

Bericht über Neuigkeiten aus dem CEMA, Brüssel

K. WAGNER

Zusammenarbeit zwischen CEMA und dem Europäischen Normungsinstitut (CEN) – TC 327 (Futtermittel – Probenahme und Analyse)

1. Zur Vermeidung von Doppelgleisigkeiten wird eine Arbeitsteilung bei der Methodenstandardisierung angestrebt:
CEMA: Belange, die die Sicherheit von Futtermittel betreffen wie Antibiotika, Coccidiostatica, Vitamine, Spurenelemente, unerwünschte und verbotene Substanzen.
CEN: Aromastoffe, Emulgatoren, Farbstoffe, Säureregulatoren, Enzyme und Mikroorganismen.
2. Die Arbeitsteilung soll nur für die Erstellung der Methodenentwürfe gelten, nicht jedoch für die Beteiligung an Projekten, Methodenvorschlägen, Diskussionen und die Erstellung von Hintergrundpapieren etc.
3. Laufende Tätigkeiten werden von den jeweiligen Organisationen zu Ende geführt.
Die Überarbeitung bestehender Standards erfolgt durch jene Organisation unter deren Federführung sie entstanden sind.
4. Die Beauftragung von CEN erfolgt durch die Kommission nach Vorschlägen des Ständigen Futtermittelausschusses und des CEMA.
5. Eine gegenseitige Einbindung von Experten ist, insbesondere bei Vorliegen besonderer Erfahrung auf einzelnen Gebieten, wünschenswert.
6. Methodenerstentwürfe des CEN müssen dem CEMA zur Begutachtung (Entscheidung über Annahme/Ablehnung) vorgelegt werden.
7. **CEN-Standards gelten erst dann als amtliche Kontrollmethoden, nachdem sie einzeln in der Gemeinschaftsgesetzgebung als solche referenziert wurden.**

Tätigkeit der CEMA – Arbeitsgruppe III

Das Mandat der Arbeitsgruppe umfasst derzeit die:

Erhebung des aus der Gemeinschaftsgesetzgebung resultierenden Bedarfs an Analysemethoden

Behandelt werden die Bereiche **Zusatzstoffe** (jedoch ohne Antibiotika, Coccidiostatica und Leistungsförderer), **unerwünschte Substanzen**, **Inhaltsstoffe**, **Bioproteine** und **Diätfutter**.

Bearbeitung des Themas amtliche Methoden, Referenz-, Routine- und Screeningmethoden

Gemäß Richtlinie 95/53/EG (Kontrollrichtlinie) dürfen im Zuge der amtlichen Futtermittelkontrolle nur "amtliche" Methoden, d.h. in EU-Ri. veröffentlichte Methoden verwendet werden. Gibt es für bestimmte Analyten keine amtl. Methode ist eine genormte (CEN, ON) oder internat. anerkannte (ISO, AOAC) Methode zu verwenden.

Diese Festlegung berücksichtigt weder die instrumentelle Entwicklung der letzten Jahre noch die in vielen Kontrolllaboratorien geübte Praxis, erst Screeningmethoden und erst im Übertretungsfall amtliche Methoden anzuwenden.

Künftig sollten daher nur mehr Referenzmethoden festgelegt werden. Diese könnten EU-Ri, CEN- oder ISO-Standards sein. Die Verwendung hausinterner, an den Referenzmethoden validierter Methoden anstelle der "amtlichen" wäre dann möglich.

Für bestimmte Analyten, besonders in Bereich der Konventionenmethoden, wird es auch weiterhin amtliche Methoden geben. In besonderen Fällen sollen auch Kriterien festgelegt werden können (Unerwünschte Substanzen).

Die größere Freiheit der Analytiker bei der Methodenwahl erfordert aber auch höhere Qualifikation und Zulassungskriterien der Kontrolllabors.

Entwicklung von Kriterien für anorg. Elemente in Ri 99/29/EG

Diskutiert wurde ein Entwurf aus dem Veterinärbereich (Rückstände und Höchstwerte von Schwermetallen und organischen Schadstoffen in Tieren und tierischen Erzeugnissen). In diesem Entwurf werden festgelegt:

Allgemeine Anforderungen an: Probenvorbereitung, Methodendokumentation, Berücksichtigung der Wiederfindung, Standardaddition.

Kriterien zur Identifizierung und Quantifizierung: Zulässige Analysenprinzipien, Aufbau von Analysenserien, geforderte Richtigkeit und Präzision, spezifische Kriterien je zul. Analysenprinzip.

WAS ist zur Validierung WIE zu ermitteln: Analytische Grenzen, Genauigkeit (Richtigkeit / Wiederfindung, Wiederholbarkeit, interne Vergleichbarkeit), Spezifität bei Trennung und Identifizierung, Stabilität, Anwendbarkeit (Analyte, Matrizes, Konzentrationsbereich, Robustheit), Kalibration (Konzentrationen, Arbeitsbereich, Linearität).

Ein praktisches Beispiel wird im CEMA diskutiert werden.

Bestimmung von PCBs in Futtermitteln

Fragebogen zur PCB-Analytik in den Mitgliedsstaaten

Fragen zur Organisation der Kontrolle, Methode, Kongenerenzahl, Nachweis- und Bestimmungsgrenze, Angabe der Ergebnisse, Untersuchungsmaterial und Probenzahl.

Mit Ausnahme von Griechenland und Luxemburg wird in allen MS auf PCBs untersucht.

Es wird meist mittels GC-MS untersucht, falls GC-ECD verwendet wird, dann Konfirmation mittels GC-MS. Neben Futtermitteln werden auch Milchpulver, Milch, div. Lebensmitteln und Öle analysiert.

Autor: Dr. Karl WAGNER, Bundesamt und Forschungszentrum für Landwirtschaft, Spargelfeldstr. 191, 1226 WIEN

Hausinterne Validierung einer Methode zur Bestimmung von PCBs in Futtermitteln

Die Untersuchungen wurden am Joint Research Centre (JRC) in Ispra gemäß der Vorgaben im oben erwähnten Entwurf durchgeführt. Gefordert wurde eine **Wiederfindung** von **80-110%**, eine **Präzision** (lt. Horwitzgleichung) von **CV=18%** und eine **NG** von **35µg/kg Fett** und Kongener. Die **Irrtumswahr-**

scheinlichkeiten wurden mit **α=1%** und **β=5%** festgelegt.

Die **Robustheitsprüfung** erfolgte mittels factorial design. Geprüft wurde die **Quantifizierung** (interner Standard/Isotopenverdünnung), die **Standardzugabe** (vor/nach Extraktion), das **Volumen des Extraktes** (200/400ml), die **Matrix** (Kalbfleisch+Schweinefett/Mischfutter +Schweinefett), der **Fettge-**

halt (15/5%) und das **Ankonzentrieren** des Extraktes. Dabei hat sich allein das Extraktionsvolumen als signifikant **und** kritisch erwiesen.

Das JRC wird einen Ringversuch mit Geflügelfutter und Fischmehl organisieren. Teilnehmer können alle Labors der Mitgliedsstaaten. Verwendet werden die jeweilige Hausmethode und die Methode des JRC.