Methode, und zwei verschiedene WIZARD-Methoden sehr gut geeignet sind. Da die beiden WIZARD-Methoden sehr ähnlich sind, sollen nun lediglich die zwei besten Methoden in einem weiteren Ringversuch verglichen werden.

Die Überarbeitung des Futtermittelkonzeptes zur Untersuchung von GVO insbesondere bezüglich neuer und geeigneter konstruktsspezifischer Nachweissysteme war im Jahr 2010 eine zentrale Aufgabe des Arbeitskreises. Die überarbeitete Version wurde zum Ende des Jahres 2010 verabschiedet und im



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Februar 2011 auf der Homepage des VDLUFA veröffentlicht. Im dritten Quartal des Jahres wurde mit der in der Übersetzung ins Englische begonnen. Dieses Papier soll noch im ersten Quartal des kommenden Jahres verabschiedet werden.

Eine zentrale Aufgabe im Jahr 2011 war die Erarbeitung einer Stellungnahme zum Vorschlag der EU-Kommission für einen Toleranzwert von 0,1 % für nicht zugelassene im Genehmigungsverfahren befindliche GVO in Agrarimporten. Der Verordnungsentwurf erschien zunächst wenig praktikabel und er war in manchen Punkten nicht eindeutig formuliert. Die Stellungnahme wurde unter Einbeziehung des überarbeiteten EU-Vorschlags an das BVL, an die Fachgruppe Futtermittel des VDLUFA, an die AFU und an ein Mitglied des STALUT adressiert. Alle wesentlichen Punkte wurden in der Umsetzung des Entwurfes zur Verordnung (EU) Nr. 619/2011 berücksichtigt. Die Verordnung ist seit dem 15. Juli 2011 in Kraft. Die Konsequenzen in der praktischen Umsetzung werden uns noch einige Zeit beschäftigen.

Die Kennzeichnung von GVO bei botanischen Verunreinigungen war auf beiden Sitzungen im Jahr 2011 ein wichtiger Diskussionspunkt. Der aktuell in Überarbeitung befindliche Orientierungsrahmen zur Überwachung des Herstellens, Behandelns, Verwendens und Inverkehrbringens von Futtermitteln im Zusammenhang mit gentechnisch veränderten Organismen hat diese besondere Problematik erstmals aufgenommen. Praktische Untersuchungen sind für das kommende Jahr angedacht.

Die Aktualisierung des Probenahmeschemas für die GVO-Analytik in Futtermitteln bzgl. der neuen VO (EG) 152/2010 wurde auf die Homepage des VDLUFA eingestellt.

Zur Suche einer Möglichkeit zum Nachweis weiterer unerwünschter Stoffe wurde an der LUFA Speyer ein Nachweis für Kreuzkraut auf PCR-Basis entwickelt. Ein Vorteil gegenüber der Mikroskopie liegt darin eine größere Probenmenge durch Trocknung und Homogenisierung untersuchen zu können. Um die Methode als VDLUFA-Methode zu etablieren wird ein Ringversuch benötigt. Zuerst soll jedoch versucht werden, die Methode als Real-Time-System weiter zu entwickeln.

Weitere Aktivitäten der Arbeitsgruppe bestehen in der Mitarbeit in der §64 LFGB Arbeitsgruppe zur Zusammenführung von Methoden zum Nachweis von gentechnisch-veränderten Lebens- und Futtermitteln, sowie in der Mitarbeit in der AFU-Projektgruppe GVO.

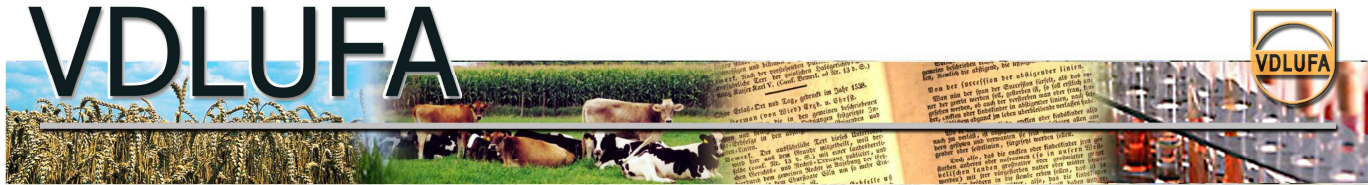
Frau Dr. Domey hat den Vorsitz des PCR-AK sowie ihre Mitgliedschaft in der §28b GenTG AG infolge der Übernahme zusätzlicher Aufgaben in der TLL abgegeben. Anfang 2011 hat Frau Speck vom Landwirtschaftlichen Technologiezentrum Augustenberg in Karlsruhe den Vorsitz übernommen.

