

VI Futtermittel

Der Vorstand der Fachgruppe (FG) tagte im April 2008 im Rahmen der Frühjahrssitzung in Potsdam. Wesentliche Punkte waren die Umsetzung des Vorschlages der neuen Analysenspielräume für Inhaltsstoffe, die Seite der FG VI auf der Homepage des VDLUFA sowie die weiteren Arbeiten am Methodenbuch III.

Die Arbeit der FG VI Futtermittel war im Berichtszeitraum September 2007 – September 2008 im Wesentlichen durch die FG-Sitzungen im September 2007 in Göttingen und im April 2008 in Potsdam bestimmt.

Die Ergebnisdarstellung und Diskussion zu Ringanalysen und Methodenvorschlägen bildeten einen Schwerpunkt der Sitzungen. Neben der Bonner-Enquete 360Q wurden die Ringanalysen 341M (Stärkeaufschlussgrad), 342M (Fumonisine), 362M (Organische Säuren), 363M (Glycerin), 364Q (Saccharomyces cerevisiae) und 365Q (Calcium und Rohasche in Futtermitteln mit feinstaubigen Kalken) besprochen.

In zweiter Lesung (per E-Mail-Verfahren) wurden die überarbeiteten mikrobiologischen Methoden (28.1.1 – 28.1.4 sowie 28.2.1 -28.2.6) verabschiedet. Die verabschiedeten Methoden wurden in der 7.Ergänzungslieferung zum Methodenbuch III veröffentlicht. Die im April 2008 verabschiedete Methode zur Bestimmung von Salmonellen in Futtermitteln soll im Zuge der 8.Ergänzungslieferung des Methodenbuchs III veröffentlicht werden.

In den FG-Sitzungen wurden u.a. folgende fachbezogene Themen diskutiert: Stärkebestimmung in Legehennenfuttern mit hohen Kalkgehalten und Kalkbeimischungen spezieller Struktur (Austernschalen), Bestimmung von Rohfaser in Hefeprodukten, Robustheit der Bestimmungsmethode für Phosphor.

Eine wichtige, außenwirksame Aufgabe der FG ist die Festlegung von Analysenspielräumen (ASR), die u.a. zur Bewertung von Analyseergebnissen im Bezug zu rechtlichen Vorgaben (Deklarationen, Höchstgehalte) herangezogen werden. Eine von der FG eingesetzte AG legte einen „Leitfaden zur Ableitung der Analysenspielräume“ vor, der in der FG diskutiert und beschlossen wurde. Basierend auf diesem Leitfaden und den Ergebnissen der qualitätssichernden Ringanalysen der FG VI der Jahre 1992-2007 wurden neue Modelle für Analysenspielräume von Inhaltsstoffen (Rohprotein, Rohasche, Rohfaser, Rohfett, Stärke, Zucker, Gasbildung) abgeleitet, von der FG diskutiert und beschlossen.

In einem Fachgespräch Anfang Juni 2008 erläuterten FG-Mitglieder den Vertretern der Wirtschaft und Behörden diese neuen Modelle und diskutierten mit Ihnen die Auswirkungen im Bereich der Futtermitteluntersuchung.

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.

An dieser Stelle der Dank an die Kollegen, die sich immer wieder der Mühe unterziehen und 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 (04.-05.07.07 in Rostock und 17.-18.12.07 in Kassel) getroffen. Die Arbeitsschwerpunkte sind nachfolgend aufgeführt:

Ausarbeitung des AK zur Anwendung der FPA unter besonderer Berücksichtigung der Analytik von GVO in Futtermitteln:

Einen Schwerpunkt bildete auf den letzten beiden Sitzungen die Ausarbeitung eines praktikablen Planes zur Probenahme mit 4 Probenahmeschemata für feste Futtermittel (verpackt/homogene und inhomogene, unverpackt/verarbeitete und unverarbeitete) auf Basis der Futtermittel-Probenahme- und -Analysenverordnung (FPA). Die von einer kleinen Arbeitsgruppe des Arbeitskreises erarbeitete Vorlage wurde im Arbeitskreis intensiv diskutiert und anschließend als Entwurf verabschiedet. Ende 2007 wurde dieser Entwurf zur Probenahme von Futtermitteln zur Untersuchung auf gentechnisch veränderte Bestandteile mit dem Titel „Probenahme von Futtermitteln zur Untersuchung auf Bestandteile von in der EU zugelassenen GVO im Rahmen einer Überprüfung der Kennzeichnungspflicht“ der Arbeitsgruppe Futtermittel (AFU) der Länderarbeitsgemeinschaft gesundheitlicher Verbraucherschutz (LAGV) zur Diskussion vorgelegt.

