



Tätigkeitsbericht FG VI – Futtermitteluntersuchung 2009/2010

Der Vorstand der Fachgruppe (FG) tagte im April 2010 im Rahmen der Frühjahrssitzung in Leipzig. Wesentliche Diskussionspunkte waren:

- Die Überprüfung der VDLUFA Analysenspielräume auf Basis der Datenbestände der BONNER ENQUETE und IAG Studien der letzten 10 Jahre mit konkreter Nennung der zugehörigen Analysenmethoden,
- die Bereitstellung der BONNER ENQUETE Daten an die NRL zur Überprüfung der Laborqualitäten im amtlichen Bereich im Rahmen der Erfordernisse der VO (EG) 882/2004 mit Teilnahme der NRL als `amtliche Labore´ unter Erweiterung des bestehenden Kooperationsvertrages mit dem VDLUFA,
- die mögliche Archivierung „alter“ und Veröffentlichung „neuer“ VDLUFA Methoden als 8. Ergänzungslieferung des VDLUFA Methodenbuches Band III,
- die Einführung neuer Schätzgleichungen für Schweine- und Rindermischfutter mit der Revision der bestehenden VDLUFA Methoden zur Faserfraktionierung (ADFom, aNDFom, ADL),
- die Diskussion zu den unbefriedigenden Ergebnisse eines verdeckten Ringversuches in Grundfutter
- die Einführung einer FG Beschlussliste und
- die Verbesserung der Öffentlichkeitsarbeit via Homepage mit individuellen Zugangsberichtigungen der FG Mitglieder.

Die Arbeit der FG VI Futtermittel war im Berichtszeitraum 09/2009 – 08/2010 im Wesentlichen durch die FG Sitzungen im September 2009 in Karlsruhe und im April 2010 in Leipzig bestimmt.

Die Aktivitäten der FG Mitglieder, Behörden und Gäste waren sehr umfangreich mit

- der Vorstellung neuer Modelle durch die PG ASR zu neuen VDLUFA Analysenspielräumen für diverse Parameter mit erfolgreicher Abstimmung in der FG,
- der alljährlichen Organisation der BONNER ENQUETE in Kooperation der LUFEN aus Kassel und Leipzig mit umfangreicher Diskussion zur Statistik in der internen FG Frühjahrssitzung,
- der Validierung neuer VDLUFA Methoden zum Stärkeaufschlussgrad und zur Bestimmung von diversen Kokzidiostatika, dem Vergleich von VDLUFA- und CEN-Methoden im Bereich der Probiotika und der Enzyme, wobei im Detail zu den Erfahrungen der Methodenentwicklung im CEN/TC 327/WG 1 zur Blausäure und im Allgemeinen zu den Normierungsaktivitäten auf DIN/CEN/ISO-Ebene berichtet wurde,
- der Durchführung einer umfangreichen Grundfutterenquete inklusive der Probenvorbereitung, NIRS- und nasschemischer Analytik und der Diskussion zur TS-Korrektur als Folge einer verdeckten Ringanalyse,



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

- der Vorstellung rechtlicher Veränderungen auf nationaler und europäischer Ebene sowie der Aktivitäten durch das BMELV, das BVL und der Länderbehörden (AFU) und der NRL des BVL und des BfR,
- den Berichten aller Arbeitskreise der FG sowie der DLG/VFT (auch zur DLG Datenbank) und der VDLUFA Geschäftsstelle,
- Methodenvergleichen von Seiten der Industrie im Bereich der Fett- und Faseranalytik und zur Gasbildung durch einen Laborhersteller.

Die Fachgruppe lebt von den Aktivitäten ihrer Mitglieder. Die Zahl der Teilnehmer zu den Sitzungen ist mittlerweile über 65 Personen stetig gewachsen.

An dieser Stelle sei deshalb allen Kolleginnen und Kollegen gedankt, die durch ihre Aktivitäten und Beiträgen zu diesem Erfolg der FG beisteuern.

Arbeitskreis `PCR Analytik`

Berichterstatter: Dr. Sabine Domey (TLL Jena)

Im Berichtszeitraum führte der Arbeitskreis seine 19. Sitzung vom 25.-26.11.2009 und seine 20. Sitzung vom 28. - 29.04.2010 in Jena durch.