Arbeitskreis 'Futtermittelmikrobiologie' - Dr. Henriette Mietke

Der AK Futtermittelmikrobiologie tagte zusammen mit dem AK Mikrobiologische Analytik vom 09.-11.03. 2010 am Futtermittelinstitut Stade, vom 27.-28. 05. 2010 am Landesinstitut Tiergesundheit und Futtermittel Oberschleißheim sowie vom 11.-12.05.2011 am LTZ Augustenberg. Außerdem hat die BfUL Leipzig 3 Telefonkonferenzen mit Mitgliedern des Arbeitskreises organisiert und durchgeführt, was die Arbeit wesentlich vereinfacht und effektiviert hat. Hierbei wurden folgende Themen behandelt:

1. Mikrobiologische Untersuchung probiotischer Futterzusatzstoffe

Das Hauptanliegen zu diesem Thema bestand in der Fortführung des Methodenvergleiches VDLUFA/DIN EN ISO für weitere probiotische Mikroorganismen. So wurden die Ringversuche 381Q (Calsporin, *B. subtilis*), 384Q (Bioplus 2B, *B. subtilis/B. licheniformis*) sowie 390Q (*Enterococcus faecium*) in diesem Zeitraum abschließend durchgeführt. Aus dem gesamten Datenmaterial entstand die „Stellungnahme des Arbeitskreises (AK) Futtermittelmikrobiologie zur Vergleichbarkeit der CEN/DIN Methoden für den quantitativen Nachweis von probiotischen Futterzusatzstoffen“. Dieses Schriftstück ist Grundlage zur prinzipiellen Argumentation gegen die bestehende Methodenkaskade, welche vorgibt, dass im speziellen Fall die DIN EN ISO-Methode anzuwenden ist. Das Papier ist dem BfR, dem BMELV, der Industrie, der AFU und den Länderreferenten bekannt. Es wurde ins Englische übersetzt und dem EURL sowie dem Sekretär des CEN/TC 327 'Animal Feedingstuffs' vorgestellt. Eine Veröffentlichung in einem wissenschaftlichen Fachorgan steht noch aus. Die Entscheidung zur Durchführung von Probiotikauntersuchungen im amtlichen Bereich obliegt nun den Ländern, Untersuchungen von Mineralfut-



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

termitteln müssen ohnehin mit der VDLUFA-Methode durchgeführt werden, da die DIN EN ISO-Methoden nicht für Mineralfuttermittel validiert wurden.

In Vergangenheit traten Schwierigkeiten in der Analytik von *Saccharomyces cerevisiae* MUCL 39885 in Mineralfuttermitteln auf. In Vorversuchen wurde dieses Problem durch leichte Modifizierung der Methodik behoben. Der Ringversuch 399M *Saccharomyces cerevisiae* in einem Mineralfuttermittel für Rinder validierte diese Methodenänderung.

Sämtliche Methodentexte (28.2.1-28.2.6 MBIII) wurden inhaltlich und redaktionell für den Druck der 8. Ergänzungslieferung des Methodenbuches überarbeitet. Die VDLUFA-Methoden zur Untersuchung von probiotischen Futterzusatzstoffen in Mineralfuttermitteln sind in die ASU nach § 64 LFGB aufgenommen worden.

2. Methodenlesungen

Die Methodentexte 28.1.2 Bestimmung der Keimgehalte an Bakterien, Hefen, Schimmel- und Schwärzepilzen, 28.1.3 Verfahrensanweisung zur Identifizierung von Bakterien, Hefen, Schimmel- und Schwärzepilzen als produkttypische oder verderbanzeigende Indikatorkeime sowie 28.1.4 Verfahrensanweisung zur mikrobiologischen Qualitätsbeurteilung wurden inhaltlich und redaktionell für die 8. Ergänzungslieferung überarbeitet. Die inhaltlichen Veränderungen und Ergänzungen in der 28.1.4 wurden in der Fachgruppe VI diskutiert und beschlossen.

Der Methodentext 28.3.2 Bestimmung von sulfitreduzierenden Clostridien wurde weiter überarbeitet. Dazu wurde ein erster Ringversuch 392M Bestimmung von sulfitreduzierenden Clostridien in Milchpulver nach VDLUFA-Methode 28.3.4 gemeinsam mit dem Deutschen Referenzbüro für Lebensmittelringversuche und Referenzmaterialien durchgeführt. Mit einem Besten Schätzwert für den Gesamtgehalt an Clostridien von 48 KBE/g lag das Probenmaterial allerdings weit unter den im Routinebetrieb üblichen Keimzahlen in der Nähe der Bestimmbarkeitsgrenze der Methode. Der Ringversuch diente zunächst der Feststellung der Vergleichbarkeit des Teilnehmerkreises mit der Gesamtheit der Labor Teilnehmer an den sonstigen Clostridienringversuchen. In weiteren Validierungsringversuchen soll mit mindestens 200 KBE/g Probenmaterial in einer Silagematrix gearbeitet werden.