Durchführung eines Ringversuches zur DNA-Extraktion aus besonderen Einzelfuttermitteln, aktueller Stand:

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt des Arbeitskreises war die Durchführung eines Ringversuches zur DNA-Extraktion aus Einzelfuttermitteln, aus denen sich die DNA nur schwer extrahieren lässt. Zu diesem Thema wurde im Herbst 2007 ein Ringversuch durchgeführt.

Für den Ringversuch wurde von den 9 Teilnehmern aus 3 unterschiedlichen Maisproben (Maiskleberfutter, Maiskleber und CCM) die DNA isoliert. Die DNA-Isolierung aus weiteren Einzelfuttermittelproben (Zuckerrübenmelasse; Sojaschrot; Trockenschnitzel; Rapsschrot) erfolgte optional. Insgesamt kamen 10 verschiedene DNA-Extraktionsverfahren (u.a. CTAB-Methode, JRC-Methode, Animal X Kit, Gene Spin (Genescan), Lyse Puffer Gene Scan (CTAB) dann Macherey Nagel Food, Roche Kit, CTAB Wizard, DNeasy Mini Plant Kit) zum Einsatz. Von jeder Probe sollten mindestens 5 Extraktionen durchgeführt werden. Neben dem für das jeweilige Teilnehmerlabor vorgeschriebenen Extraktionsverfahren konnten optional zusätzlich auch weitere Extraktionsverfahren eingesetzt werden. Die weiteren Versuchsbedingungen (z.B. PCR-Bedingungen) waren, soweit möglich, vorgegeben. Die Ct-Werte einer Referenz-DNA-Lösung und die Ct-Werte der jeweiligen DNA-Extraktionslösungen der Proben wurden erfasst. Eine erste kurze Auswertung der Ergebnisse wurde von Herrn Haldemann auf der Sitzung des AK PCR-Analytik in Kassel vorgestellt. Nach Abfrage einiger weiterer Versuchsparameter wird Herr Haldemann eine Gesamtauswertung des Ringversuches erstellen und auf der nächsten Sitzung vorstellen.

Planung eines Ringversuches zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln mit Hilfe der PCR:

Ein Ringversuch zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln mit Hilfe der PCR ist in Vorbereitung. Für diesen Ringversuch wurde Material vom Stratfeed-Projekt (EU-RV) gekauft. Es handelt sich dabei um Material vom Rind mit

unterschiedlicher Erhitzung (133°C, 137°C, 141°C und 145°C). Für den Ringversuch soll zunächst Referenzmaterial von Rind (4 verschiedene Erhitzungstemperaturen) eingesetzt werden.

Mit diesen Proben wurde zunächst ein kleiner Ringversuch mit 3 Teilnehmerlaboren durchgeführt, bevor anschließend ein Ringversuch zum qualitativen Nachweis tierischer Bestandteile mit der VDLUFA-Methode III 29.1 durchgeführt wird.

Arbeitskreis „Futtermittelmikrobiologie“

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

1.) Besprechung des Arbeitskreises 6. bis 8. Mai 2008 in Freising.

Es wurden folgende Fachthemen erörtert und Beschlüsse gefasst:

• Methodenarbeit

Nach grundsätzlichen Erörterungen über die Vereinheitlichungen von Gliederungen und Formulierungen mikrobiologischer Bestimmungsverfahren des Methodenbuchs III wurden 5 bereits im Vorfeld der Arbeitsbesprechung abgestimmte Methodentexte besprochen. Beschlossene Änderungen für sulfitreduzierende Clostridien (28.3.2), Milchsäurebakterien (28.3.3), Enterokokken und intestinale Enterokokken (28.3.4), Enterobakterien (28.3.5), E. coli und coliforme Bakterien (28.3.6) werden für eine 1. Lesung eingearbeitet.

Weiterhin bestand Klärungsbedarf über die Inhalte von zwei zu erstellenden Verfahrensanweisungen: „Leitfaden zur Auswahl von Methoden für die Beurteilung der mikrobiologischen Qualität und hygienischen Beschaffenheit“ und „Leitfaden zur Beurteilung der mikrobiologischen Qualität und hygienischen Beschaffenheit“.

Die Methode „Nachweis von Salmonella“ wurde von der Fachgruppe in 2. Lesung als Verbandsmethode verabschiedet.

