

8. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen

Protokoll vom 11./12. Juni 2015

Die Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen berät als ehrenamtliches und unabhängiges Sachverständigengremium das *Bundesinstitut für Risikobewertung* (BfR) insbesondere in Fragen zur Entwicklung, Prüfung und Validierung von Analysemethoden für Erzeugnisse des Weingesetzes und Fruchtsaft sowie zur Harmonisierung von Analysevorschriften für die Überwachung dieser Produkte.

Als Instrument der externen Qualitätssicherung erhöht die Kommission die wissenschaftliche Qualität der Stellungnahmen des BfR und kann dem Institut im Krisenfall als Expertinnen- und Expertennetzwerk beratend zur Seite stehen. Die Kommission besteht aus 10 Mitgliedern, die für einen Turnus von vier Jahren (2014 bis 2017) über ein offenes Ausschreibungs- und Bewerbungsverfahren berufen wurden und sich durch wissenschaftliche Expertise auf ihrem jeweiligen Fachgebiet auszeichnen. Die Kommissionsmitglieder sind zur Verschwiegenheit gegenüber Dritten und zur unparteilichen Erfüllung Ihrer Aufgabe verpflichtet. Eventuelle Interessenkonflikte zu einzelnen in der Sitzung behandelten Themen bzw. Tagesordnungspunkten (TOPs) werden abgefragt und offengelegt.

Die Kommission veröffentlicht im Anschluss an dieses Treffen auf ihrer jeweiligen Internetseite ein Ergebnisprotokoll, aus dem ihre wissenschaftliche Meinung hervorgeht. Die Beschlüsse oder Empfehlungen der Kommission haben allein beratenden Charakter. Die Kommission selbst gibt keine Anordnungen, Gutachten oder Risikobewertungen heraus und ist dem BfR gegenüber auch nicht weisungsbefugt (und umgekehrt).

TOP 1: Begrüßung

Der Geschäftsführer und der Vorsitzende der Kommission begrüßen die Kommissionsmitglieder.

TOP 2: Verabschiedung des Protokolls der 7. Sitzung

Das Protokoll der 7. Sitzung der Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen wird abgestimmt und einstimmig angenommen.

TOP 3: Abfrage von eventuellen Interessenkonflikten

Der Vorsitzende fragt mündlich und schriftlich ab, ob Interessenkonflikte zu einzelnen Tagesordnungspunkten oder speziellen Themen bestehen. Alle Mitglieder geben an, dass keine Interessenkonflikte vorliegen.

TOP 4: Citrinin in Früchten und Fruchtsaft

In der Literatur sind nur wenige und zumeist ältere Daten zum Vorkommen von Citrinin in Früchten und Fruchtsaft verfügbar, die überwiegend als nicht belastbar eingeschätzt werden. In den meisten untersuchten Proben ist kein Citrinin nachweisbar. Es wird darauf hingewiesen, dass die Substanz hitzeempfindlich und in wässrigen Lösungen instabil sein kann.

TOP 5: Update zu Ergosterin und Patulin in Trauben

Es werden weitere Daten zu den Gehalten an Gluconsäure, Glycerol und Ergosterol von verschiedenen Saftmustern als Indikator für eine Belastung mit Mykotoxinen diskutiert sowie Gehalte an Patulin in Traubensaft. Besonders die Vergleiche von geschwefelten Produkten mit ungeschwefelten Produkten, Direktsäften mit Säften aus Konzentrat sowie Produkten aus Bioanbau mit denen aus konventionellem Anbau sind interessant. Das BfR plant den Ausbau von Forschungstätigkeiten zu Mykotoxinen in der „Warenkette Fruchtsaft“, was allgemein begrüßt wird.

TOP 6: Validierung und Dokumentation nicht zielgerichteter Analysenmethoden

Es wird die BfR-Literaturstudie zur Validierung und Dokumentation nicht zielgerichteter Analysenmethoden zur Authentifizierung von Lebensmitteln vorgestellt¹. Für die Literaturstudie wurden 42 Publikationen mit nicht-zielgerichteten Analyseverfahren aus den Jahren 2011-2013 untersucht. Die derzeit bestehende Validierungspraxis in Authentizitätsstudien wird erläutert. In nur wenigen der untersuchten Studien wurden die erstellten Modelle mit Qualitätskontrollproben und *System challenges* abgesichert.

