

Tätigkeitsbericht FG VI Futtermittel 2006/2007

Der Vorstand der Fachgruppe (FG) tagte im April 2007 im Rahmen der Frühjahrssitzung. Wesentliche Punkte waren die Ausrichtung der Zusammenarbeit mit den Nationalen Referenzlaboren (NRL) der Bundeseinrichtungen (vor allem des BfR) und der Vorschlag des Vorstandes an die FG eine Arbeitsgruppe zur Evaluierung der Analysenspielflächen für Inhaltsstoffe zu installieren.

Die Arbeit der FG VI Futtermittel war im Berichtszeitraum September 2006 – September 2007 im Wesentlichen durch die FG-Sitzungen im September 2006 in Freiburg/Br. und im April 2007 in Freyburg/Unstrut bestimmt.

Die Auswertung und Diskussion zu Ringanalysen und Methodenvorschlägen bildeten einen Schwerpunkt der Sitzungen. Neben der Bonner-Enquete 356Q (hier wurde erstmals eine zusätzliche vierte Probe zur Bestimmung von unerwünschten Stoffen bearbeitet) wurden die Ringanalysen 359Q (Bestimmung von Vitamin D3 in schwierigen Matrices) und 361Q (Bestimmung von Rohfaser) besprochen. Nach abschließender Auswertung der Enquete 344 M wurde beschlossen, die methodischen Arbeiten zur Verbesserung der EU-Methode zur Bestimmung von Halofuginon einzustellen, nachdem verschiedene Ansätze zu keine Lösung der methodischen Probleme führten. Auf Grund der aktuellen Entwicklungen in der Praxis wurde begonnen, die Methode zur Bestimmung von Propandiol auf ihre Anwendbarkeit zur Bestimmung von Glycerin zu testen. Weiterhin wird eine Methode zur Bestimmung von organischen Säuren erarbeitet werden.

In zweiter Lesung wurden die Methoden zur mikroskopischen Bestimmung der Zusammensetzung von Futtermitteln und von Datura als VDLUFA-Methoden verabschiedet. Dadurch wurde der Komplex der von der IAG Futtermittelmikroskopie (<http://www.iag-micro.org/index.php>) entwickelten mikroskopischen Methoden (insgesamt 7 Methoden) abgeschlossen. Des Weiteren wurden die Methoden zum Antibiotika-Screening in Futtermitteln und die modifizierte Methode zur Bestimmung der Phytaseaktivität verabschiedet.

Die verabschiedeten Methoden sollen in der, in Vorbereitung befindlichen 7.Ergänzungslieferung zum Methodenbuch III, veröffentlicht werden.

Die 6. Ergänzungslieferung zum Methodenbuch III wurde Ende 2006 im VDLUFA-Verlag publiziert. Sie umfasst 20 Verbandsmethoden. Einige dieser Methoden wurden bereits früher veröffentlicht und stehen nun in überarbeiteter Form zur Verfügung. Andere Methoden wurden aus dem MB VII „Umweltanalytik“ übernommen. Die MB III und VII sind im §12 der Futtermittel- Probenahme- und Analysenverordnung verankert und stellen Standardwerke für Analysenmethoden zur Untersuchung von Futtermittel dar.

Eine wichtige, außenwirksame Aufgabe der FG ist die Festlegung von Analysenspielflächen (ASR), die u.a. zur Bewertung von Analyseergebnissen im Bezug zu rechtlichen Vorgaben (Deklarationen, Höchstgehalte) herangezogen werden. Die FG hat beschlossen, eine AG zu installieren, deren Aufgabe es sein wird die bestehenden Analysenspielflächen für Inhaltsstoffe zu überprüfen und ggf. neue Modelle zu entwickeln. Für die verschiedenen VDLUFA-Methoden zur Bestimmung der Probiotika wurden, auf der Basis der durchgeführten Ringanalysen, Analysenspielflächen für Misch- und Mineralfutter verabschiedet.