Diese beinhalteten folgende Schwerpunkte

1. Auswertung des in 2009 durchgeführten Ringversuchs zur DNA-Extraktion aus Einzelfuttermitteln
Es wurde von 10 Laboren einheitlich die CTAB-Methode, wie sie im VDLUFA-Methodenhandbuch für den Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln beschrieben ist, anhand von vier hochprozessierten Einzelfuttermitteln (CCM, Maiskleberfutter, zwei Maiskleber) auf ihre Eignung getestet. Als Vergleich diente eine Mais Kornprobe. Um die Variabilität bei der Messung möglichst gering zu halten, sind alle DNA-Extrakte in einem Labor am selben Gerät (LLBB) durch dieselbe Person analysiert worden. Die Ergebnisse ließen den Schluss zu, dass die Methode für diese Matrices geeignet ist. Die für einen der beiden Maiskleber ermittelten relativ hohen Ct-Werte führten allerdings zu der Frage, ob es doch noch eine geeignetere Extraktionsmethode gibt. Um das herauszufinden, wurde in 2010 ein erneuter Ringversuch durchgeführt, bei dem die teilnehmenden Labore (11) ihre Hausmethode für die DNA-Extraktion einsetzen sollten. Der Test erfolgte nur an dem sich als besonders schwierig erwiesenen Maiskleber aus dem vorherigen Ringversuch. Die DNA-Extrakte wurden erneut einheitlich am selben real-time PCR-Gerät (480 Light Cycler, LLBB) unter Nutzung des hmg-Systems analysiert. Zur Abschätzung der Kopienzahl in den DNA-Extrakten diente ein MON810-Plasmid-Standard in verschiedenen Verdünnungen mit bekannten Kopienzahlen. Eine ausführliche Auswertung der Ergebnisse auch im Vergleich zur CTAB-Methode und die Ableitung der weiteren Verfahrensweise ist für die 21. Sitzung am 2. und 3.12.2010 in Jena geplant. Beide Ringversuche wurden vom BVL finanziell unterstützt. Es ist angedacht, die Amtliche Methodensammlung nach § 64 LFGB um eine für solche speziellen Matrices geeignete Methode zu erweitern.

2. Aktualisierung /Überarbeitung des Futtermittelkonzeptes zur GVO-Analytik

Das im November 2005 auf der Homepage des VDLUFA veröffentlichte Konzept zur Analytik von gentechnisch veränderten Pflanzen (GVO) in Futtermitteln wurde ausführlich überarbeitet und wird in seiner aktuellen Form nach Schlussabstimmung im Arbeitskreis auf der Homepage des VDLUFA eingestellt.

3. Aktualisierung des Probenahmeschema

Das auf der Homepage des VDLUFA veröffentlichte Probenahmeschema für die Analyse von in der EU zugelassenen GVO in Futtermitteln behält auch unter Beachtung der VO (EG) 152/2009 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln seine Gültigkeit. Eine Ergänzung bzgl. der Einbeziehung der neuen VO wird vorgenommen und zeitgleich mit der überarbeiteten Version des Futtermittelkonzeptes auf der Homepage eingestellt.



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

4. Künftige Vorhaben

Erste Untersuchungsergebnisse aus einem Vorversuch mit bei verschiedenen Temperaturen autoklavierem Tiermehl aus dem Strafeed-Projekt zeigten, dass dieses Material zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln in einem künftigen Ringversuch geeignet ist. Bis zur nächsten Sitzung im Dezember 2010 werden die Ergebnisse zu diesen Untersuchungen von zwei weiteren Laboren vorliegen und die Grundlage für eine Entscheidung über die weitere Verfahrensweise zur Vorbereitung eines Ringversuches zum Tierartennachweis bilden.

Arbeitskreis `Futtermittelmikrobiologie`

Berichterstatter: Dr. Henriette Mietke, SMUL Sachsen

Im Berichtszeitraum führte der Arbeitskreis drei Sitzungen durch: vom 12.-14.05.2009 am LALLF Neubrandenburg, vom 09.-11.03.10 am LAVES Stade und vom 27.- 28.05.2010 am LGL in Oberschleißheim.