Es folgt eine Diskussion über die Qualität von Publikationen aus dem Gebiet der Authentizitätsanalyse von Lebensmitteln.

Im Hinblick auf die Analyse von Wein und Fruchtsaft mit der ¹H-NMR-Spektroskopie spricht die Kommission folgende Empfehlung aus:

„Die Methoden zur quantitativen Bestimmung von Inhaltsstoffen in Wein und Fruchtsaft mittels der NMR-Spektroskopie (Targeted-NMR-Analytik) sind nach internationalen Standards (DIN / ISO 17025, DIN 32645) hinsichtlich Linearität, Nachweis- und Bestimmungsgrenze, Wiederholbarkeit, Vergleichbarkeit und Wiederfindung für eine Großzahl der Parameter (z.B. Zucker, Säuren, Alkohole, Shikimisäure, Aminosäuren, Phenole) in einigen Laboren validiert und akkreditiert.

Derzeit ist die nicht zielgerichtete NMR-Analytik zur Verifizierung von Merkmalen wie Rebsorte, Fruchtart und -sorte, Produktart, Herkunft, Jahrgang, etc. (Non-targeted-Analytik) noch nicht nach einheitlich anerkannten Kriterien validiert. Die Qualität der multivariaten statistischen Bewertung dieser Merkmale (Chemometrie) ist abhängig von der Verfügbarkeit entsprechender Datenbanken, sowie der Authentizität und Repräsentativität der darin hinterlegten Proben. Als Screening ist dieses Verfahren gut geeignet, das Ergebnis bedarf aber stets einer Sachverständigenbewertung mit Produktkompetenz.“

TOP 7: Bericht zum internationalen Ringversuch über Wein-NMR

Die Ergebnisse eines im Jahr 2014 durchgeführten internationalen methodenprüfenden Ringversuches werden vorgestellt. Der Ringversuch wurde unter Berücksichtigung internationaler Regularien (DIN/ISO, IUPAC, AOAC, OIV) durchgeführt. Es wurden von 15 teilnehmenden Laboren jeweils 6 Analyten (Glukose, Essigsäure, Fumarsäure, Shikimisäure, Äpfelsäure und Sorbinsäure) in jeweils 10 Weinproben mittels ¹H-NMR quantifiziert. Zur

¹ Riedl, J.; Esslinger, S.; Fauhl-Hassek, C. (2015): Review of validation and reporting of non-targeted fingerprinting approaches for food authentication; Anal. Chim. Acta, in press, doi:10.1016/j.aca.2015.06.003

Messtechnik und Auswertemethode wurden nur Mindestanforderungen festgelegt, insbesondere wurde kein bestimmtes Kernresonanzspektrometer vorausgesetzt und es erfolgte keine Vorgabe zur Messfrequenz. Die im Ringversuch gemessenen Werte korrespondieren im Wesentlichen mit den per OIV-Methoden (Internationale Organisation für Rebe und Wein) ermittelten Werten.

TOP 9: Einsatz der ¹H-NMR am Bayerischen Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL)

Am Bayerischen Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL) kommt neben der SNIF (site-specific natural isotope fractionation)-NMR auch die ¹H-NMR als Screeningmethode für Wein und Fruchtsaft zum Einsatz. Probenvorbereitung, Messverfahren und Auswertung werden vorgestellt. Es werden Projekte vorgestellt, unter anderem zur Differenzierung von Barriqueweinen gegenüber Weinen, die mit Eichenholzchips behandelt wurden².

TOP 10: Möglichkeiten und Grenzen der quantitativen 600 MHz NMR Analyse in Wein

Es wird die Anwendung der quantitativen 600 MHz NMR zur Quantifizierung von Weinhaltstoffen vorgestellt, insbesondere die Möglichkeit der Quantifizierung von 70 Weinhaltstoffen in einem Messbereich von 1 mg/l bis > 100 g/l, sowie die metabolische Auswertung der Spektren zur Rebsortendifferenzierung und zur Herkunftsunterscheidung und die Erkennung von Produktveränderungen. Es sind sowohl eine vollautomatische Probenvorbereitung und Signaloptimierung als auch eine automatische Prozessierung möglich.

