

Tätigkeitsbericht FG VI Futtermittel 2002

Die Fachgruppenarbeit 2002 war geprägt durch die politischen und gesellschaftlichen Reaktionen nach dem Auftreten des ersten BSE-Falles in Deutschland im November 2000. Die Arbeit wurde beherrscht durch eine extreme Zunahme der Untersuchungszahlen, sowohl im amtlichen als auch im nichtamtlichen Bereich. Untersuchungen auf Tiermehlverschleppungen mussten z.T. innerhalb kürzester Zeit abgeschlossen werden, weil eine Freigabe von Produktionschargen erst nach Vorliegen entsprechender Befunde zulässig war. Durch die Leistung der Untersuchungsanstalten ist es sehr schnell gelungen, Verschleppungswege aufzuzeigen und Kontaminationswege zu verschließen. Die wiederholt geäußerte Kritik an einer „zu hohen Empfindlichkeit des Verfahrens und damit verbunden Unzulänglichkeiten in der Aussage“ konnte durch Vergleichsuntersuchungen entkräftet werden. Parallel zu der in der EU als „offizielles Verfahren“ etablierten mikroskopischen Methode wurde mit aufwendigen Ringversuchen ein PCR-Verfahren zum Nachweis tierischer Proteine (DNA) und deren Differenzierung nach Tierarten entwickelt. Durch die hohe Zahl der mittlerweile erfassten Tierarten ist in den meisten positiven Fällen eine tierartspezifische Zuordnung bzw. der Ausschluss bestimmter Tierarten möglich. Damit liegt eine in der EU (insbesondere nach Qualität und Validierung) bisher einmalige Methode vor. Sie ist als Ergänzung zur mikroskopischen Methode zu sehen. In die Arbeit sind auch Analytiker aus Lebensmitteluntersuchungsanstalten eingebunden, was durch die Fachgruppe sehr begrüßt wird. Der Versuch eines Nachweises „tierischer Fette“ in Fettmischungen über ein PCR-Verfahren ist bisher aufgrund der sehr geringen Protein- bzw. DNA-Gehalte in den Fetten gescheitert. Neben den Fachgruppensitzungen hat sich die PCR-Arbeitsgruppe zu mehreren getrennten Arbeitssitzungen getroffen. Zusätzlich zu den oben beschriebenen Aktivitäten wurde ein Ringversuch zum Nachweis gentechnischer Veränderungen in Raps-, Mais- und Sojaprobe erfolgreich durchgeführt. Der Arbeitskreis beteiligte sich an einem Workshop zur DNA-Isolierung und -Aufreinigung.

Die Fachgruppenarbeit wurde auf den Frühjahrssitzungen in Jena (2002) und Karlsruhe (2003) und der Herbstsitzung (2002) in Leipzig koordiniert und vorangebracht. Dabei zeigte sich, dass durch die uneinheitlichen Entwicklungen in den Bundesländern die Zusammenarbeit zwischen den Untersuchungseinrichtungen zunehmend erschwert wird. Die unterschiedlichen Strukturen in den Bundesländern verlangen zunehmend nach einer bundesweiten Koordinierung der analytischen Arbeiten auch unter Einbindung neuer Untersuchungsstellen. Diese Thematik wurde mit den Vertretern der Länder wiederholt diskutiert.

Der zunehmende Einsatz von ELISA-Testverfahren in der lebensmittelchemischen und pharmazeutischen Analytik machte es notwendig, diese Untersuchungstechnik auch für die Matrix „Futtermittel“ stärker zu etablieren. Es wurde deshalb eine AG „ELISA“ gegründet, die sich zunächst mit der Bestimmung einzelner Mykotoxine (erste Vergleichsuntersuchungen liegen vor), später z.B. mit dem Nachweis pharmakologisch wirksamer Stoffe beschäftigen soll.