Die Arbeitsanweisungen 1.4 Entnahme, Transport und Aufbewahrung von Proben halbflüssiger und flüssiger Futtermittel unter besonderer Berücksichtigung mikrobiologischer Untersuchungen sowie 1.6 Entnahme, Transport und Aufbewahrung von Futtermitteln mit hohem Feuchtigkeitsgehalt unter besonderer Berücksichtigung mikrobiologischer Untersuchungen wurden weiter bearbeitet und zur Frühjahrstagung 2010 der Fachgruppe VI erstmalig vorgestellt. Die Methoden sollen gemeinsam mit dem AK Grundfutter weiter bearbeitet werden. Da ein gemeinsames Treffen der beiden AK nicht zustande kam und das Thema im AK Grundfutter nicht weiter erörtert wurde, schlug der AK Futtermittelmikrobiologie die Fortführung dieser Arbeiten in einem kleinen gemeinsamen Kreis aus beiden AK's vor. Da es daraufhin zu keinerlei Reaktionen seitens des AK Grundfutter gab, beabsichtigt der AK Futtermittelmikrobiologie die Methoden ausschließlich auf mikrobiologische Belange zu beschränken und die Methodenlesung im eigenen Kreise fortzusetzen.

3. Orientierungswerte

Im Berichtszeitraum wurden die Orientierungswerte für pelletiertes Pferdefutter und Kaninchenfutter erarbeitet und beschlossen. Die Orientierungswerte wurden von der FG VI bestätigt und sind Grundlage der amtlichen Futtermittelkontrolle seit Juni 2010. Die Werte wurden in die Orientierungswerttabellen der Verfahrensanweisung 28.1.4 für die 8. Ergänzungslieferung integriert.



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Pelletiertes Kaninchenfutter:

KG 1 x 10 ⁶ KBE/g	KG 2 x 10 ⁶ KBE/g	KG 3 x 10 ⁶ KBE/g	KG 4 x 10 ³ KBE/g	KG 5 x 10 ³ KBE/g	KG 6 x 10 ³ KBE/g	KG 7 x 10 ³ KBE/g
0,2	0,2	0,01	1	3	1	2

Pelletiertes Pferdefutter:

KG 1 x 10 ⁶ KBE/g	KG 2 x 10 ⁶ KBE/g	KG 3 x 10 ⁶ KBE/g	KG 4 x 10 ³ KBE/g	KG 5 x 10 ³ KBE/g	KG 6 x 10 ³ KBE/g	KG 7 x 10 ³ KBE/g
0,5	0,5	0,01	2	6	1	5

Des Weiteren wurden die bestehenden Orientierungswerte sämtlicher Getreidearten (Körner und Schrote) überarbeitet. Grund dafür war die Tatsache, dass in der Pilotstudie Futtermittelmikrobiologie seinerzeit keine Datenerhebungen für den mikrobiologischen Status von Hafer, Gerste und Mais erfolgte, sondern diese Orientierungswerte lediglich von den erarbeiteten OW's für Weizen/Roggen/Triticale abgeleitet wurden. Ausgewertet wurden ausschließlich die mikrobiologischen Ergebnisse von Planproben der amtlichen Futtermittelkontrolle. Folgende statistische Daten liegen den neuen Orientierungswerten zugrunde:

Futtermittel	n =	Proben		Untersuchungs- laboratorien
		aus Jahren	Untersuchung von – bis	
Novellierungen				
Hafer	329	9	2002-2010	9
Gerste	406	9	2002-2010	9
Weizen/Roggen/Triticale	506	9	2002-2010	9
Mais	210	9	2002-2010	9



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Die neuen Orientierungswerte wurden in der FG VI ausgiebig diskutiert und bestätigt. Sie sind Grundlage der amtlichen Futtermittelkontrolle seit September 2011. Die Werte wurden in die Orientierungswerttabellen der Verfahrensweisung 28.1.4 für die 8. Ergänzungslieferung integriert. Folgende Änderungen wurden vorgenommen:

Getreide	KG 1 Mio KBE/g	KG 2 Mio KBE/g	KG 3 Mio KBE/g	KG 4 Tsd. KBE/g	KG 5 Tsd. KBE/g	KG 6 Tsd. KBE/g	KG 7 Tsd. KBE/g
Hafer alt	15	1	0,1	70	30	2	50
Hafer neu	50	1	0,05	200	50	2	200
Gerste alt	8	1	0,1	60	30	2	50
Gerste neu	20	1	0,05	40	30	2	100
Weizen alt	5	1	0,1	50	30	2	50
Weizen neu	5	0,5	0,05	30	20	2	30
Mais alt	5	1	0,1	40	30	2	50
Mais neu	2	0,5	0,05	20	30	5	60

