

3.2. Fachbereich 2

Chemie und Technologie der Lebensmittel und Bedarfsgegenstände

- Erarbeitung und Normierung analytischer Vorschriften und Probenahmeverfahren für Lebensmittel, Kosmetika, Tabakerzeugnisse und sonstige Bedarfsgegenstände.
- Analytische Bewertung neuartiger Lebensmittel und Lebensmittelzusatzstoffe; Beurteilung der Herstellungsverfahren dieser Produkte.
- Erstprüfstelle für die Zulassung neuartiger Lebensmittel und Lebensmittelzutaten.
- Nachweis und Beurteilung von Kontaminanten in Lebensmitteln.
- Nationales und EU-Referenzlabor für Rückstände von pharmakologisch wirksamen Stoffen (β -Agonisten, Chloramphenicol).
- Obergutachterstelle für die Auslandsweinkontrolle.
- Nationale Koordinierungsstelle für die NNR Isotopen Weindatenbank der EU.

3.2.1. Detaillierte Aufgabenbeschreibung

3.2.2.1. Fachgruppe 21 Chemie und Technologie

3.2.2.1.1. Fragen des Lebensmittel- und Bedarfsgegenständegesetzes (LMBG) und Zusatzstoffe, Geschäftsstelle des § 35 LMBG

3.2.2.1.2. Pflanzliche Lebensmittel

3.2.2.1.3. Zentrale Koordinationsstelle für neuartige Lebensmittel und Gentechnik

3.2.2.1.4. Lebensmitteltechnologie, Bundeslebensmittelschlüssel

3.2.2.1.5. Bedarfsgegenstände

3.2.2.1.6. Kosmetische Mittel und Tabakerzeugnisse

3.2.3. Fachgruppe 22 Analytik

3.2.3.1. EU Referenzlabor für Rückstände von pharmakologisch wirksamen Stoffen (CRL)

3.2.3.2. Kontaminanten, Mykotoxine, pharmakologisch nicht wirksame Rückstände

3.2.3.3. Wein und andere Getränke

3.2.3.4. Instrumentelle Analytik

3.2.4. Arbeitsergebnisse aus dem Fachbereich 2 im Jahr 1999

3.2.4.1. Gehalt an Schwermetallen in Fischproben unterschiedlicher Herkunft

3.2.4.2. Analytik von BADGE, DCP und von Phthalaten

3.2.4.3. Bestimmung von 5-Nitroimidazolen mit unterschiedlichen massenspektrometrischen Detektionsmethoden

3.2.5. Mitwirkung des Fachbereichs 2 in internationalen Gremien im Jahr 1999

3.2.1. Detaillierte Aufgabenbeschreibung

Die wichtigste Aufgabe des Fachbereichs ist die Entwicklung und Standardisierung von Kontrollmethoden für Lebensmittel, lebensmittelliefernde Tiere, Bedarfsgegenstände (u.a. Verpackungsmaterialien, Bekleidung, Spielwaren), Kosmetika und Tabak. Hierbei werden schwerpunktmäßig Verfahren zur Absicherung der gesundheitlichen Unbedenklichkeit und Qualität, aber auch Methoden zur Erkennung von Verbrauchertäuschungen erarbeitet. Ein weiterer Schwerpunkt liegt in der Beratung von Bundesministerien und Institutionen der Länder und Kommunen auf dem Gebiet der Lebensmittel, Zusatzstoffe, Bedarfsgegenstände, kosmetischen Mittel und Tabakerzeugnisse u.a. durch gutachterliche Stellungnahmen, wobei auch die Information von Verbrauchern und deren Organisationen eine zunehmende Rolle spielt. Seit Inkrafttreten der Verordnung (EG) Nr. 258/97 über neuartige Lebensmittel und neuartige Lebensmittelzutaten (auch *Novel Foods*-Verordnung genannt) stellt die Koordination der multidisziplinären Sicherheitsprüfung dieser Produkte ein weiteres bedeutendes Thema dar. Ein großer Teil sowohl der experimentellen als auch der wissenschaftlich-administrativen Arbeiten des Fachbereichs findet im Rahmen internationaler Kooperationen (EU, Europarat, CEN, Codex-Alimentarius-Kommissionen, WHO, FAO u.a.) statt.

3.2.2.1. Fachgruppe 21 Chemie und Technologie

In der Fachgruppe "Chemie und Technologie" waren insbesondere die Arbeiten auf dem Gebiet "Neuartige Lebensmittel und Gentechnik" besonders erfolgreich, so dass einige molekulargenetische Analysemethoden zum Nachweis gentechnischer Veränderungen in neuartigen Lebensmitteln entwickelt und standardisiert werden konnten. Auf dem Gebiet der Bedarfsgegenstände konnten die experimentellen Arbeiten an Materialien im Kontakt mit Lebensmitteln im Hinblick auf die für die gesundheitliche Beurteilung interessanten Kunststoffadditive erfolgreich verstärkt werden. Der Anteil an administrativer Arbeit war im Berichtszeitraum in allen Fachgebieten der Fachgruppe unvermindert groß.