Das wichtigste Arbeitsgebiet des Arbeitskreises besteht derzeit im Methodenvergleich zur Quantifizierung von probiotischen Futterzusatzstoffen zwischen den etablierten VDLUFA-Methoden und den nunmehr verabschiedeten und damit rechtsgültigen CEN-/DIN-Methoden. Dazu wurden im Berichtszeitraum 4 Enqueten durchgeführt (S. cerevisiae, E. faecium, B. subtilis/licheniformis und B. subtilis Calsporin®), ein weiterer Ringversuch zu E. faecium wurde verabschiedet. Bei allen Ringversuchen trat zu Tage, dass die VDLUFA-Methoden aus verschiedenen Gründen den CEN-Methoden überlegen sind. Besonders problematisch erweist sich die Untersuchung von Produkten, die mit einer Fettkapsel umschlossen sind. Die in den CEN-Methoden ausgewiesene Suspensionslösung ist nicht in der Lage, die Fettkapseln vollständig zu spalten. Zu diesen Tatsachen wird vom AK ein Bericht verfasst, der dem NRL zur Verfügung gestellt wird.

Zur Verbesserung besonders der mikrobiologischen Beurteilung von Silagen und anderen feuchten Matrices wurden Methodenlesungen zur Bestimmung von Milchsäurebakterien und sulfitreduzierenden Clostridien durchgeführt. In einem kleinen Ringversuch mit einer Grassilage wurde die Clostridienmethode erstmalig von den Laboren geprüft, die Erfahrungen und Ergebnisse wurden diskutiert. Weitere Ringversuche zur Quantifizierung von Milchsäurebakterien und sulfitreduzierenden Clostridien sind für den Herbst 2010 geplant. Für die Schaffung einer robusten Routinemethode, die die anaeroben mikrobiologischen Verhältnisse von Silierprodukten besser erfasst, soll die jetzige Clostridienmethode durch die Erfassung sämtlicher anaerober Sporenbildner erweitert werden.

Im Zuge der redaktionellen Bearbeitung der VIII. Ergänzungslieferung des Methodenbuches III wurden einige Methodentexte überarbeitet. So konnten mikrobiologisch Orientierungswerte für Gras- und Maissilagen sowie für pelletierte Mischfuttermittel für Kaninchen und Pferde nach umfänglicher mathematischer und inhaltlicher Prüfung verabschiedet werden. Diese Zahlen werden in die VIII. Ergänzungslieferung integriert.

Eine Abfrage der Laboratorien über die mikrobiologische Qualität von Haferproben in den einzelnen Bundesländern ergab, dass die bestehenden Orientierungswerte bei einigen Keimgruppen einer Korrektur bedürfen. Bisher wurden 329 mikrobiologische Analysen zu Hafer aus 9 Untersuchungseinrichtungen von den Jahren 2002 bis 2010 erfasst. Das Zahlenmaterial wird statistisch bearbeitet und dem AK zur Abstimmung über korrigierte Orientierungswerte vorgelegt.

Zum Themenkomplex Mikrobiologie von feuchten und flüssigen Futtermitteln wurden weiterhin 2 Methodentexte zur Probenahme und Transport erarbeitet, die zur Fachgruppentagung in Leipzig vorgest-

tellt wurden: „Entnahme, Aufbewahrung und Transport von Proben halbflüssiger und flüssiger Futtermittel unter besonderer Berücksichtigung mikrobiologischer Untersuchungen“ und „Entnahme, Aufbewahrung und Transport von Silage-Proben und anderen Futtermitteln mit hohem Feuchtigkeitsgehalt unter besonderer Berücksichtigung mikrobiologischer Untersuchungen“. Die Weiterentwicklung und Vervollständigung dieser Methoden soll gemeinsam mit dem AK Grundfutter erfolgen.



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Arbeitskreis `Mikrobiologische Analytik`

Berichterstatter: Dr. Wolfgang Wagner, LTZ Augustenberg

Der AK Analytische Mikrobiologie tagte zusammen mit dem AK Mikrobiologie vom 09.-11. März 2010 im Futtermittelinstitut am LAVES Stade. Hierbei wurden folgende Themen behandelt:

Die Richtlinie 2009/8/EG der Kommission hinsichtlich Höchstgehalten an Kokzidiostatika und Histomonostatika, die aufgrund unvermeidbarer Verschleppung in Futtermitteln für Nichtzieltierarten vorhanden sind, schreibt Nachweisgrenzen für die einzelnen Kokzidiostatika und Histomonostatika vor, die in Erzeugnissen zur Tierernährung einzuhalten sind. Das Grundmodul (VDLUFA-Methode 28.4.1) erreicht diese vorgegebenen Höchstgehalte nicht in allen Fällen. Um dies zu verbessern werden eine Reihe von Maßnahmen getroffen:

Die Nachweisgrenzen werden erneut überprüft und in Anlehnung an die Entscheidung 2002/657/EG (legt Regeln für Analysemethoden fest, die bei der Analyse von amtlichen Proben gemäß Rückstandskontrollrichtlinie zu verwenden sind) neu festgesetzt. Hierbei bieten sich mehrere unterschiedliche Vorgehensweisen an, unter anderem die Verwendung der Kalibriergeradenmethode, sog. M.I.C.-Evaluator-Streifen oder der Einsatz selbst beschickter Testplättchen. Auf Basis der Vorarbeiten in zwei Laboren soll dies in einem nächsten Ringversuch umgesetzt werden.

Einzelne Labore stellen zudem immer wieder Verbesserungen durch Veränderungen der Inkubationsbedingungen fest (z. B. Variationen in der Schichtdicke des Agars, eine Vorinkubation der Platten bei 4 °C, etc.). Hierbei muss eine einheitliche, optimale Vorgehensweise gefunden werden.

Die während der Probenaufarbeitung durchzuführende Dialyse kann durch einen Konzentrierungsschritt ergänzt werden, wodurch die Nachweisgrenze um bis zu einer Zehnerpotenz gesenkt werden kann.

Als Nachfolgeprodukt der nicht länger produzierten Dialyseschläuche wurde ein Dialysesystem mit Teflonkammern validiert und für ebenso tauglich erachtet. Da aber generell diese Produkte im Bereich von MWCO 100 Dalton keinen großen Markt haben, besteht auch weiterhin das Risiko, dass die Produktion jederzeit eingestellt werden kann.

Arbeitskreis `Mikroskopie`

Berichterstatter: Dr. Inge Paradies-Severin, LUFA Nord-West, Hameln

Im letzten Jahr 2009 fand im Juni die IAG Jahrestagung in Dublin (mit 45 Teilnehmern aus 16 europäischen Ländern) und die IAG Herbstsitzung im September in Hamburg statt. Es wurden mehrere Enqueten (Überprüfung der offenen bzw. halboffenen Deklaration, tierische Bestandteile in Futtermitteln, Fischmehl mit Spuren von Landtieren in Futtermitteln, MBM in Futtermitteln und Fischmehl in Futtermitteln) ausgerichtet.

Folgende Methoden (englische Übersetzungen) wurden gelesen:

Bestimmung von Rizinuschalen, Bestimmung von Steinschalen (Palmkernprodukte) und Bestimmung von Jakobskreuzkraut in Heu (ausgehend von dieser Methode Planung einer generellen Methode für Giftpflanzen im Grundfutter, darin werden alle interessierenden Pflanzen im Anhang einzeln beschrieben). Generell gibt es eine Diskussion zur Bestimmung der unerwünschten Stoffe laut Directive 2002/32/EC, Anhang 1 und Directive 2008/76/EC.

➤ Zusammenarbeit zwischen CRL und NRL (BfR/LUFA Nord-West für Deutschland):

- März 2009: 3rd CRL-AP Gembloux (Belgien) mit Präsentation der Ergebnisse des Proficiency Test 2008 (Qualitativer und quantitativer Nachweis tierischer Bestandteile) mit 26 NRL's und 3 Nicht-EU-Staaten als Teilnehmer.

- Ergebnis:

- qualitative Verlässlichkeit: sehr gut
- quantitative Verlässlichkeit: ausreichend