In einem Fachgespräch zwischen Behördenvertretern (BVL, BMELV), der Wirtschaft und der Wissenschaft wurde das, von den Vertretern der FG VI des VDLUFA entwickelte Model einer Toleranz für Probiotika diskutiert und als tauglich akzeptiert. Im Rahmen der Benennung der deutschen NRL für die verschiedenen Bereiche der Lebens- und Futtermitteluntersuchung wurde eine intensive Diskussion mit dem BfR, als Träger von vier NRL geführt, wie die die Zusammenarbeit der NRL mit dem VDLUFA und dessen FG gestaltet werden kann.

Dies bekräftigt die Rolle, die die FG auf nationaler Ebene als kompetenter Ansprechpartner für Bund, Ländern und Wirtschaft zum Thema Futtermittel und Futtermittelanalytik spielt.

Vertreter der FG nahmen im Auftrag des AA Futtermittel des DIN regelmäßig an den Sitzungen der ISO- und CEN-Gremien (ISO TC 34 SC 10 ; CEN TC 327) teil, um die deutschen Standpunkte zu Methodenentwürfen, die maßgeblich von den eingebrachten Kommentaren der Kollegen der FG geprägt werden, zu vertreten. Wie wichtig es dabei ist unsere Standpunkte einzubringen, um letztlich nicht mit ungewollten Methoden arbeiten zu müssen, zeigen die Beispiele der Methoden zur Bestimmung der CKW/PCB in Futtermitteln und zur Bestimmung verschiedener Probiotika. Durch hohes Engagement der FG-Mitglieder, auch in enger Zusammenarbeit mit der FG VIII, konnten bei den Methoden wesentliche Verbesserungen erreicht werden.

Es kann allerdings leider nur wiederholt werden, dass der dazu nötige Aufwand im krassen Missverhältnis zu den immer geringer werdenden Kapazitäten für solche Aktivitäten. Deshalb an dieser Stelle wieder der Dank an die Kollegen, die sich trotzdem der Mühe unterziehen und immer wieder wichtige Beiträge zu diesen Arbeiten beisteuern.

Arbeitsgruppe „PCR-Analytik“

Berichtersteller: Dr. Michael Egert, LUFA Nord-West, Oldenburg

Der Arbeitskreis PCR-Analytik der Fachgruppe Futtermittel im VDLUFA hat sich im Berichtszeitraum zu zwei Arbeitssitzungen (07.-08.12.2006 in Jena; 04.-05.07.2007 in Rostock) getroffen.

Einen Schwerpunkt bildete auf den letzten beiden Sitzungen die Ausarbeitung eines Planes zur Probenahme von Futtermitteln auf Basis der Futtermittel-Probenahme- und Analysenverordnung (FPA) unter besonderer Berücksichtigung der Analytik von GVO in Futtermitteln. Von einer kleinen Arbeitsgruppe wurde eine Vorlage mit 4 Probenahmeschemata für feste Futtermittel (verpackt/homogene und inhomogene, unverpackt/verarbeitete und unverarbeitete) erarbeitet. Die Vorlage wurde im Arbeitskreis intensiv diskutiert. Die besprochenen Änderungen und Ergänzungen werden aktuell eingearbeitet, bevor über den Entwurf im Arbeitskreis abgestimmt wird.

Ein weiterer aktueller Arbeitsschwerpunkt des Arbeitskreises ist die Durchführung eines Ringversuches zur DNA-Extraktion aus Einzelfuttermitteln, aus denen sich die DNA vermutlich nur schwer extrahieren lässt. Dieser Ringversuch soll im Herbst 2007 durchgeführt werden. Die Proben für den Ringversuch wurden zwischenzeitlich bereits an die Teilnehmer verschickt.

Weiterhin ist ein Ringversuch zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln mit Hilfe der PCR in Planung und Vorbereitung. Hier steht zurzeit die Beschaffung von geeignetem Probenmaterial im Vordergrund.