3.2.2.1.1. Fragen des Lebensmittel- und Bedarfsgegenständegesetzes (LMBG) und Zusatzstoffe, Geschäftsstelle des § 35 LMBG

Vom Fachgebiet "Fragen des LMBG und Zusatzstoffe, Geschäftsstelle des § 35 LMBG" wurden im Berichtszeitraum schriftlich und mündlich Verbraucher- und Firmenanfragen zu den Themen Lebensmittelzusatzstoffe, Kaffee, Tee, Gewürze und allgemeine Fragen des Lebensmittelrechts beantwortet. Ferner wurde von der Geschäftsstelle des Arbeitskreises Lebensmittelchemischer Sachverständiger der Länder und des BgVV (ALS) die Durchführung von Sitzungen des Arbeitskreises betreut. Von der Geschäftsstelle der Deutschen Koordinierungsstelle für Laboreignungsprüfungen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung (DKLL) ist erstmalig für das Jahr 2000 eine Liste mit Angeboten über Laborvergleichsuntersuchungen für Zwecke des Art. 3 der Richtlinie 93/99/EWG über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung veröffentlicht worden. Im Rahmen der Arbeiten zu § 35 LMBG wurden im Berichtsjahr 27 Arbeitsgruppen mit insgesamt 15 Sitzungen betreut und 56 neue Methoden in der Amtlichen Sammlung veröffentlicht.

3.2.2.1.2. Pflanzliche Lebensmittel

Das Fachgebiet "Pflanzliche Lebensmittel" beschäftigt sich mit der Qualität von Lebensmitteln aus dem ökologischen Landbau im Vergleich mit konventionellen Anbauverfahren, Veränderungen von Kunststoffen und Verpackungsmaterialien bei der

Behandlung mit ionisierenden Strahlen, sowie dem Einfluss der Behandlung mit ionisierenden Strahlen auf Tierarzneimittel. Schwerpunkte der Arbeit waren:

- die Weiterführung von Studien an bestrahlten Kunststoffen im Hinblick auf eventuelle Gesundheitsrisiken
- Weiterführung experimenteller Untersuchungen an flüchtigen Radiolyseprodukten aus Kunststoffen für Verpackungsmaterialien u.a. mit dem Ziel der Entwicklung von Verfahren zur Identifizierung bestrahlter Verpackungsmaterialien
- Koordinierung und Mitarbeit in einer Arbeitsgruppe zum Nachweis von Tetrahydrocannabinol in hanfhaltigen Lebensmitteln im Rahmen des § 35 LMBG
- Spurenelementanalytik mit ICP-MS in Zusammenarbeit mit dem Fachgebiet "Instrumentelle Analytik"
- Stellungnahmen zur Bestrahlung von Tierarzneimitteln mit ionisierenden Strahlen im Rahmen der AMRadV

3.2.2.1.3. Zentrale Koordinationsstelle für neuartige Lebensmittel und Gentechnik

Eine wesentliche Aufgabe der 1997 eingerichteten Zentralen Koordinationsstelle für neuartige Lebensmittel und Gentechnik (FG 213) ist es, die für die Sicherheitsprüfung neuartiger Lebensmittel gemäß der Novel Foods-Verordnung erforderliche multidisziplinäre Bewertung der gesundheitlichen Unbedenklichkeit, die eine Zusammenarbeit u.a. von Toxikologen, Ernährungsmedizinern und Molekularbiologen erfordert, sicherzustellen. Eine Übersicht über die gemäß *Novel Foods*-Verordnung angemeldeten und damit verkehrsfähigen neuartigen Lebensmittel und Lebensmittelzutaten enthält Tabelle 1. Die fortlaufend aktualisierte Liste dieser Produkte ist auf der Homepage des BgVV abrufbar (<http://www.bgvv.de>).