4. Sonstiges

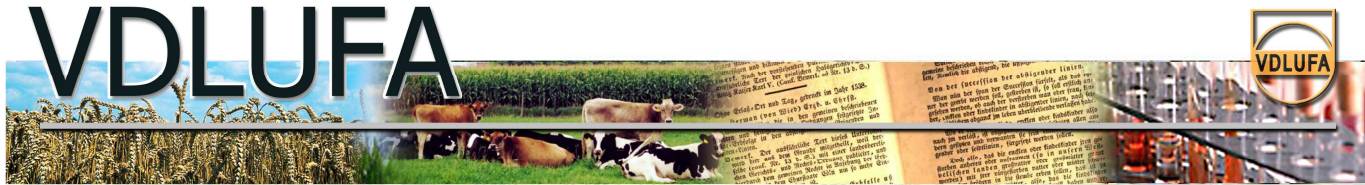
Der VDLUFA ist über den AK Futtermittelmikrobiologie im DIN Arbeitsausschuß „Mikrobiologische Lebensmitteluntersuchung einschließlich Schnellverfahren“ in einigen Projektgruppen vertreten sowie im Verbundprojekt SiLeBAT des BfR ein assoziierter Projektpartner.

Arbeitskreis `Mikrobiologische Analytik` - Dr. Wolfgang Wagner

Der AK Analytische Mikrobiologie tagte zusammen mit dem AK Mikrobiologie vom 11.-12. Mai 2011 am LTZ Augustenberg in Karlsruhe. Hierbei wurden folgende Themen behandelt:

Es werden weiterhin Anstrengungen unternommen, Möglichkeiten zur Senkung der Nachweisgrenzen des Grundmoduls (VDLUFA-Methode 28.4.1) zu finden, um den Anforderungen der Richtlinie 2009/8/EG der Kommission hinsichtlich Höchstgehalten an Kokzidiostatika und Histomonostatika gerecht zu werden. Neben den im Tätigkeitsbericht des Vorjahres genannten Ansatzpunkten wurde nun im Arbeitskreis auch eine Präinkubation der Testplatten bei 4 °C für 18h, sowie einige Variationen dazu diskutiert, wodurch die Hemmstoffgrößen von Antibiotika deutlich ansteigen. Zur Verhinderung, dass Störstoffe dasselbe Verhalten zeigen, muss noch Optimierungsarbeit geleistet werden.

Eine Untergruppe des Arbeitskreises beschäftigt sich nun damit, die zur Verbesserung der Nachweisgrenze notwendigen Kriterien auszuarbeiten und den Methodentext der 28.4.1 anzupassen. Unmittelbar danach soll ein methodischer Ringversuch (Teil 1, Ende 2011/Anfang 2012) durchgeführt werden, um die Nachweisgrenzen einzelner Polyetherantibiotika im Verschleppungsbereich zu validieren. Weiterhin ist eine Q-Enquete in Form eines Proficiency Tests geplant (2. Teil, 2012) bei dem die Labore mit unterschiedlichen Methoden teilnehmen können und die Antibiotikakonzentrationen etwas höher liegen. Das Probenmaterial für beide Enqueten steht zur Verfügung und wurde bereits mit HPLC etc. getestet.



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Arbeitskreis `Mikroskopie` - Dr. Inge Paradies-Severin

Die Mitglieder des AK Mikroskopie trafen sich auf der IAG Jahrestagung im Juni 2010 auf Einladung des „Federal Laboratory for Food and Feed Safety (FLVVT)“ in Tervuren, Belgien. Die IAG Herbstsitzung fand im September 2010 am Institut für Allgemeine Botanik in Hamburg statt.

Folgende Ringuntersuchungen wurden im Berichtsjahr mit internationaler Beteiligung durchgeführt:

1. IAG Ringversuch „Tierisches Protein 2010“ (3 Proben) mit 53 Teilnehmern aus Europa sowie Nord- und Südamerika und Asien. Die von allen Beteiligten erzielten guten Ergebnisse verdeutlichen den hohen Standard der mikroskopischen Untersuchung auf diesem Sektor (0,05 % Fleischknochenmehl werden problemlos erkannt neben 2 % Fischmehl in einem Mischfutter).
2. IAG Ringversuch „Zusammensetzung eines Milchviehfutters“ (1 Probe) mit 25 Teilnehmern. Qualitativ wurden die deklarierten Bestandteile des Mischfutters von allen Teilnehmern erkannt. Die Quantifizierung erfordert ein hohes Maß an Erfahrung, insbesondere bei der mengenmäßigen Schätzung von Futterbestandteilen mit wenig auffälligen, charakteristischen Merkmalen.
3. IAG Ringversuch „Ambrosia (Ambrosia artemisiifolia)“ (1 Probe) mit 30 Teilnehmern. Ambrosia-Samen wurden in einer Vogelfuttermatrix bestimmt. Die Ergebnisse zeigen, dass die IAG-Methode „Determination of Ambrosia (Ambrosia artemisiifolia L.) in Non-pelleted Animal Feedingstuff“ zur Überprüfung der ab Januar 2012 für Ambrosiasamen geltenden rechtlichen Vorgaben eingesetzt werden kann (Richtlinie 2002/32/EG, Anhang I, Abschnitt VI).
4. IAG Ringversuch „Bestimmung von Senecio erucifolius L. in Heu“ (1 Probe) mit 13 Teilnehmern. Die extensive Nutzung landwirtschaftlicher Grünflächen begünstigt das Vorkommen giftiger Pflanzen in Rauhfutter und Silagen. Im Rahmen der Erarbeitung der IAG-Methode „Determination of Poisonous Plants in Roughage“ wurde dieser Ringversuch durchgeführt. Für verschiedene giftige Pflanzen wird ein Bestimmungsschlüssel erstellt, um sie mikroskopisch in dieser Matrix zu erkennen.