Im Berichtszeitraum sind auf dem europäischen Markt Spuren der nicht zugelassenen gentechnisch veränderten Reislinie LL601 nachgewiesen worden. Die bisher in Deutschland gemessenen Anteile von LL601-Reis sind sehr gering und liegen unter 0,05 %.

Arbeitskreis „Futtermittelmikrobiologie“

Berichtersteller: Dr. Erwin Bucher, ehem. Bayer. LGL Oberschleißheim

- Sitzungen des Arbeitskreises
- Posieux 18.10.-19.10.2006
- Oberschleißheim 27.02.- 01.03.2007
- Grub (Poing) 27.06. 2007

Im Arbeitskreis Mikrobiologie wurden folgende Fachthemen erörtert und Beschlüsse gefasst:

■ Methoden

Die Verbandsmethoden 28.1.1 bis 28.1.4 (Methodenbuch III) wurden überarbeitet: Ersatz von Nachweismedien durch international gebräuchliche mit vergleichenden Validierungsdaten; Umstellung auf die neue Gesetzgebung (LFGB) und Ergänzung um die in Österreich und der Schweiz geltenden Rechtsverordnungen; Orientierungswerte für Malzkeime, sowie für Heu und Stroh. Diese Methoden sind ins Englische übersetzt.

Die Methoden 28.2.1 bis 28.2.6 wurden auf den neuesten technischen Stand gebracht und um die Validierungsdaten der 12 Ringuntersuchungen (25 Proben; 2003-2006) ergänzt.

Der Arbeitskreis verabschiedete auf der Grundlage der ISO 6579:2002 in 1. Lesung eine modifizierte Methode „Nachweis von Salmonella“ und konzipierte in Anlehnung an die ISO 7937: 2004 eine Methode zum „Nachweis von vegetativen sulfitreduzierenden Clostridien“. In Vorbereitung ist eine „Verfahrensanweisung zur Probenahme von Gärfuttern, Heu und Stroh“.

Sechs Methoden des CEN (N 459-454) betreffend probiotische Mikroorganismen wurden fachlich bewertet und für DIN kommentiert.

■ Ringuntersuchungen

In zwei Ringuntersuchungen eingebunden wurde ein Vergleich der VDLUFA-Methoden mit den jeweiligen Methodenentwürfen des CEN für je eine Probe mit *Saccharomyces cerevisiae* bzw. *Pediococcus acidilactici*.

Für alle bisherigen Ringuntersuchungen liegt ein Archiv vor, das weitergeführt wird. Es wurde eine Ringuntersuchung zum Nachweis von Salmonellen in Futtermitteln durchgeführt (368 Q).

■ Orientierungswerte

Der Arbeitskreis erarbeitete Orientierungswerte für Grundfutter, abgeleitet aus folgender Datengrundlage:

- Heu 353 Proben und Stroh 236 Proben der Jahre 2001-2006.

Diese Orientierungswerte sind von der Fachgruppe angenommen.

- Maissilagen 280 Proben der Jahre 1998, 2005 und 2006
- Grassilagen 98 Proben der Jahre 2004, 2005 und 2006

Diese Orientierungswerte gelten als vorläufig und werden nach Vorliegen weiterer Daten erneut überprüft und ggf. geändert.

■ Messunsicherheit Bestimmung probiotischer Mikroorganismen

Die Statistik zur Validierung der Methoden des CEN beruht auf einer Auswertung der Keimzahlen auf der Basis von Logarithmen, wodurch sich im Vergleich zu Auswertungen nach ISO/DIN 5725 deutlich niedrige Wiederholbarkeiten und Vergleichbarkeiten ergeben. Da probiotische Zusatzstoffe in Futtermitteln homogen verteilt sein müssen, ist eine statistische Verrechnung über logarithmische Zahlen nicht gerechtfertigt. Dieses Problem ist noch mit JRC abzuklären.