TOP 11: Wassereintrag bei der Saft- und Weinherstellung

Es werden potentielle Wege des Wassereintrages bei der Saft- und Weinherstellung und deren Auswirkungen auf die $\delta^{18}\text{O}$ -Werte der Produkte diskutiert.

TOP 12: Messunsicherheit in Wein- und Saftanalytik

Es wird das Vorgehen zur Bestimmung der Messunsicherheit in der Wein- und Saftanalytik diskutiert. Für den Weinbereich existiert eine Empfehlung der OIV (Resolution OENO 09/2005), die unter anderem empfiehlt, dass in vielen Fällen die Unsicherheit anhand eines Ringversuchs, welcher gemäß den Protokollen von IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL oder den ISO 5725 Protokollen durchgeführt wurde, ermittelt werden kann. Im Fruchtsaftbereich wird, wenn vorhanden, die Vergleichsgrenze „R“ aus den IFU-Ringversuchen angewendet.

² Dissertation Magdalena Klein: Entwicklung analytischer Methoden und multivariater statistischer Modelle zur Differenzierung von Barriqueweinen und Weinen, die mit Eichenholzchips behandelt wurden, TU Braunschweig 2012, <http://digibib.tu-bs.de/?docid=00047373>

TOP 13: Ochratoxin in Likörwein

Für Likörwein ist in der Verordnung (EG) 1881/2006 kein Höchstwert für Ochratoxin A festgesetzt. Es wird die Frage erörtert, wie erhöhte Ochratoxin A-Werte in Likörwein zu bewerten sind.

TOP 14: Neue Erkenntnisse über Magnesiumreduzierung durch Elektrodialyse

Gelegentlich kommt es bei Weinen nach der Elektrodialyse zu auffallend niedrigen Magnesium- und Calciumwerten. Ob dabei eine vorsätzliche Manipulation des Verfahrens oder ein Fehler vorlag, lässt sich nachträglich nicht belegen.

Grundsätzlich wird das Problem gesehen, dass bei vielen physikalischen Verfahren auch andere Inhaltsstoffe beeinflusst werden können. Deshalb sind viele dieser Verfahren nicht für die Behandlung von Fruchtsaft zugelassen.

Im Hinblick auf die Anwendung der Elektrodialyse empfiehlt die Kommission:

„Das Verfahren ist auf die Reduzierung überschüssiger Kalium und Calcium-Ionen zur Stabilisierung von Weinstein ausgerichtet (gemäß VO (EG) Nr. 606/2009). Bei sachgemäßer Anwendung hat dieses Verfahren nach bisherigen Kenntnissen nur geringe Auswirkung auf den Magnesiumgehalt. Die Kommission empfiehlt vor und nach der Elektrodialyse die Mineralstoffe zu bestimmen. Darüber hinaus hält die Kommission weitere Forschung zu diesem Thema für hilfreich und wünschenswert.“

TOP 15: Bericht über die Arbeitsgemeinschaften (AGs) der EU-Weindatenbank

Es wird über die Arbeit der vier neu errichteten Arbeitsgruppen der EU-Weindatenbank „Administration“, „Isotopenmessungen“, „EU Weindatenbank“ und „Neue analytische Methoden“ berichtet, gefolgt von einer allgemeinen Diskussion über die Struktur und die Handhabung der EU-Weindatenbank.

TOP 16: weitere Fachthemen

- Chlorat in Frucht- und Gemüsesäften: Die Stellungnahme der EFSA (European Food Safety Authority, Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit) zu Chlorat steht noch aus. Der Punkt wird auf die Tagesordnung der nächsten Sitzung verschoben.
- Die EFSA hat den TDI (Tolerable Daily Intake, tolerierte Tagesdosis) für Nickel von 12 µg/kg Körpergewicht/Tag auf 2,8 µg/kg Körpergewicht/Tag abgesenkt. Es werden vorhandene Daten von Nickel in Früchten und Fruchtsaft diskutiert.

TOP 17: Sonstiges

Der Vorsitzende bedankt sich bei allen Mitgliedern für ihre Teilnahme und schließt die heutige Sitzung. Die nächste Sitzung soll in der ersten Hälfte des nächsten Jahres stattfinden.