Tabelle 1: Anmeldungen gemäß Artikel 5 der Verordnung (EG) Nr. 258/97 über neuartige Lebensmittel und neuartige Lebensmittelzutaten (wird unter <http://www.bgvv.de/fbs/fb2/novfoods/anmeld.htm> fortlaufend ergänzt)

| Anmelder | Lebensmittel/ Lebensmittelzutat | Nachweis der wesentlichen Gleichwertigkeit | Notifizierung bei der Europäischen Kommission |
|--|--|--|--|
| AgrEvo UK Ltd. Essex, UK | Raffiniertes Öl aus Glufosinat-tolerantem transgenem Raps TOPAS 19/2 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 09.06.1997 |
| Plant Genetic Systems Gent, Belgien | Raffiniertes Öl aus transgenem Hybridraps MS1XRF1, MS1XRF2 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 10.06.1997 |
| Monsanto Services Int. Brüssel, Belgien | Raffiniertes Öl aus Glyphosat-tolerantem transgenem Raps GT73 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 10.11.1997 |
| Monsanto Services Int. Brüssel, Belgien | Produkte aus Insekten-tolerantem transgenem Mais MON 810 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 10.12.1997 |

| | | | |
|--|---|-----------------------------|------------|
| AgrEvo France S.A. Gif-sur-Yvette, Frankreich | Produkte aus Glufosinat-tolerantem transgenem Mais T25 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 12.01.1998 |
| Novartis Seeds AG Basel, Schweiz | Produkte aus Insekten-tolerantem transgenem Mais 2044 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 30.01.1998 |
| Pioneer Overseas Corp. Brussels, Belgien | Produkte aus Insekten- und Glyphosat-tolerantem Mais MON 809 | Stellungnahme des ACNFP, UK | 14.10.1998 |
| AgrEvo GmbH Frankfurt a.M., D | Raffiniertes Öl aus Glufosinat-tolerantem transgenem Raps Liberator L 62 | Stellungnahme des BgVV, D | 21.10.1999 |
| AgrEvo GmbH Frankfurt a.M., D | Raffiniertes Öl aus Glufosinat-tolerantem transgenem Raps Falcon GS 40/90 | Stellungnahme des BgVV, D | 21.10.1999 |
| Plant Genetic Systems N.V., Gent, Belgien | Raffiniertes Öl aus Glufosinat-tolerantem transgenem Hybridraps MS8XRF3 | Stellungnahme des BgVV, D | 21.10.1999 |

ACNFP = Advisory Committee on Novel Foods and Processes, UK = Großbritannien

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt des Fachgebietes 213 besteht in der Entwicklung und Standardisierung von molekulargenetischen Analysemethoden zum Nachweis gentechnischer Veränderungen in neuartigen Lebensmitteln sowie zur Differenzierung von Tier- und Pflanzenarten, die der Lebensmittelüberwachung zum Nachweis von Fälschungen, beispielsweise bei der Überprüfung der Herkunftsangaben von Fleischproben, dienen.

Die Novelle der Verordnung (EG) Nr. 1139/98¹, die einen Grenzwert von 1 % vorsieht, oberhalb dessen die Kennzeichnung von Lebensmitteln aus gentechnisch veränderten Organismen notwendig ist, erfordert Verfahren zum quantitativen Nachweis der für die gentechnische Veränderung verantwortlichen rekombinanten DNA. Die hierfür im Fachgebiet 213 entwickelten Methoden werden derzeit in Ringversuchen validiert.

Die unter Federführung des BgVV erarbeiteten und evaluierten Nachweisverfahren wurden nicht nur in die Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG eingebracht, sie wurden auch dem zuständigen Gremium zur Etablierung als CEN-Normen vorgelegt.

3.2.2.1.4. Lebensmitteltechnologie, Bundeslebensmittelschlüssel

Das Fachgebiet "Lebensmitteltechnologie, Bundeslebensmittelschlüssel" beschäftigt sich schwerpunktmäßig mit der Erfassung und Bewertung physikalischer, chemischer, sensorischer und mikrobiologischer Veränderungen von Lebensmitteln bei der Anwendung von modernen lebensmitteltechnologischen Verfahren (z.B. Hochdruckbehandlung, Elektroimpulsbehandlung, Bestrahlung) und arbeitet in diesem Zusammenhang eng mit der "Zentralen Koordinationsstelle für neuartige Lebensmittel" zusammen und ist in der Kommission "Neuartige Lebensmittel" vertreten. Darüber hinaus ist das Fachgebiet Mitglied im DIN-Ausschuss "Bestrahlte Lebensmittel". Eine weitere Aufgabe besteht in der Pflege und dem Ausbau des Bundeslebensmittelschlüssels (BLS), einer Nährstoff-Datenbank, die ein wichtiges Instrument u.a. für die Erstellung des Ernährungsberichtes der DGE und die Auswertung anderer Ernährungserhebungen darstellt. Zur Ermittlung der Nährstoffdaten des BLS arbeitet das Fachgebiet mit COST 99 und dem Arbeitskreis der Nährwertbeauftragten

¹ Verordnung (EG) Nr. 49/2000 der Kommission vom 10. Januar 2000 zur Änderung der Verordnung Nr. 1139/98 des Rates vom 26. Mai 1998 über Angaben, die zusätzlich zu den in der Richtlinie 79/112/EWG aufgeführten Angaben bei der Etikettierung bestimmter genetisch veränderter Organismen hergestellter Lebensmittel vorgeschrieben sind, Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften Nr. L 6/13, 11.1.2000

im Geschäftsbereich des BML eng zusammen und nimmt an deren Arbeitssitzungen teil. Im Berichtsjahr erschien das Update II.3 des BLS.