Folgende IAG-Methoden wurden gelesen bzw. verabschiedet (engl. Fassung):

- Bestimmung von Giftpflanzen in Rauhfutter und Silagen (2. Lesung)
- Bestimmung von Reisspelzen (*Oryza sativa*) in Futtermitteln (2. Lesung)
- Bestimmung von Steinschalen in Futtermitteln (verabschiedet)

Zusammenarbeit von europäischem Referenzlabor für tierisches Protein (CRL-AP) und NRL-TP (BfR/LUFA Nord-West)

Im April 2010 fand der 4. CRL-AP Workshop in Turin, Italien statt. Im Hinblick auf die geplante Lockerung des Verfütterungsverbot tierischer Proteine wurden die Ergebnisse des CRL-AP Proficiency Tests 2009 diskutiert. Der Proficiency Test umfasste 9 unbekannte Proben (3 Blanks und 6 Proben unterschiedlicher Futtermatrix mit verschiedenen Anteilen an Fisch- und/oder Fleischknochenmehlen). Ziel dieses Proficiency Tests mit 26 NRLs und 7 außereuropäischen Laboren als Teilnehmer war die qualitative Analyse von Landtier- und/oder Fischbestandteilen unter Anwendung der Richtlinie 2009/152/EC. Das CRL/NRL-AP Netzwerk, in dem auch zahlreiche IAG-Mikroskopiker vertreten sind, war in der Lage, Fleischknochenmehl in der Größenordnung < 0,01 % festzustellen.

Der Präsentation dieser Proficiency Test Ergebnisse folgte eine ausgiebige Diskussion über die Revision von Anhang VI der Richtlinie 2009/152/EG mit dem Ziel einer weiteren Harmonisierung der Methode zur Bestimmung tierischer Proteine in Futtermitteln.

Im Rahmen einer Vergleichsstudie des EURL-AP (Beginn Oktober 2010) soll geklärt werden, wie die Ergebnisse aus der Bestimmung tierischer Bestandteile in Futtermitteln künftig einheitlich von allen EU-Mitgliedsstaaten im Rahmen der amtlichen Kontrolle berichtet werden.

Tagungen 2011

Die IAG-Jahrestagung fand im Juni in Krefeld statt auf Einladung des Chemischen und Veterinäruntersuchungsamtes Rhein-Ruhr-Wupper (CVUA-RRW)

Die IAG-Herbstsitzung findet im September 2011 in Hamburg statt.



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Arbeitskreis `NIRS´ - Doris Krieg

Die Analytik mittels NIR-Gerätetechnik ist in vielen Laboren nun bereits seit mehr als 15 Jahren etabliert. Ein Wechsel der Gerätetechnik steht in vielen Einrichtungen auf der Tagesordnung. Dieses Thema war daher ein wichtiger Schwerpunkt der Arbeiten des AK NIRS im vergangenen Jahr. Die Mitglieder des Arbeitskreises trafen sich zu diesem Zweck im November 2010 in der LUFA Kassel.

Bisher arbeiteten die meisten Laboren mit einem Gerät der Firma FOSS mit automatischen Proben-sampler, was den Aufbau und die Pflege des VDLUFA-NIR-Netzwerkes wesentlich erleichterte. Geräte dieser Baureihe werden nicht mehr angeboten und es drängen neue Hersteller auf den Markt. In einer regen Diskussion berichteten verschiedene Mitglieder und Gäste über ihre Erfahrungen mit neuen NIR-Geräten. Wesentliche Aspekte dabei waren die Einbindung in das bestehende NIR-Netzwerk und Probleme bei der Standardisierung der NIR-Geräte bzw. bei der Übertragung von vorhandenen Kalibrierungen auf die neuen Geräte.

Im Bereich der Analysenqualitätssicherung hat sich der Arbeitskreis, über die Teilnahme an den jährlichen Ringanalyse des NIR-Netzwerkes hinaus (Raps und Silomais), für regelmäßige Laborvergleichsanalysen im Bereich des Grundfutters ausgesprochen. Hier soll weiterhin die enge Zusammenarbeit mit dem AK Grundfutter fortgesetzt werden. Organisation und Auswertung der Ringanalysen könnte die NIRS GmbH übernehmen, die grundsätzlich ihre Bereitschaft dazu erklärt hat.