Die Vorschläge der internen Arbeitsgruppe „Probenahme, Transport und Lagerung“, das Handling von flüssigen Futtermittel bzw. Gärfuttern betreffend, sollen unter 1.4 bzw. 1.6 in das Methodenbuch III (8. Ergänzungslieferung) eingearbeitet werden.

• Enqueten

Zwei Ringuntersuchungen erbrachten sehr zufrieden stellende Ergebnisse für probiotische Zusatzstoffe. Konzentrat mit *Saccharomyces cerevisiae* (364Qa): $V_r = \pm 10,9 \%$; $V_R = \pm 20,8 \%$ bzw. Premix mit *Pediococcus acidilactici* (370Qa): $V_r = \pm 9,5 \%$, $V_R = \pm 15,6 \%$.

Die statistischen Auswertungen erfolgten, wie bei anderen Zusatzstoffen, auf der Grundlage dekadischer Zahlen nach ISO/DIN 5725. Es besteht Klärungsbedarf, ob die vom CRL für Futtermittelzusatzstoffe favorisierten logarithmischen Auswertungen mathematischen Rechenregeln entsprechen, eine sinnvolle statistische Ausreißerererkennung erlauben und für den Vollzug praktikabel sind. Hierzu wird das CRL einen speziellen Workshop einberufen.

• Orientierungswerte und Qualitätsstufen

Unter Einbeziehung neuer Daten wurden die Orientierungswerte für Mais- bzw. Grassilagen (316 bzw. 191 Proben) aus jeweils 4 Silierjahren neu berechnet. Diese Orientierungswerte sollen weiterhin als vorläufig gelten.

Für Futtermittel, welche in der bundesweiten Pilotstudie (1994-1996) nicht erfasst wurden, sollen Daten zu den 7 Keimgruppen zwecks Ableitung von Orientierungswerten gesammelt werden.

Die Qualitätsstufen von TMR können auf der Grundlage der Anteile an pflanzlichen Bestandteile und deren Orientierungswerte ermittelt werden.

- Bestimmungsgrenze und Messunsicherheit

Die theoretische Bestimmungsgrenze ergibt sich aus der niedrigsten Verdünnungsstufe aus denen noch Keimzählplatten hergestellt werden können und der von der Methode geforderten Mindestanzahl an auszählbaren Kolonien. Für die tatsächliche Bestimmungsgrenze einer Untersuchung sind die gewählte Verdünnungsstufe und die Mindestanzahl an Kolonien maßgebend. Die Allgemeine Verfahrensanweisung 28.1.1 soll in diesem Sinne ergänzt werden. Über die Herangehensweise zur Ermittlung der Messunsicherheit bestehen in den Laboren unterschiedliche Auffassungen.

- Sonstiges

Vorstellung eines Projektes „Silierte Pressschnitzel“ der LWK NRW; Bericht über die Aktivitäten des CRL und der NRL.

2.) Tagung der EFMO (European Feed Microbiology Organisation) 26. – 28. Juni 2008 in Potsdam

Am jährlichen Ringtest zur mikrobiologischen Qualität aus dem Blickwinkel „interlaboratory comparison“ und „proficiency testing“ beteiligten sich insgesamt 21 Labore; 17 davon nutzten die VDLUFA / EFMO-Methode. Diskussion um den Validierungsstatus dieser Methode und Vergleich zur ISO-Methode.

Erstmals wurde ein Ringtest zur Identifizierung von Hefen und Schimmelpilzen im Rahmen der EFMO durchgeführt (Mietke). Versendet wurden 1 Hefe sowie 2 Schimmel- und 1 Schwärzepilz, die nach Möglichkeit auf Speziesebene zu identifizieren waren. Der Ringtest fand großen Anklang und soll in den kommenden Jahren fortgeführt werden.

- Vorträge

Neben den Hauptthemen über Fusarien, deren Identifizierung und Mykotoxine wurde auch über die Identifizierung verschiedener probiotischer Mikroorganismen und die mikrobiologische Qualität von Zuckerrübenschnitzel referiert.

- Workshop

Ein eintägiger Workshop an der FU Berlin (Dr. Nirenberg) zur Identifizierung von Fusarien wurde im Anschluss an das Meeting durchgeführt. Verschiedene Fusarienspezies, die bei pflanzlichen Futtermitteln eine entscheidende Rolle spielen, wurden auf den Kulturmedien der VDLUFA-Methode sowie auf speziellen Nährmedien zur besseren Identifizierbarkeit (SNA nach Nirenberg, PDA) kultiviert und mikroskopiert. Die Kulturplatten wurden fotografiert und zu einem Fusarienatlas zusammengestellt, der mit den EFMO-Proceedings verschickt wird (Mietke).

