

3. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalyse (WUFAK)

Protokoll vom 13. April 2010

Die BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen wurde 2008 neu gegründet. Sie berät das Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) insbesondere bei Fragestellungen zur Harmonisierung der Analysenvorschriften zur Lebensmittelüberwachung in Bezug auf Wein und Fruchtsaft und zur Entwicklung, Prüfung und Validierung von Analysemethoden für Erzeugnisse des Weingesetzes sowie Fruchtsaft. In die Kommission wurden 15 Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler aus Landesuntersuchungsämtern, der Industrie und privaten Laboratorien berufen. Die 3. Sitzung fand vom 12.-13. April 2010 am BfR in Berlin statt.

TOP 1 Begrüßung der Teilnehmer

Der Vorsitzende, Herr Dr. Scholten begrüßte die Teilnehmer und eröffnete die dritte Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen. Da keine Einwände gegen das Protokoll der 2. Sitzung bestanden, wurde es bereits zuvor angenommen und auf der Homepage des BfR veröffentlicht.

TOP 2 Unterzeichnung der Erklärung zu eventuellen Interessenkonflikten

Eventuelle Interessenkonflikte in Bezug auf einzelne Themen, die in der 3. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen behandelt werden sollten, wurden abgefragt. Keiner der Teilnehmer äußerte Interessenkonflikte zu den einzelnen Themen.

TOP 3 Natamycin in Wein – Analytik, Nachweis- und Bestimmungsgrenze sowie Eingreifwert

Natamycin (Pimaricin) ist eine antimykotisch wirkende Substanz, die als Konservierungsstoff E 235 nur zur Oberflächenbehandlung bestimmter Käsesorten sowie getrockneter und gepökelter Würste in einer Höchstmenge von 1 Milligramm je 10 Quadratzentimeter Oberfläche zugelassen ist. Nach Entfernung einer 5 mm starken Schicht der Käse- bzw. Wurstrinde darf Natamycin in behandelten Produkten allerdings nicht mehr nachweisbar sein. Daneben ist Natamycin als Wirkstoff in bestimmten Humanarzneimitteln enthalten.

Seit Herbst 2009 häuften sich Berichte über Funde von Natamycin in Drittlandsweinen. Betroffen waren hauptsächlich Weine aus Argentinien und Südafrika. In der EU ist Natamycin für die Weinbereitung nicht zugelassen. Dies gilt auch für importierte Drittlandsweine, die in der EU vermarktet werden, also auch für Weine aus Südafrika, wo die Behandlung mit Natamycin zulässig ist. Weinrechtlich gesehen bedeutet der Nachweis von Natamycin in einem Wein stets, dass dieser in Deutschland nicht verkehrsfähig ist – unabhängig von der nachgewiesenen Konzentration. Im Hinblick auf eine Rechtssicherheit ist von verschiedenen Seiten der Bedarf an einem für Deutschland einheitlichen Eingreifwert hinsichtlich Vollzugsmaßnahmen für Natamycin in Wein geäußert worden, ansonsten können bei der Anwendung der Nulltoleranz unterschiedliche Nachweis- bzw. Bestimmungsgrenzen u. U. zu konträren Beurteilungen desselben Erzeugnisses führen. Bis auf weiteres wurde ein Eingreifwert von 5 µg/l eingeführt.

Auf ihrer Sitzung hat sich die BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen analytisch-wissenschaftlich mit der Ableitung eines Eingreifwertes auseinandergesetzt:

Für die Bestimmung von Natamycin in Wein existiert keine offizielle Methode. Dies implementiert, dass die deutschen Kontrolllaboratorien verschiedene Methoden einsetzen. Der Nachweis erfolgt direkt mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie in Kombination mit UV- oder Diodenarraydetektoren bzw. mit massenspektrometrischen Detektoren (LC-MS und LC-MS/MS). Hierdurch ergeben sich unterschiedliche Nachweis- und Bestimmungsgrenzen für die verschiedenen Bestimmungsmethoden. Aufgrund der verschiedenen Möglichkeiten der Ermittlung der Leistungsgrenzen (Leerwert- und Kalibriergeradenmethode nach DIN 32645:2008-11, sowie Abschätzung durch das Signal/Rausch-Verhältnis (OIV Resolution OENO 7/2000, E-AS1-10-LIMDET)), können sich auch beim Einsatz gleicher Bestimmungsmethoden Unterschiede ergeben. Exakte Vorgaben, wie die Bestimmung dieser Leistungsparameter zu erfolgen hat, existieren nicht. Im Rahmen der Vorgaben nach ISO/IEC 17025:2005 (ISO/IEC 17025, 2005) sind sie laborintern geregelt und folglich existieren laborindividuelle Verfahren.