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

- November 2009: Auswertung NRL-Proficiency Test, wobei alle Einrichtungen, die in Deutschland mikroskopisch tierische Bestandteile (qualitativ) bestimmen, den Test bestanden haben
- November 2009: CRL-AP Proficiency Test mit dem Ziel die Probenvorbereitung so homogen wie möglich durchzuführen; Quantifizierung tierischer Bestandteile auf „Rastergrundlage“ und eine einheitlich Ergebnisdarstellung sowie die wissenschaftliche Festlegung der Nachweisgrenze (LOD)
- Aktivitäten im EU-Projekt SAFEED-PAP:
 - April 2009: International Workshop China mit 45 Teilnehmern aus 9 europäischen Ländern
Thema: Harmonisierung der Methoden zur Bestimmung tierischer Bestandteile in Futtermitteln
 - Oktober 2009: 3rd Feed Safety Conference Wageningen mit 140 Teilnehmern aus Europa und Übersee
Themenaspekte: Futtermittelsicherheit, Fragen der Legislative
Analytik: tierische Bestandteile, pflanzliche Komponenten, unerwünschte Bestandteile
 - anschließend: 5th SAFEED-PAP consortium meeting Verlängerung bis Mai 2010
Multi-Autoren-Buch als Ergebnis: verschiedene Kapitel mit Beschreibungen und Diskussionen zu den möglichen Methoden zum Nachweis tierischer Bestandteile in Futtermitteln, mit Tricks und Tipps für Anfänger, wird Jedem zugänglich nach Projektabschluss, Zugang zur Bildergalerie des CRL-AP für IAG-Mitglieder, bei Interesse Kontakt: p.veys@cra.wallonie.be
- Tagungen 2010:
 - IAG – Jahrestagung Juni 2010 fand in Tervuren (Belgien) auf Einladung des belgischen (FAVV) Federal Feedingstuff Laboratory statt mit Überarbeitung entsprechender Vorschriften der VO (EG) Nr. 152/2009.
 - Die IAG-Herbstsitzung fand in Hamburg im Oktober 2010 statt.

Arbeitskreis „NIRS“

Berichterstatter: Doris Krieg, BfUL, Leipzig

Inhaltlich ist die Arbeit der Mitglieder des AK NIRS vor allem auf die Analytik von Grundfutter und Pflanzen konzentriert. Es besteht daher ein enger Kontakt zum AK Grundfutter, in dem ein großer Teil der Mitglieder ebenfalls engagiert sind. In einer gemeinsamen Sitzung wurde eine Vergleichsuntersuchung von Grassilage, die sowohl nasschemisch als auch mittels NIRS untersucht wurde, diskutiert. Die Anwendung standardisierter Methoden zur Probenvorbereitung in den verschiedenen Einrichtungen bei Nutzung der Netzwerkkalibrierungen ist zur Erzielung vergleichbarer Ergebnisse dringend erforderlich. Hier besteht noch Abstimmungsbedarf.

Zur Sicherung der NIRS-Analysenqualität im Rahmen der NIRS-Netzwerke „Raps und Silomais“ wurden die jährlichen Enqueten durchgeführt.

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit war die inhaltliche Begleitung der Entwicklung der EU-Guideline EU ISO 12099:2010 zur Anwendung der NIR-Spektroskopie. Mit Stellungnahmen und Kommentaren sowohl für die englische Originalfassung aber insbesondere für die deutsche Übersetzung wurde wesentlich zur Verbesserung des Inhaltes beigetragen.

Arbeitskreis `Enzyme´

Berichterstatterin: Frau DI Irmengard Strnad

Danier übergab den Vorsitz des AK an Frau DI Irmengard Strnad (AGES Wien).



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Aus aktuellem Anlass erschien es notwendig sich im Arbeitskreis einigen Aspekten der Enzymanalytik zu widmen. Neben dem Verdacht mit den derzeit angewandten Methoden die Aktivität mancher Phytaseprodukte nicht vollständig zu erfassen, besteht auch Unsicherheit bezüglich der anzuwendenden Methoden. Auch die Analytik von NSP-Enzymen harrt seit Jahren einer praktikablen Lösung.

Die oben genannten Umstände werfen eine Reihe von Fragen auf, die im Arbeitskreis geklärt werden sollten, damit eine reibungslose Analysen- und Kontrolltätigkeit durchgeführt werden kann.