Der Nachweis tierischer Fette in Fettmischungen gestaltet sich sehr schwierig. Aus den zunächst angedachten Lösungswegen (z.B. über Sterine, Triglyceridmuster ...) zeichnet sich die Prüfung über das Fettsäurenmuster als am erfolgversprechendsten ab. In verschiedenen Ringversuchen wurde die Analytik vereinheitlicht und ein

rechnerischer Ansatz versucht. Die gewonnenen Erfahrungen mündeten in der Formulierung eines Projektantrages durch die LUFA Nord-West beim BMVEL.

Ein weiteres Verfahren zum Nachweis tierischer Proteine über die Verbindung „Carnosin“ wird durch die LUFA Leipzig vorangetrieben und mit der Methodenlesung bei der Frühjahrstagung 2003 abgeschlossen. Es ist an dieser Stelle kritisch anzumerken, dass die Kapazitäten in nahezu allen Anstalten so gering sind, dass gemeinsam getragene Projekte nur noch schwer zu realisieren sind.

Auf der Frühjahrssitzung in Jena wurde durch einen Kollegen aus der Lebensmittelkontrolle ein Vortrag zum Nachweis pharmakologisch wirksamer Substanzen präsentiert. Insbesondere interessieren die in der Lebensmittelkontrolle angewandten Untersuchungsverfahren (Screeningverfahren, Bestätigungsverfahren) und die von der EU geforderten Validierungsmaßnahmen. Diese Zusammenarbeit soll intensiviert werden.

Einzelne Themen (Analytik von Pflanzenschutzmitteln, Bestimmung von Jod und Selen in Futtermitteln, Anwendung der ICP-OES und ICP-MS in der Futtermittelanalytik) werden in die FG XI Umwelt ausgelagert. Neben den bereits angesprochenen Ringversuchen wird die so genannte „Bonner Enquete“ wieder mit 3 Proben durchgeführt.

Die NIRS-AG veranstaltete einen Ringversuch zur Qualitätssicherung bei der Untersuchung von Silomais. Die erneuerte gemeinsame Kalibration für Silagen wurde den Netzwerkpartnern zur Verfügung gestellt. Mit dem Aufbau einer Kalibration für Einzel- und Mischfuttermittel wurde begonnen, ein Standpunktpapier zur Anwendung der NIR-Meßtechnik vorbereitet. Ein Qualitätssicherungs-Ringversuch zur Analytik von Grundfuttermitteln wurde erneut durchgeführt.

Ein ergänzender Ringversuch zur Bestimmung von Zearalenon und Deoxynivalenol wurde ebenfalls veranstaltet und die Methode zur Bestimmung von Deoxynivalenol zu Ende gebracht. Die Zearalenonmethode soll überarbeitet und dem Stand der Technik angepasst werden.

Die Methode zur „Bestimmung von Rohprotein mittels Verbrennung“ wurde abgeschlossen und steht somit nun neben der amtlichen Kjeldahl-Methode für bestimmte Aufgaben zur Verfügung.

Die Grundfutterbewertung wurde komplettiert durch die Angabe des Strukturwertes und den Einbau weiterer Parameter in die Kalibration (ADF/NDF). Somit liegt nun ein umfangreiches, mittels NIRS erfassbares Parameterspektrum vor.

Bei der Frühjahrssitzung in Augustenberg gehörten die Methodenlesungen zur Mikrobiologie, B-Vitaminen und andere wichtige analytische Themen wie z. B. MPA, pharmakologisch wirksame Substanzen zu den wichtigsten Punkten.

Weitere aktuelle Themen, die die Mitglieder der Fachgruppe intensiv beschäftigen, sollen hier lediglich erwähnt werden. Die Fortführung einer Futtermitteldatenbank durch die DLG ist für die tägliche Arbeit von größter Bedeutung. Das Thema wurde auf der Fachgruppensitzung präsentiert, die Zuarbeit der Untersuchungsanstalten als dringend notwendig erachtet. Die so genannte „offene Deklaration“ führt zu einem

erhöhten Informationsbedarf bei Behörden und Herstellern; die Möglichkeiten und Grenzen der mikroskopischen Analytik müssen offen gelegt werden.