Beim Thema Probenvorbereitung wurde darauf hingewiesen, dass möglichst Mühlen mit einer hohen Drehzahl zu verwenden sind, um die für die NIR-Analyse erforderliche Mahlfineinheit zu erzielen.

Anfang November 2010 ist die NIRS Guideline „EN ISO 12099:2010 – Futtermittel, Getreide und gemahlene Getreideerzeugnisse – Anleitung für die Anwendung von Nahinfrarot-Spektrometrie“ in der deutschen Übersetzung erschienen. Dieser Leitfaden beinhaltet neben Begriffsbestimmungen wichtige Hinweise zur guten Praxis bei der Anwendung der NIRS-Technik, zur Validierung von NIRS-Daten und zum Führen von Qualitätsregelkarten. An der deutschen Übersetzung hat der AK NIRS durch Kommentare und Stellungnahmen mitgewirkt, besonderer Dank gilt hier vor allem auch Dr. Thalmann, der wesentliche Hinweise lieferte.

Arbeitskreis `Enzyme´ - Irmengard Strnad

Im Berichtszeitraum 2010/2011 tagte der Arbeitskreis zweimal im Landesbetrieb Hessisches Landeslabor in Kassel und führte ein Training in den Laboratorien von DSM in Kaiseraugst (CH) durch.

Im Vordergrund der Aktivitäten des Arbeitskreises stand die Erarbeitung einer Aufarbeitungsmethode für Mineralfutter und Vormischungen zur Aktivitätsbestimmung von Phytase. Dies vor allem um die Anwendbarkeit der DIN EN ISO 30024 auch auf Mineralfutter und Vormischungen auszuweiten. Die einzelnen Aufarbeitungsschritte der Methode wurden diskutiert und festgelegt. Vorversuche in 3 Laboren stellten die generelle Funktionstüchtigkeit sicher. Um die Aufarbeitungsmethode in Verbindung mit der DIN EN ISO 30024 einheitlich anzuwenden bzw. den Erfahrungsaustausch zwischen den einzelnen Laboren zu fördern, wurde am 5.5.2011 ein Trainingstag mit kurzer theoretischer Einführung und ausführlichen praktischen Übungen in den Laboratorien von DSM in Kaiseraugst (CH) abgehalten. Im Anschluss daran wurden 2 Proben in einem Vorringversuch analysiert. Die Ergebnisse waren zufriedenstellend und lassen auf eine ausreichende Beschreibung der Methode und ein einheitliches Arbeiten in den Laboren schließen. Die Durchführung eines Ringversuches zur Ableitung statistischer Kenndaten für die Aufarbeitungsmethode ist in Planung. Als Ringversuchsproben sind Mineralfutter und Vormischungen mit 3 unterschiedlichen Phytaseprodukten auf 3 Konzentrationsniveaus vorgesehen.

Neben den analytischen Arbeiten wurden auch die in Zulassung befindlichen Phytasen diskutiert. Das Phytaseprodukt Optiphos könnte für die zukünftige amtliche Kontrolle problematisch werden. Bei identischer Einheitendefinition zur DIN EN ISO 30024 wird eine Methode mit signifikant anderen Bedingungen zur Aktivitätsbestimmung verwendet. Daraus resultiert eine 2-3fache Überschätzung der Optiphos-Aktivität bei Anwendung der DIN EN ISO 30024. Um auf diesen Umstand und in der Folge auf eine drohende Unkontrollierbarkeit der Phytasen im Bereich der Futtermittelanalytik hinzuweisen wurde eine gemeinsame deutsch-österreichische Stellungnahme bezüglich des Zulassungsverfahrens für



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Optiphos an EURL-FA und EFSA übermittelt. Die Bedenken wurden im Abschlussbericht des EURL-FA in vollem Maße berücksichtigt.

Arbeitskreis `Pharmakologisch wirksame Substanzen (PWS) mit LC-MS/MS` - Dr.Biljana Trajkovska / Ralf Bähr

Im Berichtszeitraum 2010/2011 führte der Arbeitskreis „PWS mit LC-MS/MS“ gemeinsam mit dem Arbeitskreis „Mycotoxine“ zwei Sitzungen vom 26.-27.10.2010 beim CVUA-OWL, Standort Bielefeld sowie vom 22. - 23.03.2011 am BfR in Berlin durch.

Schwerpunkt der Arbeit bestand auch in diesem Jahr darin, die Entwicklung und Etablierung von Multimethoden zur Bestimmung von Verschleppungsgehalten an pharmakologisch wirksamen Stoffen in Futtermitteln fortzuschreiten.