3.2.2.1.5. Bedarfsgegenstände

Die Hauptaufgabe des Fachgebietes "Bedarfsgegenstände" besteht in der lebensmittelrechtlichen Beurteilung von Lebensmittelbedarfsgegenständen aus Kunststoff und anderen Polymeren, zu letzteren gehören Natur- und Synthetikgummi, Papier, Karton und Pappe, Silicone, und der Erarbeitung von Empfehlungen für diese Materialien im Kontakt mit Lebensmitteln.

Dem Fachgebiet ist die Geschäftsführung der Kunststoffkommission des BgVV (Kommission für die gesundheitliche Beurteilung von Kunststoffen und anderen Materialien im Rahmen des Lebensmittel- und Bedarfsgegenständegesetzes des Bundesinstitutes für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin) übertragen, darüber hinaus obliegt ihm die Geschäftsführung folgender Arbeitsgruppen bzw. Ausschüsse der Kunststoffkommission: Analysenausschuss, Arbeitsgruppe "Papier, Karton und Pappe", Arbeitskreis Gummi einschließlich der Arbeitsgruppe "Thermoplastische Elastomere", EU-Arbeitsgruppe. Die Kunststoffkommission berät das BgVV in Fragen der vorstehend beschriebenen Thematik.

Breiten Raum nahm wiederum die Beteiligung an den vielfältigen Arbeiten der EU bei der Harmonisierung der Rechtsvorschriften für Materialien und Gegenstände aus Kunststoff, die mit Lebensmitteln in Berührung kommen, ein. Ebenso eingehend war die Mitarbeit bei der Ausarbeitung von Analysenvorschriften durch den europäischen Normenausschuss CEN und das deutsche Spiegelgremium des DIN, Normenausschuss für Materialprüfung, NMP 893 "Bedarfsgegenstände aus Kunststoff im Kontakt mit Lebensmitteln und Prüfung der Migration aus Kunststoffen".

Im Berichtsjahr 1999 war das Fachgebiet - wie in den Vorjahren - sehr intensiv in die Aktivitäten des "Committee of experts on materials coming into contact with food" des Europarates eingebunden. Das Expertenkomitee erarbeitet Resolutionen für Materialien, die über die reine Materie Kunststoff hinausgehen, so für die Bereiche Papier und Pappe, Ionenaustauscher, Silicone, Druckfarben, Metalle und Legierungen, Natur- und Synthetikgummi, Farbstoffe für Kunststoffe, Holz und Kork für den Lebensmittelkontakt. Darüber hinaus war eine Angehörige des FG 215 als deutsche Delegierte an der Mitarbeit in den folgenden ad hoc-Gruppen "Guidelines Recycled Fibres" und "Test conditions" des vorgenannten Europaratkomitees beteiligt, die mehrfach mehrtägig getagt haben (s. nachfolgend unter "Internationale Zusammenarbeit").

Im Jahre 1999 wurde wiederum eine große Zahl von Anträgen (35) zur Aufnahme von Fabrikationshilfs- und Zusatzstoffen in die Empfehlungen des BgVV für Kunststoffe und andere Polymere, die mit Lebensmitteln in Berührung kommen, bearbeitet; desweiteren im Rahmen des SCOOP (Scientific Co-Operation) 5 Anträge für die EU (Additive oder Monomere, die in Kunststoffen für den Lebensmittelkontakt eingesetzt werden) aus analytischer und technologischer Sicht, vgl. auch nachfolgend unter "Internationale Zusammenarbeit".

Das Fachgebiet "Bedarfsgegenstände" arbeitet auf dem Gebiet der Lebensmittelbedarfsgegenstände sehr eng mit dem Fachgebiet 123 "Toxikologie der Materialien in Kontakt mit Lebensmitteln, kosmetischen Mitteln und Tabakerzeugnissen" des Fachbereiches 1 "Toxikologie der Lebensmittel und Bedarfsgegenstände, Ernährungsmedizin" zusammen, darüber hinaus eingehend interdisziplinär mit dem Fachgebiet 126 "Toxikologie der sonstigen Bedarfsgegenstände" des Fachbereiches 1 bei der Erstellung von Grundlagen für die Verbesserung des vorbeugenden gesundheitlichen

Verbraucherschutzes beim Kontakt mit textilen Bedarfsgegenständen (vor allem Körperbekleidung). Im Jahre 1999 fand keine Sitzung des Arbeitskreises "Gesundheitliche Beurteilung von Textilhilfsmitteln und -farbmitteln" der Arbeitsgruppe "Textilien" des BgVV statt.