Für die Ableitung eines Eingreifwertes für Natamycin in Wein stellte das BfR im Vorfeld der Sitzung fest:

An einem Eingreifwert muss der zu bestimmende Stoff sicher nachgewiesen und bestätigt sein. Für den sicheren Nachweis eines Stoffes bedeutet dies, dass die sogenannte Erfassungsgrenze, die unter bestimmten Voraussetzungen aus dem zweifachen der Nachweisgrenze berechnet wird, herangezogen werden muss. Die Nachweisgrenze ist ungeeignet, da ein Stoff in exakt der Konzentration an der Nachweisgrenze bei Wiederholmessungen lediglich mit einer Wahrscheinlichkeit von 50 % bestimmt werden kann. Für die Bestätigung muss sichergestellt sein, dass der Analyt durch geeignete Kriterien, wie z.B. Massenspurverhältnisse, Chromatographie, Match bei DAD-Detektion, charakterisiert werden kann. Die Einhaltung eines Eingreifwertes von 5 µg/l setzt daher eine Nachweisgrenze von höchstens 2,5 µg/l oder niedriger, in Kombination mit einer sicheren Bestätigung, voraus.

Die Mitglieder der Wein- und Fruchtsaftanalysenkommission haben die Auffassung des BfR hinsichtlich der Anwendung der Erfassungsgrenze für die Ableitung eines Eingreifwertes einheitlich unterstützt. Die Sichtung der Leistungsfähigkeit der Überwachungseinrichtungen, basierend auf einer Umfrage im Februar diesen Jahres, belegte, dass die Einhaltung des Eingreifwertes von 5 µg/l auch bei Anwendung der Erfassungsgrenze mehrheitlich gewährleistet ist, so dass die Wein- und Fruchtsaftanalysenkommission keine Notwendigkeit feststellen konnte, von dem festgelegten Eingreifwert abzuweichen. Nach Auffassung der Wein- und Fruchtsaftanalysenkommission sollte bei der Anwendung des Eingreifwertes von 5 µg/l von einer weiteren Berücksichtigung der Messunsicherheit abgesehen werden, weil im Falle von Natamycin kein quantitativer Nachweis bedeutsam ist und die Berücksichtigung der Messunsicherheit zu einer laborindividuellen Abwandlung des Eingreifwertes (Aufweichung) führen würde und somit das Ziel einer einheitlichen Beurteilung nicht mehr gewährleistet wäre. Darüber hinaus halten die Mitglieder der Wein- und Fruchtsaftanalysenkommission es für notwendig, darauf hinzuweisen, dass bei Befunden unterhalb der Eingreifsgrenze Maßnahmen zur Klärung des Natamycin-Eintrages weiterhin – optional im Einzelfall – eingeleitet werden können.

TOP 4 Pflanzenschutzmittel in Wein

Vor dem Hintergrund einer Veröffentlichung des Pesticide Action Network Europe (PAN)¹ und der entsprechenden Stellungnahme des BfR² wurde das Vorkommen von Pflanzenschutzmittel-Rückständen in konventionell erzeugtem Wein diskutiert. Im Zuge des Austausches von diesbezüglichen Analyseergebnissen und Erkenntnissen unter den Sachverständigen wurde auf die BfR-Datensammlung zu Verarbeitungsfaktoren für Pflanzenschutzmittel-Rückstände³ hingewiesen. Hierbei beschreibt der Verarbeitungsfaktor das Verhältnis des Rückstands im verarbeiteten Produkt zu dem im entsprechenden unverarbeiteten Produkt (Wein/Traube). Die gesetzliche Regelung durch die Rückstands-Höchstmengenverordnung – RHmV schreibt Höchstgehalte für Keltertrauben vor. Die Anwendung der Verarbeitungsfaktoren erlaubt, soweit sie für die Stoff-Matrixkombination vorliegen, die Berechnung von Grenzwerten für Wein.