Das nächste Meeting des EFMO ist für 2009 in Uppsala vorgesehen.

Arbeitskreis „Mikrobiologische Analytik“

Berichtersteller: Dr. Wolfgang Wagner, LTZ Augustenberg

Der AK Analytische Mikrobiologie tagte zusammen mit dem AK Mikrobiologie am 27.06.07 an der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL), Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft Grub und am 08.05.08 am Lehrstuhl für

Lebensmittelchemie und Molekulare Sensorik in Freising. Hierbei wurden Erfahrungen bei der Anwendung des Grundmoduls für das Antibiotika-Screening (VDLUFA-Methode 28.4.1) ausgetauscht. Probleme hierbei werden zum Teil auch bilateral gelöst, z. B. durch Hospitationen von Laboranten. Für Ende 2008 wird ein Ringversuch mit Praxisproben aus Mecklenburg-Vorpommern geplant.

Arbeitskreis „Mikroskopie“

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

Die Mitglieder des AK Mikroskopie trafen sich zur IAG Jahrestagung 2007 auf Einladung des Landeslabors Brandenburg in Potsdam und im Herbst 2007 am Institut für Allgemeine Botanik der Universität Hamburg.

Im Anschluss an die IAG Jahrestagung 2007 fand die 1. Arbeitssitzung zwischen dem NRL für tierische Proteine (BfR Berlin in Kooperation mit Lufa Nord-West) und den offiziellen Futtermittelkontrolllabors statt. Die Durchführung eines Ringversuchs „Tierische Proteine“ 2008 zum Training der in der amtlichen Futtermittelkontrolle tätigen Mitarbeiter wurde beschlossen.

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

1. Tierische Bestandteile in Rinderfutter (45 teilnehmende Labors aus ganz Europa, 1 Labor aus Südamerika, 1 Labor aus Kanada)
Rinderfutter gespiked mit 0,8% Federmehl
Rinderfutter gespiked mit 2% Fischmehl und 0,1% MMBM
Rinderfutter gespiked mit 4% Fischmehl
2. Zusammensetzung von Milchviehfutter (halboffene und offene Deklaration, 2 Proben)
3. Zusammensetzung von Legenhennenfutter (offene Deklaration, 2 Proben)
4. Identifizierung von tierischen und pflanzlichen Bestandteilen in organischen Düngemitteln (1 Probe)

Die Übersetzung der mikroskopischen Methoden wurde fortgesetzt mit der Verabschiedung von „Sample Preparation for Macroscopic and Microscopic Analysis und „Method for the Determination of Ambrosia (*Ambrosia artemisiifolia* L.) in non-pelleted Feedingstuff“.

Im Herbst 2007 richtete das LTZ Karlsruhe Augustenberg den Workshop „Botanische Verunreinigungen in Futtermitteln“ mit dem Schwerpunktthema „Unkrautsamen“ aus.

An diesem Trainingskurs zur Bestimmung unerwünschter und/oder toxischer Futtermittelbestandteile nahmen über 20 IAG Mikroskopiker aus verschiedenen europäischen Ländern teil.

Auf europäischer Ebene fanden folgende Aktivitäten statt:

Im April 2007 wurden im Rahmen des CRL-NRL kickoff meetings die Ergebnisse der CRL-AP Interlaboratory Study 2006 präsentiert.

Ziel dieses Ringversuchs war die Prüfung der Verlässlichkeit von Directive 126/2003/EC zur qualitativen Bestimmung tierischer Bestandteile in Futtermitteln sowie die Eignung zur Quantifizierung. (19 Proben wurden von den nationalen Referenzlabors untersucht).

Ergebnis: Die Verlässlichkeit der qualitativen Bestimmung ist ausreichend, die Eignung zur Quantifizierung im Hinblick auf zu erwartende gesetzliche Neuregelungen beim Einsatz

tierischer Proteine in Futtermitteln ist nicht ausreichend gesichert.

In einem CRL-AP proficiency test (4 Proben) mit Teilnahme von 26 EU-Mitgliedsstaaten sowie Kanada im Juli 2007 wurden im Vergleich zur Interlaboratory Study 2006 verbesserte Ergebnisse erzielt. Unerfahrene Labors der neuen EU-Beitrittsländer waren zuvor gezielt vom CRL Gembloux in der Bestimmung tierischer Proteine trainiert worden.