3.2.2.1.6. Kosmetische Mittel und Tabakerzeugnisse

Schwerpunkt der Arbeit des Fachgebietes "Kosmetische Mittel und Tabakerzeugnisse" stellt nach wie vor die Entwicklung und Validierung von Analysemethoden für kosmetische Mittel im Rahmen der Mitgliedschaft in der EU-Arbeitsgruppe "Analytik kosmetischer Mittel" dar. Durch Anwendung des Peer-Review-Verfahrens ("AOAC Peer-Verified Methods Program") für drei Analysemethoden (Antischuppenmittel-Multibestimmungsmethode; 2 Wellmittel-Multibestimmungsmethoden) wurde das Verfahren zur Methodenvvalidierung erheblich beschleunigt, wobei gegebenenfalls auf umfangreiche Ringversuche verzichtet werden kann. Die Entscheidung hierüber wird die EU-Arbeitsgruppe zu treffen haben.

Aufgrund der Vielzahl an zugelassenen UV-Filtern (derzeit 22 Substanzen; drei weitere wurden vom wissenschaftlichen Ausschuss "Kosmetische Mittel und für den Verbraucher bestimmte Non-Food-Erzeugnisse" für die in Kürze erscheinende 24. Änderungsrichtlinie der Kosmetik-Richtlinie evaluiert) ist eine ständige Anpassung der entsprechenden Bestimmungsmethode erforderlich. Im Berichtszeitraum wurden etwa 20 verschiedene Rezepturen mit jeweils bis zu 5 UV-Filtern im Hinblick auf eine Verbesserung der Trennbedingungen (Eluent, Temperatur, Flussrate) getestet. Die Linearität des Detektors und die Nachweisgrenzen für 12 UV-Filter wurden bestimmt.

Die Analytik im Sektor Tabak spielte im Berichtszeitraum eine untergeordnete Rolle. Lediglich die Teilnahme an einem von Coresta, ISO und DIN organisiertem umfangreichen Ringversuch zur Bestimmung von Nicotin in Tabak nach zwei Verfahren (13 Proben unterschiedlichen Wassergehaltes (10 bis 50 %) und Nicotiningehaltes (0,5 bis 3,5) beanspruchte einen erheblichen Anteil an Laborkapazität.

Schwerpunkt bildete jedoch die Beschäftigung mit einem Vorschlag für eine Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates zur Annahme von Maßnahmen für die Harmonisierung und Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften in Bezug auf die Herstellung, die Aufmachung und den Verkauf von Tabakerzeugnissen. Hier sind insbesondere verschärfte Forderungen in Hinblick auf die Verwendung von Warnhinweisen und solcher Begriffe, wie "leicht", "ultraleicht", "mild" oder "niedriger Teergehalt" im Gespräch. Fragen zur Verwendung von Zusatzstoffen durch den Hersteller, die möglicherweise allein dem Zweck dienen, die Abhängigkeit des Rauchers zu verstärken, standen im Mittelpunkt mehrere Anfragen von Presse und Funk sowie medizinischen Gesellschaften, die sich dem Kampf gegen das Rauchen verschrieben haben.

In der dem Fachgebiet zugewiesenen Arbeitsgruppe "Analytik von Nitrosaminen in Lebensmitteln, Gebrauchsgegenständen und kosmetischen Mitteln" wurden die Arbeiten zur Spurenanalytik in Trockenmilchprodukten/Säuglingsnahrung fortgeführt.

3.2.3. FACHGRUPPE 22 ANALYTIK

Die Fachgruppe 22 verfolgte 1999 schwerpunktmäßig das Ziel des Aufbaus eines Qualitätsmanagementsystems, zunächst in Form zweier Pilotprojekte (Fachgebiet 221, 223), in die nunmehr andere analytisch arbeitende Fachgebiete zu integrieren sind. Die Hauptarbeitsschwerpunkte der Fachgruppe waren Tätigkeiten im Bereich der Rückstandsanalytik für Tierarzneimittel, Mycotoxine, marine Biotoxine, Dioxin sowie Methodenvvalidierungen für die Getränkeanalytik.

Der Trend zur immer stärkeren Einbindung der wissenschaftlichen Mitarbeiter in administrative Aufgaben hat sich 1999 verstärkt. Vor dem Hintergrund der Übernahme neuer Aufgaben im Bereich der analytischen Referenztätigkeiten bei sinkendem Personalstand kommt einer schnellen, effizienten und in Bezug auf die Akkreditierung sachgerechten Neustrukturierung der Fachgruppe 22 immer größere Bedeutung zu.