Schwerpunkt des Treffens am 3. August 2010 im LHL Kassel, an dem 11 Teilnehmer aus Kontroll- und privaten Laboren teilnahmen, waren Themen rund um die Phytaseaktivitätsbestimmung. Neben der konsensualen Sichtweise der anzuwendenden Methodenkaskade wurde die Vorbereitung einer Beschreibung zur Probenaufarbeitung für Mineralfutter behandelt. Für die Phytaseaktivitätsbestimmung in Alleinfuttermitteln ist aufgrund der Methodenkaskade gemäß VO (EG) 882/2004 die DIN EN ISO 30024 im Zuge der Kontrolltätigkeit anzuwenden, während für Ergänzungs- und Mineralfutter derzeit die VDLUFA-Methode bzw. auf Empfehlung des CRL-FA in Geel nach Aufmischung mit Maismehl auch die ISO-Methode in Frage kommt. Allerdings können bei der Analyse von Mineralstoffen immer wieder Matrixeffekte vorkommen, die das Ergebnis der Aktivitätsbestimmung maßgeblich beeinflussen. In den nächsten Monaten soll eine Beschreibung der Probenaufarbeitung für Mineralfutter erstellt und getestet werden, die diese Matrixeffekte mit den derzeit am Markt befindlichen Phytaseprodukten minimiert.

Arbeitskreis `Pharmakologisch wirksame Substanzen (PWS) mit LC-MSMS`

Berichterstatter: Dr. Biljana Trajkovska, CVUA-OWL

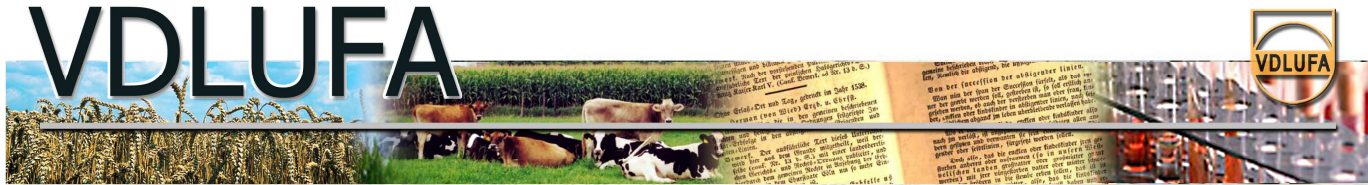
Im Berichtszeitraum 2009/2010 trafen sich die Mitglieder des Arbeitskreises „PWS mit LC-MSMS“ am 23. Februar beim Landesbetrieb Hessisches Landeslabor in Kassel.

Schwerpunkt der Arbeit der Mitglieder des Arbeitskreises ist die Erarbeitung einer VDLUFA-Methode zur Bestimmung von Kokzidiostatikaverschleppungen in Futtermitteln mittels LC-MSMS. Die Multimehode erfasst insgesamt 9 der 11 im Anhang 5 der Futtermittelverordnung aufgeführten Substanzen mit Höchstmengen, die aufgrund einer unvermeidlichen Verschleppung in Futtermitteln enthalten sein können. Zur Validierung der Methode wurde im Zeitraum November-Dezember 2009 ein Ringversuch, die Enquete 382 M, durchgeführt und ausgewertet. Daran haben sich 12 Labore beteiligt. Zur Herstellung des Probenmaterials wurden 3 verschiedene Futtermittelproben, je ein Alleinfuttermittel für Mastschweine und für Legehennen sowie ein Ergänzungsfuttermittel für Milchkühe, mit bis zu 4 verschiedenen Kokzidiostatika mit Konzentrationen im Verschleppungsbereich gespikt. Insgesamt mussten die Teilnehmer in den 3 Futtermittelproben 11 Kokzidiostatika nachweisen und dessen Gehalt bestimmen. Ziel war es, dass jedes mit der Methode erfassbare Kokzidiostatikum mindestens einmal im Verschleppungsbereich enthalten war. Monensin-Natrium war mit unterschiedlichen Konzentrationsniveaus in jedem Futtermittel enthalten.

Zusammenfassend konnte ein erfolgreiches Ergebnis erzielt werden. Bis auf Diclazuril konnten alle Substanzen von den Laboren nachgewiesen und bestimmt werden. Diclazuril konnte bei einem Mittelwert von 31,0 µg/ kg (bez. auf 88 % TM) von zwei Laboren nicht nachgewiesen werden, ein Labor konnte die Substanz zwar nachweisen, der Gehalt lag allerdings unterhalb der Bestimmungsgrenze. Von einem Labor wurde ein Kokzidiostatikum in einer Futtermittelprobe falsch positiv angegeben. Die ermittelten Horrat-Werte lagen bei allen Substanzen deutlich unter 2. Je nach Substanz und Konzentrationsniveau variierten die Vergleichsstandardabweichungen zwischen 12,0 und 24,2 %.