Es wird zunehmend schwieriger, bei immer wieder auftretenden „Krisenfällen“ (Chloramphenicol in Shrimps, Medroxy-Progesteron-Acetat in Melasse, Nitrofen in Getreide) alle begleitenden Aktivitäten neben der reinen analytischen Arbeit aufrecht zu erhalten. Die Finanzierung des Verbandes und damit die Realisierung gemeinsamer Ziele werden zunehmend zum beherrschenden Thema. Methodenentwicklung und Qualitätssicherung sind nicht ausreichend finanziert, weshalb die Methodenarbeit nicht zu Ende geführt werden kann. Wichtige Methoden bleiben unveröffentlicht liegen, die notwendige Überarbeitung des Methodenbuches Band III muss immer wieder verschoben werden. Die zukünftige Methodenarbeit in der EU wird über CEN erfolgen, ein deutsches Spiegelgremium „Futtermittel“ im DIN ist noch immer nicht etabliert. Trotzdem bemühen sich mehrere Kolleginnen und Kollegen in nationalen und internationalen Gremien um die Definition und Realisierung der deutschen Interessen. Die zunehmende Verknüpfung von Lebensmittel- und Futtermittelkontrolle wird auch zu Veränderungen in der analytischen Umsetzung führen. Die Fachgruppe ist an einer Integration aller in der Futtermittelanalytik beteiligten Einrichtungen sehr interessiert. Unabhängig von der Matrix werden sich einheitliche Qualitätsstandards in den Untersuchungseinrichtungen (Ausstattung und Personal) durchsetzen müssen. Der ständigen Kommunikation als Basis einer vertrauensvollen Zusammenarbeit mit den zuständigen Stellen aus Bund und Ländern wird eine sehr hohe Bedeutung zugemessen. Abschließend gilt es, allen engagierten Kolleginnen und Kollegen für die intensive Mitarbeit und die vertrauensvolle Zusammenarbeit zu danken.

Berichtersteller: Bernhard Eckstein, Franz-Peter Engling

Arbeitskreis „Mikroskopie“

Berichtersteller: Inge Paradies-Severin

Die Mitglieder des AK Mikroskopie trafen sich zum Erfahrungsaustausch mit ihren europäischen Kollegen auf der IAG Jahrestagung Futtermittelmikroskopie im Juni 2002 in Karlsruhe sowie auf einer Herbstsitzung im Oktober 2002 in Hamburg.

Im Berichtsjahr wurden Ringuntersuchungen zu den folgenden Themen durchgeführt:

- 1) Überprüfung der offenen Deklaration
 - Zusammensetzung von Schweinefutter (1 Probe)
 - Zusammensetzung von Rindviehfutter (2 Proben)
- 1) Tierische Bestandteile in Futtermitteln (2 Proben)
u.a. Fischmehl mit Kontamination von Tiermehl
- 2) Tierische Bestandteile in org. Düngemitteln und Kultursubstrat (3 Proben)
- 3) Mutterkorn in Roggen (3 Proben)

Diese vielseitigen Fragestellungen wurden erfolgreich von den zahlreichen

Teilnehmern aus ganz Europa bearbeitet und zeigen damit das hohe Niveau der Mikroskopie und die Bandbreite von Einsatzmöglichkeiten in der Qualitätskontrolle.

Die Erarbeitung mikroskopischer Untersuchungsmethoden für Futtermittel wurde 2002 abgeschlossen. Die Methoden wurden der VDLUFA Fachgruppe VI Futtermittel auf der Frühjahrstagung 2002 mit der Bitte um abschließende Lesung und Veröffentlichung im Methodenbuch übergeben.