3.2.3.1. EU Referenzlabor für Rückstände von pharmakologisch wirksamen Stoffen (CRL)

Das Fachgebiet "EU Referenzlabor für Rückstände von pharmakologisch wirksamen Stoffen (CRL)" arbeitet im Rahmen der Kontrolle von Tierarzneimittelrückständen in Lebensmitteln tierischer Herkunft als Referenzlabor für Rückstände pharmakologisch wirksamer Stoffe. Es ist dabei in das europäische und nationale Rückstandsüberwachungssystem eingebunden und hat die Funktion eines EU-Referenzlabors (CRL) und zugleich eines nationalen Referenzlabors (NRL) für die Substanzgruppen der β -Agonisten, Antikokzidien einschließlich Nitroimidazole, Anthelmintica, nichtsteroidale Antiphlogistica (NSAIDs) sowie für die Substanz Chloramphenicol (nur im nationalen Bereich). Die Bilanz der Ergebnisse seiner Tätigkeit 1999 zeigt erneut die Vorteile der engen Verflechtung der Aufgaben als EU-Referenzlabor und als nationales Referenzlabor.

Durch die Entscheidung der Kommission 98/536/EG vom 03. September 1998 wurde der Aufgabenbereich des BgVV als Nationales Referenzlabor erheblich erweitert. Das damit verbundene Mandat für Rückstände aller Wirkstoffgruppen kann derzeit wegen der noch ausstehenden Bewilligung der für die Wahrnehmung dieser Aufgabe erforderlichen Maßnahmen und Mittel bzw. der noch ausstehenden Entscheidung einer eventuellen Aufgabenteilung zwischen dem BgVV und den Untersuchungseinrichtungen verschiedener Bundesländer noch nicht wahrgenommen werden.

Im Vordergrund der analytischen Arbeiten im GC-MS Labor und im HPLC/LC-MS Labor standen sowohl die Entwicklung als auch die Validierung von Prüfmethoden.

Die Entwicklung einer GC-MS Methode zur Bestätigung und Quantifizierung von Nitroimidazolen in Muskel von Schwein und Pute wurde mit Optimierungsarbeiten fortgesetzt. Unter Verwendung verschiedener analytischer Messtechniken (GC-MS/EI, GC-MS/NCI, GC-MS-MS und LC-MS) wurden Methoden zur Bestimmung von Rückständen von Nitroimidazolen eingeführt. Diese Methoden arbeiten im unteren ppb-Bereich und gestatten die Bestimmung von Metronidazol, Dimetridazol, Iprnidazol, Ronidazol und der entsprechenden Hydroxy-Metaboliten. Für die Bestimmung saurer NSAIDs in Milch unterschiedlicher Spezies wurden eine HPLC-DAD Methode und eine LC-MS Methode entwickelt sowie eine umfassende Untersuchung der Robustheit der Methode in Angriff genommen. Die Probenvorbereitung für die Bestimmung von metamizolähnlichen Substanzen (4-Methylamino-Antipyrin, Ramifenazon, Antipyrin und ihrer Metaboliten) in Leber wurde optimiert. Die Untersuchung der Stabilität von Ronidazol in selbst hergestellten gewachsenen Muskelproben wurde fortgesetzt.

Zur Gewinnung von Proben aus Retina (Rind, Schwein, Pute) wurde ein spezielles Präparierverfahren entwickelt, das die Herstellung einer hinreichenden Anzahl homogener Proben aus einem Auge ermöglicht. Die Anzahl der aus Retina nachweisbaren β -Agonisten wurde erweitert und die Substanzen Propranolol, Clencyclohexerol und Clenproperol in die Screening- und Bestätigungsmethoden integriert. Die Akkumulation ausgewählter β -Agonisten an Retina wurde untersucht; die Arbeiten und die Auswertung der Ergebnisse sind noch nicht abgeschlossen.

Das im Referenzlabor für Tierarzneimittelrückstände entwickelte Validierungskonzept wurde optimiert und publiziert. Es berücksichtigt matrix- und zeitabhängige Einflüsse und erlaubt die Bestimmung aller fundamentalen Uncertainty-Komponenten außer dem Labor-Bias, der im Rahmen von Proficiency Tests mit Hilfe der relativen Standardabweichung (RSD) des Labors bestimmt werden muss. Das Validierungskonzept wurde in der Arbeitsgruppe zur Revision der Richtlinie 93/256/EWG diskutiert, akzeptiert und in den Entwurf (Final Draft) der Revision dieser Richtlinie aufgenommen.