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt mit dem sich der Arbeitskreis im Berichtsjahr beschäftigt hat, ist die Bestimmung von Tetracyclinen im Verschleppungsbereich.

Eine Umfrage bei den Mitgliedern des Arbeitskreises ergab, dass derzeit sehr unterschiedliche Methoden zur Bestimmung angewendet werden. Um einen Überblick zu erhalten, wurde im Zeitraum Oktober-November 2009 ein informativer Ringversuch zur Bestimmung von Tetracyclinen in Futtermitteln bei freier Methodenauswahl mit gleichzeitiger Methodenabfrage durchgeführt. An dem Ringversuch haben 10 Labore teilgenommen. Als Untersuchungsmaterial diente ein in der Routineanalytik auffällig



Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

gewordenes, belastetes Futtermittel. Die Auswertung des Ringversuches zeigte eine relativ hohe Streuung bei den ermittelten Werten mit hohen rel. Vergleichsstandardabweichung bei den einzelnen Substanzen. Die Mitglieder des Arbeitskreises sprachen sich dafür aus, eine gemeinsame Methode zur Bestimmung von Tetracyclinverschleppungen in Futtermitteln zu erarbeiten. Ein erster Entwurf hierzu liegt bereits vor. Als Ziel für die weitere Tätigkeit hat sich der Arbeitskreis vorgenommen, eine VDLUFA-Methode zu erstellen und ein Ringversuch zur Validierung der Methode durchzuführen.

Arbeitskreis `Mykotoxine`

Berichterstatter: Dr. Benedikt Brand, SVUA Arnsberg

Die analytische Tätigkeit des AK Mykotoxine wurde im vergangenen Jahr hauptsächlich im Rahmen der Bonner Enquete durchgeführt. Da mit der Probe 378 Qd ein für Mykotoxin-Untersuchungen besonders geeignetes Material vorlag, wurde die Probe mit den amtlichen CEN-Methoden und mit einer LC/MS-Mulimethode auf Mykotoxine untersucht. Die Studien wurden separat unter folgenden Bezeichnungen ausgewertet:

351/Q: Bestimmung von Deoxynivalenol, Zearalenon und Aflatoxin B1 mit den amtlichen Methoden
385/M: Mykotoxine mit LC/MS

Ziel der 351/Q-Ringanalyse war die Überprüfung der gültigen EN-Normen sowie die Überprüfung der Gleichwertigkeit anderer Methoden. Die Auswertung hat gezeigt, dass die teilnehmenden Labore die amtlichen Methoden beherrschen. Lediglich bei der Aflatoxin B1-Bestimmung lag ein Labor außerhalb der Toleranzgrenzen. Allerdings wurde auch deutlich, dass die gültigen Analysenspielräume in den untersuchten Konzentrationsbereichen nicht haltbar sind.

Schon seit mehreren Jahren werden in vielen Laboren verschiedene LC/MS-Multimethoden, hauptsächlich zur Untersuchung der Fusarientoxine, angewendet. Mit der Ringanalyse 385/ M sollte geprüft werden, ob eine konsolidierte Methode mit ausreichender Vergleichbarkeit eingeführt werden kann. Hinsichtlich der Mykotoxine Deoxynivalenol, Zearalenon, T2- und HT2-Toxin konnten die Ringversuchskriterien erfüllt werden ($HorRat < 2$), bei Aflatoxin B1 konnten jedoch keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielt werden. Dennoch rechtfertigen die Ergebnisse, an der Optimierung der Multimethode weiter zu arbeiten.

Labore des AK Mykotoxine nahmen außerdem an der Methodvalidierungsstudie „Bestimmung von Ergotalkaloiden in Roggen und Weizen“ des Nationalen Referenzlabors für Mykotoxine teil. Dazu hatte das NRL eine Methodenvorschrift zur Verfügung gestellt, die von der § 64-Kommission als Lebensmittelmethode validiert werden sollte. Im AK Mykotoxine ist die Prüfung der Methode für Mischfuttermittel geplant.

Neben der methodischen Arbeit trägt der AK Mykotoxine durch Stellungnahmen und Kommentare (z.B. Prüfung von DIN-Übersetzungen) maßgeblich zur Methodenharmonisierung bei.