An der Etablierung von Analysemethoden zum Nachweis von Pflanzenschutzmitteln in Wein wird seitens der Internationalen Organisation für Rebe und Wein (OIV) gearbeitet. Hierfür soll die QuEChERS⁴-Methode als Referenzmethode eingeführt werden. Eine Validierung der Methode ist geplant. Die endgültige Veröffentlichung in Form einer Resolution wird im Jahr 2013 erwartet.

TOP 5 Gesamtphenol in Fruchtsäften

Für die Bestimmung von Gesamtphenol in Fruchtsäften wird seitens der IFU (Internationale Fruchtsaft Union) die Etablierung einer Bestimmungsmethode angestrebt. Die Sachverständigen diskutierten die Vor- und Nachteile der verschiedenen Bestimmungsmethoden sowie die einzelnen Einfluss-/Störfaktoren. Sowohl Catechin als auch Gallussäure können als Referenz eingesetzt werden. Für die Zerstörung der Reduktone (Ascorbinsäure sowie Schwefeldioxid) wird u.a. die Verwendung des Ascorbatpatels empfohlen. Die Bestimmung mittels HPLC ist ungeeignet, da hiermit lediglich mono- und dimere Phenole erfasst werden. Ebenso wurde der Einfluss von Trub auf die Erfassung der Phenole diskutiert. Dieser wird jedoch infolge der Verdünnung um den Faktor 100 als vernachlässigbar angesehen. Auch der mögliche Einsatz der Festphasen-Extraktion (SPE) zur Aufreinigung wurde angemerkt. Außerdem konnten inzwischen gute Ergebnisse durch den Einsatz des Microplate-Verfahrens erzielt werden. Diese sind vergleichbar mit dem „manuellen“ Verfahren. Die vorhandenen Störquellen haben sich hier als nicht relevant erwiesen. Abschließend wurde festgestellt, dass der Gesamtphenolgehalt während der Lagerung konstant bleibt. Die IFU wird einen Ringversuch zur Bestimmung von Gesamtphenol in Fruchtsaft organisieren.

TOP 6 Schwermetalle in Fruchtsäften

Mit Regelmäßigkeit treten Fragen zur Schwermetallbelastung von Fruchtsäften auf. Die Sachverständigen diskutierten verschiedene potentielle Eintragswege sowie die Möglichkeit des Aufbaus einer „Schwermetalldatenbank“ für Fruchtsäfte und Pürees im Rahmen der BfR-Kommission für Wein und Fruchtsaftanalysen. Der Aufbau einer Schwermetalldatenbank wurde von den Sachverständigen prinzipiell als zwar wünschenswert erachtet, allerdings

¹ PAN Europe (Press Release vom 26. März 2008) European wines systematically contaminated with pesticide residues. <http://www.pan-europe.info/>

² Stellungnahme Nr. 012/2008 des BfR vom 27.03.2008. http://www.bfr.bund.de/cm/218/analyseergebnisse_durch_pan_europe.pdf

³ <http://www.bfr.bund.de/cd/10196>

⁴ QuEChERS: quick, easy, cheap, effective, rugged, safe

stellte sich hierbei die Frage nach der Möglichkeit der Umsetzung. U. a. müssten die Eigentumsrechte (wer darf Daten einstellen bzw. abfragen, wer pflegt die Datenbank) sowie die Methoden, die für die Bestimmung eingesetzt werden, beim Aufbau beachtet werden. Infolge der wechselnden Zusammensetzung der Kommission erscheint eine Realisierung schwierig und von weiteren Planungen wurde zunächst abgesehen.

In diesem Zusammenhang wurde darauf hingewiesen, dass gesundheitliche Bewertungen durch das BfR in der Regel anlassbezogen erarbeitet werden. Zur Abschätzung der Exposition des Verbrauchers gegenüber einem Problemstoff werden zum einen die Verzehrsmenge der betreffenden Lebensmittel und die Gehalte des „Problemstoffes“ im Lebensmittel benötigt. Für die gesundheitliche Bewertung werden in der Regel Analysendaten aus der Überwachung nach entsprechender Abfrage eingesetzt.