Zum Thema ‚Nitroimidazoles in Residue Analysis‘ wurde für Vertreter der nationalen Referenzlaboratorien der Mitgliedstaaten ein Workshop mit 20 Teilnehmern veranstaltet, dessen Programm praktische Arbeiten im Labor und Vorträge vereinte. Hierzu wurde ein umfangreiches Manual erarbeitet, in dem den Teilnehmern vorab alle Informationen und Daten des Workshops zur Verfügung gestellt wurde.

Im nationalen Rahmen wurde für Wissenschaftler aus den Untersuchungsanstalten der Bundesländer eine Fachtagung ‚Nitroimidazole in der Rückstandsanalytik‘ durchgeführt, bei der den Teilnehmern ebenfalls vorab ein entsprechendes Handbuch mit allen relevanten Informationen zu den Vorträgen und den eingesetzten Prüfmethoden bereitgestellt wurde.

Gewachsenes Probenmaterial verschiedener Spezies (Pute, Schwein, Kalb) und mit verschiedenen Substanzen (Nitroimidazole, β -Agonisten) wurde zur Unterstützung der Entwicklung und Validierung von Methoden, für Zwecke der Qualitätssicherung und für den Einsatz bei Proficiency Tests hergestellt.

Der vom Referenzlabor für Tierarzneimittelrückstände organisierte Ringversuch „Nitroimidazole Interlaboratory Study 6/99“ wurde nach dem ‚International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (ISO/ REMCO N 280) konzipiert. Den Teilnehmern war empfohlen, ihre eigene Prüfmethode einzusetzen. Da es bislang Schwierigkeiten bei der Bereitstellung der erforderlichen Software gab, hat sich die Auswertung jedoch verzögert.

Die Arbeiten an der Erstellung eines Qualitätsmanagementsystems auf der Grundlage der Europäischen Norm EN 45000 und der OECD-GLP Elemente Nr. 2 und 7 wurden fortgeführt. In diesem Zusammenhang wurde ein System von 43 SOPs erstellt. Wichtiger Bestandteil beim Aufbau des Qualitätsmanagementsystems war die Harmonisierung der gültigen Prüfmethoden und ihre Anpassung an die Erfordernisse der zugrundegelegten Normen und die Formulierung des Technischen Kompetenzprofils (TKP) des Fachgebietes. Schließlich wurde ein Qualitätsmanagementhandbuch erarbeitet, welches alle Aspekte des entwickelten Qualitätsmanagementsystems beschreibt. Auf der Grundlage der genannten Dokumente konnten die Unterlagen für den Antrag auf Akkreditierung bei der zuständigen Akkreditierungsbehörde, der AKS Hannover, erarbeitet werden. Mit einer Reihe von Fortbildungsveranstaltungen wurde die Umsetzung der Vorgaben des installierten QM-Systems gefördert. Nach einer Vorbegehung und der Auditierung durch Gutachter der Akkreditierungsbehörde wurde das FG 221, Referenzlabor für Tierarzneimittelrückstände, auf Vorschlag der Gutachter akkreditiert.

Der Fachgebietsleiter und seine Vertreterin auditieren das italienische nationale Referenzlabor in Rom entsprechend den Aufgaben und im Rahmen des Mandats des EU-Referenzlabors.

Im Berichtszeitraum wurden durch das Fachgebiet 6 Forschungsanträge erarbeitet: Weiterhin wurde im Zuge des 5. Rahmenprogramms der Europäischen Kommission zum Thema Lebensqualität und Management lebender Ressourcen das Projekt „Internet-based Network for a Matrix-comprehensive Interlaboratory Validation System for Analytical Chemistry, Pharmacy and Food Production with Advanced Software Tools“ ausgearbeitet und zum 15. 11. 1999 eingereicht.

Im Berichtszeitraum wurden für die Bundesländer 3 Bestätigungsanalysen auf Chloramphenicol durchgeführt.

Für amtliche Rückstandskontrolllaboratorien (Landesuntersuchungsanstalten der Länder, nationale Referenzlaboratorien der Mitgliedstaaten) wurden aus dem Wirkstoffspektrum des Rückstandskontrollplanes Standardsubstanzen bereitgestellt. In diesem Zusammenhang wurden Kontakte zu Firmen geknüpft, bei denen die Synthese verschiedener Standards, insbesondere von stabilisotopenmarkierten Verbindungen und Metaboliten in Auftrag gegeben wurden und deren Produkte umfangreichen Qualitätskontrollen unterzogen wurden. Insgesamt wurden im Berichtszeitraum 178 Standardsubstanzen in Deutschland, in verschiedene EU-Mitgliedstaaten und in Drittländer versandt. Auch 1999 wurden nationale Referenzlaboratorien in analytischen Fragen beraten.