Außerdem wurden von den IAG Mikroskopikern zwei Workshops durchgeführt:

- 1) "Zusammensetzung von Mischfuttern"
(Institut für Angewandte Botanik, Universität Hamburg)
- 2) "Tierische Bestandteile in Futtermitteln" (LUFA Bonn)

Diese Workshops waren konzipiert zur Schulung neuer, noch wenig erfahrener Kollegen auf diesen Arbeitsgebieten.

Seit Mitte 2002 ist Deutschland neben Belgien, Dänemark, den Niederlanden, der Schweiz und Spanien in der Arbeitsgruppe "Klassische Mikroskopie" im sog. "Stratfeed Project" vertreten, einen von der EU geförderten Forschungsvorhaben zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln. 2004 ist im Rahmen dieses Projektes ein EU-Ringtest "Tierische Bestandteile in Mischfuttern", Bestimmung mittels Mikroskopie und PCR geplant. Auch deutsche Untersuchungsinstitute werden voraussichtlich zur Teilnahme an diesem Ringversuch aufgefordert.

Zur IAG Jahrestagung 2003 haben die Kollegen der Eidgen. Forschungsanstalt für Nutztiere nach Posieux, Schweiz eingeladen.

Im Hinblick auf die Wiedereinführung der sog. "Offenen Deklaration" führen die IAG-Mikroskopiker im Oktober 2003 einen Workshop "Offene Deklaration" durch, zu dem auch Untersuchungslabore der Kontrollorgane künftiger EU-Beitrittsländer eingeladen sind.

Arbeitskreis „Mikrobiologische Analytik“

Berichtersteller: Alfred Thalmann, Gerhard Strauß

Im Arbeitskreis liefen 2002 keine besonderen Aktivitäten, weil die Mehrzahl der Mitglieder an Arbeiten des AK Futtermittelmikrobiologie zur Fertigstellung des Orientierungswertschemas „Mikrobiologische Qualitätsbeurteilung von Futtermitteln und der dazu gehörenden Verfahrensanweisungen beteiligt war.

Umso dringender wurde es 2003, sich mit Methoden zum Nachweis von nicht mehr zugelassenen Antibiotika zu befassen.

Zwei LUFA (LUFA-ITL Kiel mit der Weiterentwicklung der Methode zu Nachweis von Antibiotika mittels Hochspannungselektrophorese und nachfolgender Bioautographie; LUFA Augustenberg als Zweitinstitut zur Einarbeitung von Methodenvorschlägen: Mikrobiologischer Hemmstofftest, sowie Hochspannungselektrophorese) sind an einem EU-Projekt (SIMBAG Feed) beteiligt. Die „Politik“ der Arbeitsgruppe, die nicht nur für die im Projekt bearbeiteten Stoffe anwendbar ist, sondern auch für unerlaubte bzw. pharmakologisch wirksame Stoffe generell, ist, über einfache und kostengünstige mikrobiologische Hemmstofftests Proben auf positiv oder negativ zu

prüfen. Die Methodik muss genügend empfindlich sein (angestrebt wird 1 mg/kg) und soll keine falsch-negativen Ergebnisse liefern. Mit Hochspannungselektrophorese und nachfolgender Bioautographie sowie Dünnschichtchromatographie (möglich mit nachfolgender Bioautographie, Anfärbungen, Fluoreszenz) wird geprüft, ob die antibakterielle Wirkung auf Antibiotika beruht oder unspezifisch ist. Mit diesen beiden Verfahren ist feststellbar, ob es sich um Antibiotika oder um unspezifische Hemmungen (z.B. durch Konservierungsstoffe) handelt. Ziel ist, zumindest die Gruppe (z.B. Tetracycline) oder sogar die Art des Stoffes (z.B. Chlortetracyclin) feststellbar. Eine feinere und sicherere Identifizierung, zudem mit Quantifizierung, ist mit HPLC möglich. Das Ergebnis sollte über ein weiteres Verfahren abgesichert werden. Die endgültige Bestätigung erfolgt wenn möglich mit LC-MS/MS.