TOP 7 Histamin in Wein – toxikologische Einschätzung

Wie in der zweiten Kommissionssitzung vereinbart, informierte das BfR über den aktuellen Sachstand zur toxikologischen Einschätzung von Histamin in Wein und verwies auf eine laufende Anfrage bei der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA). Derzeit nimmt die EFSA eine gesundheitliche Bewertung für biogene Amine in fermentierten Lebensmitteln vor. Die Ergebnisse der Bewertung sind Ende 2011 zu erwarten⁵. Als Grundlage für weitere Diskussionen ist auf die Bewertung der EFSA zu warten.

TOP 8 Allergenkennzeichnung von Wein

Die neue Rechtsprechung der Europäischen Union (EU) sieht eine Kennzeichnungspflicht für Allergien oder Unverträglichkeiten auslösende Stoffe vor, so dass ab Januar 2011 Weine, die mit bestimmten proteinhaltigen Schönungsmitteln behandelt worden sind, gekennzeichnet werden müssen (vgl. Protokoll der 2. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen). Für Milchprodukte (wie Casein) sind weitere Ansätze bzgl. einer dauerhaften Ausnahme von der Kennzeichnungspflicht geplant. Die hierfür notwendigen Studien sind noch nicht abgeschlossen. Zudem arbeitet die Internationale Organisation für Rebe und Wein (OIV) an der Etablierung leistungsfähiger Analysemethoden zum Nachweis von verbleibenden Allergenen in Wein nach einer entsprechenden Behandlung. Hierfür finden immunochemische Nachweisverfahren (insb. ELISA) Anwendung, für die inzwischen Leistungskriterien vorgeschlagen wurden. In diesem Zusammenhang diskutierten die Sachverständigen die Frage nach den Auswirkungen einer solchen Kennzeichnungspflicht. Es wurde auf die bestehende Kennzeichnung von Schwefel durch den Hinweis „enthält Sulfite“ bzw. „enthält Schwefeldioxid“ hingewiesen. Angemerkt wurde ferner, dass die Diskussion um die Allergenkennzeichnung losgelöst von Schwellenwerten geführt wird. Auch in welcher Form die Kennzeichnung (z.B. „enthält Milch“ bzw. „caseinfrei“) erfolgen soll ist noch unbekannt.

TOP 9 SO₂ – Auswertung Ringversuch

Die SGF International e.V. stellte die Ergebnisse aus einem Ringversuch zur Bestimmung von SO₂ in Fruchtsaft in der Nähe der Nachweisgrenze vor. Der Ringversuch bestätigte die bereits von der IFU ermittelten Ergebnisse. Einzelne Labore erzielten andere Ergebnisse, die jedoch mit einem systematischen Fehler in Zusammenhang gebracht werden konnten. Die Leistungsfähigkeit der IFU-Methode wurde für ausreichend bewertet.

⁵ <http://registerofquestions.efsa.europa.eu/roqFrontend/questionsListLoader?panel=ALL>

Mandate Number: **M-2009-0245**

TOP 10 meta-Weinsäure

Wie bereits in den vorherigen Sitzungen berichtet, stellt die Bestimmung der meta-Weinsäure noch immer ein analytisches Problem dar. Die Leitfähigkeitsmethode nach dem Minikontaktverfahren funktioniert, wenn die Temperaturführung während der Bestimmung exakt eingehalten wird. Dennoch besteht weiterhin der Bedarf an einer zuverlässigen Methode, die sowohl bei weißen als auch bei roten Traubensäften die Bestimmung der meta-Weinsäure ermöglicht. Zudem ist die Bestimmung von meta-Weinsäure bei Rotweinen mit hohen Formolwerten (sehr roten Weinen) problematisch. Für die Entwicklung einer zuverlässigen Methode werden derzeit verschiedene Ansatzpunkte diskutiert. Hierbei wird die Hochleistungsflüssigkeitschromatographie in Verbindung mit massenspektrometrischer Detektion in Betracht gezogen. Nach Ansicht der Sachverständigen sind hierzu weitere Arbeiten notwendig.