■ European Feed Microbiology Organisation (EFMO)

Tagungen: Posieux, Schweiz (16.-18.10.2006) und Grub (28.-30.06.2007)

Besprechung und Auswertung von 8 Proben des Proficiency-Tests (2006 und 2007). Bei diesen Ringuntersuchungen besteht keine Methodenbindung.

Vorträge insbesondere zur Methodik des Nachweises von Salmonellen und Clostridien und der präanalytischen Stabilität von Mikroorganismen in Flüssigfuttern und Silagen unter verschiedenen Bedingungen der Lagerung im Laboratorium.

■ Sonstiges

Toleranzen für Mikroorganismen (Futtermittel-Zusatzstoffe) nach § 19 FMV
Besprechung 16.01.2007 am BVL Bonn; Teilnehmerkreis: BMELV, VDLUFA, AWT/DSM, Bundesverband Tiergesundheit (BfT), TÄ- Hochschule Hannover.

Arbeitskreis „Mikroskopie“

Berichtersteller: Dr.Inge Prardies-Severin, LUFA Nord-West, Hameln

Die Mitglieder der AK Mikroskopie trafen sich zur IAG Jahrestagung 2006 an der LUFA Rostock und im Herbst 2006 am Institut für Allgemeine Botanik, Universität Hamburg.

Folgende Ringuntersuchungen wurden im Berichtsjahr mit großer internationaler Beteiligung erfolgreich von den IAG Mikroskopikern durchgeführt:

1. Tierische Bestandteile in Futtermitteln
(3 Proben: Kälbermischfutter mit Fischmehl und geringen Anteil an tierischen Bestandteilen von Landtieren (0,1 % bzw. 0,2 %)
2. Zusammensetzung von Milchviehfutter (1 Probe)
3. Zusammensetzung von Legehennenfutter (1 Probe)
4. Identifizierung von pflanzlichen und tierischen Bestandteilen in organischen Düngemitteln (1 Probe)

Alle mikroskopischen Methoden für Futtermittel liegen dem VDLUFA in ihrer endgültigen Fassung zur Veröffentlichung vor. Die Methoden "Identifizierung und Schätzung von Bestandteilen in Futtermitteln"; "Bestimmung von *Datura spec.* in Futtermitteln" und "Probenvorbereitung für die makroskopische und mikroskopische

Untersuchung“ liegen als englische Übersetzung vor und werden in Kürze auf der IAG-Homepage (s.o.) veröffentlicht.

Im Herbst 2006 wurde das Europäische Referenzlabor für die Bestimmung tierischer Proteine in Futtermitteln (CRL-AP) mit Sitz in Gembloux, Belgien ernannt. Schwerpunkt der Arbeit des CRL-AP ist die detaillierte Anleitung, Schulung und Unterstützung der NRL`S bei der qualitativen und quantitativen mikroskopischen Bestimmung tierischer Proteine in Futtermitteln.

Ebenfalls im Herbst wurden die nationalen Referenzlabore für tierische Proteine (NRL) in den EU-Ländern etabliert. Für Deutschland wurde das Bundesamt für Risikobewertung (BfR), Berlin in Kooperation mit der Lufa Nord-West mit dieser Aufgabe beauftragt.

Als erster Informationsaustausch fand im März 2007 das kickoff meeting zwischen NRL und den offiziellen, für die amtliche Futtermittelüberwachung zuständigen nationalen Labore statt.

Im April 2007 präsentierte das CRL-AP auf dem kickoff meeting mit den NRL`S die Ergebnisse der CRL-AP Interlaboratory Study 2006 – Nachweis von verarbeitetem tierischen Eiweiß und Fischmehl.

Bei dem im Herbst gestarteten EU-Projekt „Detection of presence of species-specific processed animal proteins in animal feed“ (SAFEED-PAP) sollen neben der klassischen Mikroskopie alternative Untersuchungsverfahren (z.B. PCR, immunochemische Verfahren, NIR-Mikroskopie) erarbeitet und validiert werden. Unter den Projektteilnehmern sind zahlreiche IAG Mikroskopiker verschiedener europäischer Länder. In dem das Projekt begleitenden Beratungsgremium ist auch Deutschland vertreten.