Die Methode zur Bestimmung von Kokzidiostatikaverschleppungen in Futtermitteln mittels LC-MS/MS (VDLUFA 14.1.3) konnte, nachdem sie im letzten Jahr validiert wurde, nach erfolgreicher Lesung bei der Herbstsitzung in Kiel als Verbandsmethode verabschiedet werden. Da die Bestimmung von Kokzidiostatika mit LC-MS/MS als mögliches neues Projekt im 3. Mandat des CEN/TC gelistet ist, wurde die Methode in die englische Sprachfassung übersetzt, um sie in dieses Gremium einbringen zu können. Eine weitere Aufgabe bestand darin, die noch gemäß des Anhanges I der Richtlinie 2002/32/EG fehlenden Substanzen „Semduramicin-Natrium“ und „Halofuginon-Hydrobromid“ in die Methode zu integrieren. Hierzu wurden die Mitglieder aufgefordert, Validierungsvorversuche durchzuführen, um die Eignung der Methode für die beiden Wirkstoffe zu testen. Nachdem die Versuche gezeigt haben, dass die Methode geeignet ist, sollen die Substanzen im nächsten Jahr über einen Ringversuch in die Methode aufgenommen werden.

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt, mit dem sich der Arbeitskreis im letzten Berichtsjahr befasst hat, ist die Erarbeitung einer Multimethode zur Bestimmung von Tetracyclinverschleppungen mittels LC-MS/MS. In vielen Laboren wurden zuvor unterschiedliche Multimethoden zur Untersuchung angewendet. Bei einem im letzten Jahr durchgeführten informativen Ringversuch zeigte sich, dass die ermittelten Ergebnisse der Labore einem hohen Streubereich unterliegen. Aus diesem Grund hat sich der Arbeitskreis für dieses Berichtsjahr vorgenommen, hierfür eine VDLUFA-Methode zu erstellen und über einen Ringversuch zu validieren.

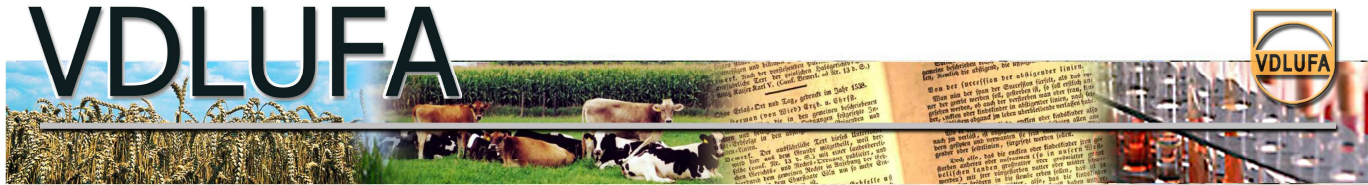
Die erarbeitete Multimethode erfasst alle gängigen Tetracyclinverbindungen inkl. ihrer Epimere. Zur Validierung der Methode wurde im Zeitraum Februar - März 2011 ein Ringversuch (Enquete Nr. 395 M) unter Teilnahme von 8 Laboren durchgeführt und ausgewertet. Da in der Praxis kein Probenmaterial vorliegt, das sämtliche Tetracycline und Epimere enthält, musste das Probenmaterial für den Ringversuch durch Dotierung selbst hergestellt werden. Der Ringversuch bestand aus 2 verschiedenen Futtermittelproben, ein Alleinfuttermittel für Mastschweine und ein Ergänzungsfuttermittel für Legehennen, dotiert mit den vier Tetracyclinverbindungen inkl. ihrer Epimeren in unterschiedlichen Konzentrationen im Verschleppungsbereich.

Die erzielten Ergebnisse waren sehr erfreulich. Alle enthaltenen Verbindungen wurden von allen Teilnehmern nachgewiesen, falsch positive lagen nicht vor. Die ermittelten Horrat-Werte lagen bei allen Substanzen deutlich unter 2. Je nach Substanz und Konzentrations-niveau variierten die Vergleichsstandardabweichungen zwischen 10,0 bis 19,5 %.

Nach erfolgreicher Validierungsstudie und Lesung konnte somit die Methode bei der Frühjahrssitzung in Münster erfolgreich als VDLUFA-Methode 14.1.4 verabschiedet werden, so dass der Arbeitskreis mit der 8. Ergänzungslieferung zwei Multimethoden publizieren wird.

Arbeitskreis `Mycotoxine` - Dr. Benedikt Brand

Der AK Mycotoxine hat sich am 26.10.2010 im CVUA-OWL in Bielefeld und am 23.03.2011 im BfR in Berlin getroffen. Schwerpunkt der Diskussionen war dabei die LC-MS/MS-Methode zur Bestimmung von Fusarientoxinen in Futtermitteln. Nachdem die statistische Auswertung des durchgeführten Ringversuches abgeschlossen war, wurde der Methodentext im AK intensiv besprochen. Die erste Lesung



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

im AK fand im Rahmen der Sitzung in Berlin statt. Während der Frühjahrssitzung der FG VI in Münster am 14.04.2011 wurde die Methode zum zweiten Mal gelesen und konnte anschließend als Methode Nr. 16.13.1 in das Methodenbuch III aufgenommen werden. Erstmals wird die Methode hier mit der 8. Ergänzungslieferung abgedruckt, die zum Jahresende 2011 zur Verfügung steht.