Im November 2007 folgte die CRL-AP Interlaboratory Study 2007 (Untersuchungsumfang 10 Proben). Im Hinblick auf die geplante Lockerung des Verfütterungsverbots bei Fischmehl lag der Schwerpunkt der Untersuchung auf der Quantifizierung von Fischmehl unter Verwendung eines speziellen Zählgitters. Die Ergebnisse dieser Studie wurden auf dem 2. CRL-AP/NRL meeting im April 2008 vorgestellt. Die Reproduzierbarkeit konnte im Vergleich zu 2006 verbessert werden. Im Hinblick auf einen anstelle der diskutierten Nulltoleranz einzuführenden Grenzwert für tierische Bestandteile ist eine Optimierung der Zählgittermethodik sowie das kontinuierliche Training für Mikroskopiker mit geringer Erfahrung auf diesem Arbeitsgebiet erforderlich.

Weitere Themen auf diesem CRL-AP/NRL Treffen waren der Einsatz anderer Methoden zur Quantifizierung tierischer Bestandteile in Futtermitteln (u.a. NIR-Mikroskopie, PCR), Bestimmung der Nachweisgrenze und Attestierung des Befundes sowie die Vorgehensweise bei Durchführung einer Schiedsanalyse.

Zahlreiche IAG Mikroskopiker sind auch im EU-Projekt SAFEED-PAP organisiert. Zur Lockerung des derzeit bestehenden umfassenden Verfütterungsverbots tierischer Proteine sollen validierte Methoden für eine tierartspezifische Bestimmung sowie für eine Quantifizierung tierischer Proteine in Futtermitteln erarbeitet werden. Im Rahmen dieses Projektes fand im November 2007 die SAFEED-PAP Conference in Belgien statt: Experten aus ganz Europa, Asien, USA und Kanada diskutierten über verschiedene Aspekte zum Thema Futtermittelsicherheit (Legislative, Analytik, tierische Bestandteile, pflanzliche Komponenten, unerwünschte Bestandteile, Futtermittelzusätze, Futtermittelproduktion).

In einem anschließenden internen Tagungsteil arbeiteten die Projektteilnehmer in verschiedenen Arbeitsgruppen weiter an der Entwicklung und Optimierung der Analytik zur Bestimmung tierischer Proteine in Futtermitteln.

Im Mai 2008 trafen sich die SAFEED-PAP Partner in Litauen. Schwerpunkt der Mikroskopiker war ein Workshop für Mikroskopie zum Training von Kollegen aus den neuen EU-Beitrittsländern bzw. aus möglichen künftigen Beitrittsländern. Außerdem waren Kollegen aus Russland und der Ukraine zum Informationsaustausch eingeladen.

Die IAG Jahrestagung 2008 fand auf Einladung der ungarischen Agentur für Lebensmittel- und Futtermittelsicherheit mit über 50 Teilnehmern aus 18 Ländern Europas in Budapest statt.

Arbeitskreis „NIRS“

Berichtersteller: Doris Krieg, Sächs. LfL, Leipzig

Spezifische Themen des Arbeitskreises waren die Anpassung der NIRS-Analytik an die Erfordernisse der neuen Schätzgleichungen für Grundfutter und Arbeiten zur Biogasanalytik. Die VDLUFA-Netzwerkkalibrierungen für Gras- und Maissilage sowie Frischgras enthalten alle erforderlichen Parameter und konnten mit Beginn der neuen Ernte genutzt werden.

Mitglieder des Arbeitskreises sind im neu gegründeten AK Biogas des VDLUFA vertreten und bringen sich aktiv in die Arbeit ein.

In den NIRS-Netzwerken Raps und Silomais wurden im Rahmen der Qualitätssicherung wieder je eine Enquete sowohl für die Referenzanalytik als auch für die NIRS-Messung durchgeführt.

Ein Ringversuch „Inhaltsstoffe in Silage“ zur Überprüfung der NIRS-Analysenqualität im Vergleich zur Referenzanalytik wurde mit der Enquete 373 Q gemeinsam mit dem Arbeitskreis Grundfutter initiiert. Beteiligt sind 14 Einrichtungen. Hier geht insbesondere um die Dokumentation einer guten Grundfutteranalysenqualität im Rahmen der Einführung der neuen Schätzformeln in der Praxis.