Die IAG Jahrestagung 2007 findet auf Einladung des Landeslabors Brandenburg in Potsdam statt. Im Anschluss an die Jahrestagung findet die 1. Arbeitssitzung zwischen NRL und offiziellen Kontrollstellen statt.

Arbeitskreis „Mykotoxine“

Berichtersteller: Jürgen Danier, ZIEL, Freising

Im Berichtszeitraum wurde die Enquete 342 M zur Analytik von Fumonisin mittels HPLC-FD und LC/MS/MS durchgeführt. Die abschließende Berichterstattung zu den Ergebnissen der Ringanalyse steht noch aus. Die bereits beschlossene Enquete 351 Q zur Analytik von ZEA und DON konnte noch nicht umgesetzt werden.

Arbeitskreis „NIRS“

Berichtersteller: Doris Krieg, Sächs. LfL, Leipzig

Im Mittelpunkt der Arbeit stand die Diskussion zu möglichen Veränderungen der NIRS-Gerätetechnik in den Einrichtungen. Der Arbeitskreis hat sich anlässlich des Workshops „NIRS auf dem Feld“ in der FAL Braunschweig über Neuentwicklungen auf diesem Gebiet informiert und Vor- und Nachteile in einer Sitzung in Kassel diskutiert. Weitere gerätespezifische Entwicklung und Verbesserungen der Software

auch in Hinblick auf die weitere gemeinsame Nutzung von Netzwerkkalibrierungen werden abgewartet.

Die Entwicklung einer EU-Norm für die Futtermittelanalyse mittels NIRS beim CEN steht zur Diskussion. Der vorliegende Entwurf sieht in jedem Fall eine geräteunabhängige Methodenformulierung vor.

An der Verbesserung und Erweiterung der Netzwerkkalibrierungen für Silomais und Grasprodukte werden sich die Mitglieder des Arbeitskreises beteiligen, um die Einführung der neuen Schätzformel für diese Futtermittel in der Praxis zu unterstützen.

Ein neues Einsatzgebiet für die NIRS-Technik ist die Untersuchung von Rohstoffen und Gärresten im Zuge der Biogaserzeugung.

Im Rahmen der Qualitätssicherung bei der Untersuchung von Raps mittels NIRS-Netzwerk wurde 2007 wieder eine Enquete sowohl für die Referenzanalytik als auch für die NIRS-Messung durchgeführt. Geplant ist ein Ringversuch „Inhaltsstoffe in Grundfuttern NIRS“ zur Überprüfung der NIRS-Analysenqualität.

Arbeitskreis „Mikrobiologische Analytik“

Berichtersteller: Dr.Wolfgang Wagner, LTZ Augustenberg

Im AK Mikrobiologische Analytik wurde im Zeitraum 2006/2007 die Verbandsmethode 28.3.1 "Mikrobiologisches Verfahren zum Nachweis von antimikrobiell wirksamen Substanzen: Grundmodul (Screening)" entwickelt und zur Frühjahrssitzung 2007 der Fachgruppe VI in Freyburg (Unstrut) verabschiedet. Die dazugehörige Ringanalyse 357M "Grundmodul" wurde erfolgreich durchgeführt. Die Sitzungen des AK „Mikrobiologische Analytik“ fanden immer in Verbindung mit dem AK „Mikrobiologie“ und teilweise auch mit der EFMO (European Feed Microbiology Organisation) statt: Getagt wurde: 28.03.-30.03.06 in Leipzig, 18.10.-19.10.06 in Posieux (CH), 27.02.-01.03.07 in Oberschleißheim, 27.06.07 in Grub.

Dr.J.Schönherr
Dr.M.Peterhänsel