Am 24.04.2003 trafen sich in der LUFA Augustenberg Mitarbeiter der LA Chemie Hohenheim, der LUFA Speyer, Nordwest und Augustenberg in Karlsruhe, um eine Anfrage von QS (Qualität und Sicherheit GmbH) nach einem Screening-System zum Nachweis von Antibiotika zu beantworten. Es stellte sich heraus, dass zwar verschiedene Anstalten Untersuchungen durchführen, aber unterschiedlich dabei vorgehen.

Am 14./15.05.03 wurden in St-Hohenheim die verschiedenen methodischen Ansätze und Möglichkeiten diskutiert. Es wurde beschlossen, einen erweiterbaren mikrobiologischen Hemmstofftest basierend auf dem Wissen und Erfahrungen verschiedener LUFA als Grundmodul zu erarbeiten, der zunächst von 6 Mitgliederanstalten geprüft werden soll, bevor eine Methodik allen LUFA zur Verfügung gestellt wird.

Arbeitskreis „Futtermittelmikrobiologie“

Berichtersteller: Erwin Bucher

Der Arbeitskreis redigierte in einer Arbeitsbesprechung (München: Februar 2003) in erster Lesung zwei Methodentexte: „Bestimmung der Keimgehalte an Bakterien, Hefen, Schimmel- und Schwärzepilzen in Futtermitteln“ und „Verfahrensanweisung zur Identifizierung von Bakterien, Hefen, Schimmel- und Schwärzepilzen als produkttypische oder verderbanzeigende Indikatorkeime in Futtermitteln“. Diese wurden in 2. Lesung als Verbandsmethoden des VDLUFA verabschiedet (Karlsruhe April 2003).

In einer weiteren Arbeitsbesprechung (Hohenheim: Mai 2003) bearbeitete der Arbeitskreis zwei Methodenvorschläge zur Bestimmung probiotischer Mikroorganismen (*Saccharomyces cerevisiae*; *Enterococcus faecium* + *Lactobacillus rhamnosus*). Weiterhin wurde eine „Verfahrensanweisung zur mikrobiologischen Qualitätsbeurteilung von Futtermitteln“ in 1. Lesung abgeschlossen.

Eine Ringuntersuchung des Arbeitskreises (11 Teilnehmer) zur ersten Erprobung der Methode für *Saccharomyces cerevisiae* erbrachte bei 2 verschiedenen Aufschlussverfahren ein VR von 49% bzw. 53%; diese Vergleichbarkeitslatitüden liegen innerhalb des von der Fachgruppe beschlossenen vorläufigen Analysenspielraums.

Die Methode zur Erfassung von *E. coli* soll geändert werden. Dazu wurde ein Fragebogen an die Mitglieder des Arbeitskreises versandt, der die in den einzelnen Laboratorien üblichen Methoden zur Erfassung von Enterobacteriaceae außer

Salmonella abfragte. Konsequenzen aus den Antworten wurden noch nicht gezogen. Die Methode zur Erfassung von Salmonella soll an die EN-ISO-Methode 6579:2002 angeglichen werden, die trotz Ablehnung durch Deutschland, Belgien, Niederlande und Kanada angenommen worden war.

Mitglieder des Arbeitskreises beteiligten sich an der Tagung der European Feed Microbiology Organisation (EFMO) in Speyer (Oktober 2002). An mikrobiologischen Themen wurde berichtet über Akkreditierung und Methodvalidierung (4 Beiträge), Mikrobiologie von Heu und Mischfuttermitteln (3 Beiträge), Toxine und pathogene Mikroorganismen (3 Beiträge), Bestimmung von Colistin in Mischfuttermitteln (1 Beitrag).

Die mikrobiologische EFMO-Enquete 2002 erbrachte nach der VDLUFA-Methode bei den 15 bis 16 Teilnehmern übereinstimmende Beurteilungsergebnisse für die Qualitätsstufen von 3 Proben.

Franz-Peter Engling, 2. Vorsitzender der FG VI