Mit der Methode können die Fusariantoxine Deoxynivalenol (DON), Zearalenon (ZON), T2- und HT2-Toxin sowie ggf. die Aflatoxine bestimmt werden. Für DON, ZON und die Aflatoxine stehen bereits standardisierte EU Verfahren (EN- bzw. EN ISO-Normen) zur Verfügung. Da dies für T2 und für HT2-Toxin nicht der Fall ist, wird diesbezüglich derzeit die Übernahme der Methode in die Methodensammlung nach § 64 LFGB vorbereitet. Außerdem existiert bereits eine Methodenvorschrift in englischer Sprache, die auf Nachfrage dem AOAC zur Verfügung gestellt wurde.

Der neue Rahmenplan für Kontrollaktivitäten im Futtermittelsektor sieht u.a. ein Monitoring auf Mutterkornalkaloide in Einzelfuttermitteln vor. Ziel dieser für die Jahre 2012 und 2013 geplanten Statuserhebung ist die Festsetzung eines Höchstgehaltes an Ergotalkaloiden anstelle des bestehenden Höchstgehaltes an Mutterkorn. Die dafür notwendige HPLC-Methode wurde vom BfR entwickelt und in den letzten Jahren im AK intensiv getestet. Daher steht die Methode ebenfalls kurz vor der Aufnahme in die amtliche Sammlung nach § 64 LFGB. Allerdings ist das Verfahren für die Untersuchung von Grünfuttermitteln und Mischfuttermitteln nicht geeignet, daher wurde die Methodik diesbezüglich auf LC-MS/MS umgestellt. Dazu wird derzeit gemeinsam mit dem NRL für Mycotoxine ein umfangreicher Ringversuch vorbereitet.

Arbeitskreis `Grundfutter` - Prof. Hans Schenkel

Den AK Grundfutter beschäftigen vor allem zwei Themen:

Das gemeinsame Vorgehen bei der Untersuchung von Gras- und Maissilagen und eine sachgerechte Probenahme von Grundfuttermitteln.

Berichte über abweichende Energiegehalte im Grundfutter in einzelnen Bundesländern wurden immer wieder in Zusammenhang mit einer unterschiedlichen Vorgehensweise bei der Analytik in einzelnen Untersuchungseinrichtungen gebracht. Daher hatte die Landwirtschaftskammer Nordrhein-Westfalen (Dr. Pries und Dr. Menke) sich bereit erklärt, in der Versuchsstation Haus Riswick Verdauungsversuche an Grassilagen unterschiedlicher Qualität durchzuführen. Die Proben wurden im Rahmen einer Vergleichsuntersuchung frisch in gefrorenem Zustand an die mitwirkenden Untersuchungseinrichtungen versandt. Dadurch konnte auch die unterschiedliche Probenvorbereitung überprüft werden. Es stellte sich heraus, dass einmal die unterschiedliche Vorbehandlung (Trocknung, Vermahlung) und vor allem das unterschiedliche Vorgehen bei der Trockenmasskorrektur Ursache für abweichende Untersuchungsergebnisse sein konnten. Dankenswerter Weise wurde eine weitere, vergleichbar angelegte Studie mit Maissilage ermöglicht, wobei das Institut für Tierernährung der bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft Verdauungsversuche mit verschiedenen Maissilagen durchführte und eine entsprechende Vergleichsuntersuchungen ermöglichte.

Anhand der gewonnenen Erfahrungen soll das einheitliche Vorgehen nochmals schriftlich fixiert werden und den einzelnen Untersuchungseinrichtungen zur Verfügung gestellt werden. Ferner besteht die Absicht, Vergleichsuntersuchungen zu intensivieren, zumal die letzten Erntejahre gezeigt haben, dass in Abhängigkeit vom Witterungsverlauf einzelne Kenngrößen für den Futterwert merklich beeinflusst werden (Faserfraktionen, Stärke, Zucker).

Für die Zukunft eine sehr wichtige Fragestellung wird sowohl im Hinblick auf die Beurteilung des Silierfolges als auch im Hinblick auf den Futterwert die Beurteilung des Proteinwertes sein. Hier stellt sich die Frage, ob die bislang vorliegenden Ergebnisse im wissenschaftlichen Bereich in absehbarer Zeit in die Routineuntersuchung integriert werden können.

Eine wichtige Frage, die bislang leider nicht mit der beabsichtigten Intensität weiterbearbeitet wurde und die im kommenden Jahr dringend anzupacken ist, ist die Probenahme beim Grundfutter. Es ist zu prüfen, ob hier die Vorgehensweise nicht in ein Gesamtmodul Probenahme integriert werden kann. Je nachdem ob die Beurteilung der mikrobiellen Qualität oder der Futterwert im Vordergrund stehen, kann sich das Vorgehen im Detail deutlich unterscheiden.