TOP 11 Aromaanalytik von Apfelsaft aus Apfelsaftkonzentrat zur Prüfung einer ausreichenden Rearomatisierung

Bei der Herstellung von Fruchtsaft aus Fruchtsaftkonzentrat muss das dem Saft bei der Konzentrierung entzogene Wasser dem Fruchtsaftkonzentrat ebenso wieder hinzugefügt werden wie u. a. die dem Saft verlorengegangenen Aromastoffe. Ein wichtiges Kriterium bei der Beurteilung von Fruchtsäften aus Konzentrat ist dessen organoleptischen und analytischen Eigenschaften. Somit soll der aus Konzentrat gewonnene Saft gleichartige Eigenschaften wie ein durchschnittlicher Fruchtsaft, der aus Früchten derselben Art hergestellt wurde, aufweisen. Verschiedene Arbeitsgruppen diskutieren derzeit Kriterien für die Beurteilung einer Rearomatisierung. Prinzipiell können sowohl die Sensorik als auch die Aromaanalytik herangezogen werden. In diesem Zusammenhang diskutierten die Sachverständigen die verschiedenen Ansatzpunkte der Aromaanalyse, wobei auf zahlreiche Publikationen und Statements zur Thematik „Apfelaroma und Rearomatisierung“ im Zeitraum 2007-2010, insbesondere in der Fachzeitschrift „Flüssiges Obst“, hingewiesen wurde. Insgesamt wurde hervorgehoben, dass die Aromaanalytik nicht von einer sachverständigen sensorischen Bewertung getrennt werden sollte. Für die sensorische Analyse ist es allerdings notwendig, dass Kriterien festgelegt bzw. neue sensorische Tests eingeführt werden. Die Sachverständigen der Wein und Fruchtsaftanalytischen Kommission stimmten dahingehend überein, dass die Diskussion weiter verfolgt werden sollte, allerdings wird die Kommission selbst keine eigene Position zu dieser Thematik erarbeiten.

TOP 12 Bewertung der Authentizität von Naturprodukten anhand eines multivariaten Verfahrens

Die Authentizität eines Naturproduktes erfolgt durch Vergleich einer Probe mit einer Referenz. Der Referenz-Datenpool basiert auf repräsentativen Vergleichsproben, die die natürliche Schwankungsbreite des Produktes widerspiegelt. Die Bewertung der Authentizität erfolgt durch Prüfung der Gruppenzugehörigkeit. Hierfür finden verschiedene mathematische Modelle Anwendung. Im Rahmen der Sitzung wurde ein Verfahren vorgestellt bei dem die Mahalanobisdistanz eingesetzt wird. Diese veranschaulicht die Gruppenzugehörigkeit ellipsenförmig, so dass hier Unterschiede stärker verdeutlicht werden als bei kreisförmigen Modellen. Details zu den vorgestellten Modellen werden in der Fachzeitschrift „Mitteilungen Klosterneuburg“ veröffentlicht.

Im Hinblick auf eine bessere Nachvollziehbarkeit bemängelten die Sachverständigen das häufige Fehlen von Rohdaten in Publikationen und weisen auf die Wichtigkeit ihrer Veröffentlichung hin.

TOP 13 Neubesetzung der Kommission 2011

Der Ablaufplan zur Neubesetzung der Kommission sieht vor, dass die Veröffentlichung der Ausschreibung Mitte Mai 2010 zu erwarten ist. Nach dem Bewerbungsschluss Anfang Juli 2010 erfolgt die finale Abstimmung über die Neubesetzung im wissenschaftlichen Beirat des BfR. Für die Neuberufung bisheriger Kommissionsmitglieder ist bei Interesse lediglich ein formloser Antrag zu stellen, wobei die erneute Einreichung von Unterlagen nicht notwendig ist. Es wurde ausdrücklich darauf hingewiesen, dass bisherige Kommissionsmitglieder bei der Auswahl nicht bevorzugt berücksichtigt werden.

TOP 14 Termin der nächsten Sitzung

Aufgrund der Neubesetzung der Kommission wurde die Festlegung des Termins für die nächste Sitzung auf nach der Besetzung für die Berufungsperiode ab 1. Januar 2011 vertagt.