

Rückstandsanalytik im Rahmen von österreichischen Qualitätsprogrammen

M. GARTNER

Umfeld

Das Q|LAB|austria ist ein unabhängiges, autorisiertes und seit 1997 nach der Euro-Norm 45001 akkreditiertes Lebensmitteluntersuchungslabor.

Das Labor ist Teil der Agrarmarkt Austria (AMA) die als Körperschaft öffentlichen Rechts unter anderem für die landwirtschaftlichen Förderungen und die Unterstützung österreichischer Lebensmittel zuständig ist.

Im Rahmen des Österreichischen Programms zur Förderung einer umweltgerechten, extensiven und den natürlichen Lebensraum schützenden Landwirtschaft, welches von der AMA im Namen und auf Rechnung des Bundesministers für Land- und Forstwirtschaft, Umwelt und Wasserwirtschaft abgewickelt wird, untersucht das Q|LAB|austria im Auftrag Blattproben auf Vorhandensein unerlaubter Pflanzenschutzmittel und verwaltet Proben und Gegenproben. Im Rahmen des AMA-Gütesiegels, nach der Gütezeichenverordnung 1942 und des vom Bundesminister für Land- und Forstwirtschaft genehmigten Gütesiegel-Regulativs und den spezifischen Gütesiegel-Richtlinien, gewährleisten die beauftragten Untersuchungen des Q|LAB|austria unter anderem die Einhaltung des Verbotes von Hormonen, chemischen und antibiotischen Leistungsförderern in der Tiermast.

Aufgabenstellung

Qualitätsprogramme leben von der Effektivität der Kontrolle. Die geforderten umfangreichen Kontrollen sind praktisch nur mit Multimethoden finanzierbar.

Lösungsansätze des Q|LAB|austria

Schädlingsbekämpfungsmittel-Rückstände mittels GC-MS

Unter der Prämisse, dass mit vertretbarem Aufwand möglichst alle in der

ÖPUL 2000 Richtlinie Zl. 25.014/37-II/B8/00 genannten, zugelassenen und nicht zugelassenen Pflanzenschutzmittel kontrolliert werden sollen, geht das Labor in der Untersuchungspraxis den Weg der Multirückstandsmethode (Sammelmethode).

Basierend auf der Aufarbeitung nach der Sammelmethode DFG S 19 werden unter Einsatz eines mit Gaschromatographie gekoppelten Elektronen-Impactmassenselektiven-Detektors Pflanzenschutzmittel erkannt und eindeutig identifiziert.

Dies wird über eine ständig aktuell gehaltene Softwarebibliothek - durch Spektrenauswertung und dem Vergleich mit charakteristischen Ionenspuren und Retentionszeiten - erreicht.

Diese Bibliothek hat zum jetzigen Zeitpunkt über 400 Einträge an relevanten Wirkstoffen. Im Verdachtsfall wird jede Probe quantitativ nachuntersucht.

Mit dieser "Multi-Methode" können die relevanten Pestizid-Wirkstoffe, wie Rückstände von Pyrethroiden und natürlichen Pyrethrinen, Organophosphor-Pestiziden, Organohalogen- und Organochlor-Pestiziden, Keimhemmungsmitteln, Methylcarbamat-Pestiziden, sowie stickstoffhaltigen Pestiziden inklusive Triazin-Herbizide identifiziert und quantitativ bestimmt werden.

Hemmstoffuntersuchung mittels HPLC-APCI-MS

Antibiotika und Leistungsförderer werden in der modernen Nutztierhaltung vielfach eingesetzt. Sie dienen zur Vorbeugung und Bekämpfung von Infektionskrankheiten und, als Leistungsförderer, zur Verbesserung der Gewichtszunahme der Tiere.

Die Bandbreite der verwendeten Substanzen wird immer größer. Auf der anderen Seite werden die europäischen Limits für

Rückstände von Arzneimitteln in Lebensmitteln immer niedriger.

Die Folge: Es gibt einen enormen Bedarf an zuverlässigen, breitgefächerten Nachweismethoden.

Als mögliches Instrument für diesen Zweck wurde vom Q|LAB|austria die in der Literatur beschriebene Sammelmethode nach MALISCH zu einem "Multi-Hemmstoffnachweis" weiterentwickelt.

Herkömmliche Tests suchen entweder nur gezielt nach einer Substanzgruppe oder die Proben müssen mit unterschiedlichen Detektionsverfahren mehrfach untersucht werden.

Dies bedeutet im Normalfall erhöhten zeitlichen und finanziellen Aufwand. Nach Extraktion wird die Probe flüssigkeitschromatographisch aufgetrennt, in einer Vernebelungskammer chemisch ionisiert, und durch das elektrische Spannungsgefälle in den massenselektiven Detektor transportiert und detektiert.

Zusätzlich können durch das Einwirken einer weichen Ionisierungsenergie (CID) typische Molekül-Teilstücke erzeugt werden. Mittels Molekülmasse und Retentionszeit werden Verdachtsproben geortet und in einem zweiten Durchgang, mittels der Fragmentenionen, ist eine eindeutige Identifizierung möglich.

Derzeit werden - aus Urin - standardmäßig bereits ca. 60 Substanzen aus den Stoff-Familien der β -Lactame (Penicilline, Cephalosporine), Tetracycline, Sulfonamide, Makrolide, Amphenicol, Diaminopyridin-Derivate, Pleuromutiline, Glukokortikoide, Polyether Ionophore untersucht

Schlußfolgerungen

Der Trend geht zu Multimethoden, ohne die umfangreiche Kontrollen nicht ko-

Autor: Dr. Michael GARTNER, Q|LAB|austria, Adalbert Stifter-Straße 40, A-1200 WIEN



stenerträglich durchgeführt werden können. Universelle, empfindliche Detektoren sind das geeignete analytische Werkzeug für Multimethoden. Massenspektrometer sind auch in Koppelung

mit HPLC stabil und sensitiv. Die Bedeutung der Probenvorbereitung bleibt aufrecht, der Zeitaufwand dafür muss jedoch durch weitgehende Automatisierung minimiert werden.

Literatur

Deutsche Forschungsgemeinschaft (1991); Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln DFG Sammelmethode S 19

MALISCH, R. (1986); Z. Lebensm. Unters. Forsch. 182, 385 - 399