Das Referenzlabor für Tierarzneimittelrückstände stellte Gastwissenschaftlern aus Irland und aus Kroatien Aufenthalte für ein Training zu rückstandsanalytischen Fragen zur Verfügung. Im Berichtszeitraum betreute das Referenzlabor für Tierarzneimittelrückstände für 4 Monate eine Auszubildende und für 3 Monate eine Schülerpraktikantin.

3.2.3.2. Kontaminanten, Mykotoxine, pharmakologisch nicht wirksame Rückstände

Der Arbeitsschwerpunkt im Fachgebiet "Kontaminanten, Mykotoxine, pharmakologisch nicht wirksame Rückstände" lag im Berichtsjahr bei der Ermittlung der Exposition des Verbrauchers mit Kontaminanten, speziell chlorierten Verbindungen und Mykotoxinen. Hierbei sind vor allem folgende Schwerpunkte hervorzuheben:

- Bearbeitung der Dioxinkontamination spezieller Lebensmittel (Beratung BMG, BMU, BML)
- Aufbau einer SCOOP-Datenbank zur Belastung von Lebensmitteln und Frauenmilch (FB 8) mit Dioxinen
- Aufbau einer SCOOP-Datenbank zur Belastung von Lebensmitteln und Humanblutplasma mit Ochratoxin A
- Validierung der Bestimmungsmethode für chlorierte Propanole in Lebensmitteln
- Optimierung der Fumonisinanalytik von Kleinkindernahrung anlässlich der Identifizierung belasteter Produkte eines deutschen Herstellers
- Optimierung und Validierung von Analysenverfahren für Aflatoxine, Ochratoxine, Fumonisine und Zearalenon im Rahmen von Ringversuchen
- Aufbau eines Referenzlabors für marine Biotoxine

3.2.3.3. Wein und andere Getränke

Das Fachgebiet "Wein und andere Getränke" ist Obergutachterstelle für die Auslandsweinkontrolle und vertritt die Interessen der Bundesrepublik Deutschland in den Fachgremien für Analytik, Oenologie und Lebensmittelsicherheit im Internationalen Amt für Rebe und Wein (OIV).

Die dortigen Arbeiten bezüglich Sicherheit der Produkte, Analytik, Technologie, Mikrobiologie und des Internationalen Codex der Oenologischen Verfahren werden federführend koordiniert.

Im vergangenen Jahr dominierten die Arbeiten zur Bewertung neuer oenologischer Verfahren, Revision des Internationalen Codex der Oenologischen Verfahren, Neufassung des Oenologischen Codex (Monographien über Zusatzstoffe und technische Hilfsmittel), Bewertung von Fluoridgehalten in Wein, Einsatz von Dimethyldicarbonat (DMDC) zur Weinstabilisierung und die Überarbeitung der OIV-Analysenmethodensammlung.

Das Fachgebiet ist Kontaktstelle der gemeinsamen Forschungsstelle der EU für die europäische Weindatenbank bezüglich der Stabilisotopen-Verhältnisse im Weinalkohol und – wasser (VO (EWG) Nr. 2347/90 und 2348/90) und koordiniert den deutschen Beitrag hierzu. In Zusammenarbeit mit der gemeinsamen Forschungsstelle der EU, EUROFINS, Frankreich und MAFF, Vereinigtes Königreich, werden Proficiency Tests zu Stabilisotopenbestimmungen in Lebensmitteln organisiert, durchgeführt und bewertet. Das Fachgebiet ist maßgeblich an der Weiterentwicklung und Propagierung von Analysenmethoden zur Authentizitätsprüfung von Lebensmitteln beteiligt.

Das zu Beginn des Jahres installierte Isotopen-Verhältnis-Massenspektrometer (IRMS) wurde unter QM-Bedingungen in Betrieb genommen, und eine Methode zur Sauerstoffisotopen-Bestimmung im Wein und Fruchtsaft mittels Gasbench-Verfahren validiert. In Kürze wird auch die Messung des Kohlenstoffisotopenverhältnisses möglich sein.

Zur Bestimmung der Seltenen Erden in Wein wurde eine ICPMS-Methode entwickelt. Anhand von 150 osteuropäischen Weinen, die mit jeweils etwa 80 Analysenparametern beschrieben wurden, wurde eine erste multivariate statistische Auswertung vorgenommen, um die für die geographische Herkunft der Weine maßgeblichen Parameter zu bestimmen. Die Studie wird fortgeführt und auf außereuropäische Produkte ausgedehnt.

Zusammen mit den weinüberwachenden Stellen der Länder wurde eine Datenbank über Stabilisotopenwerte für osteuropäische Weine aufgebaut, die zukünftig regelmäßig ergänzt und bewertet werden wird, um in Fragen der Bewertung von Verfälschungen als Bewertungsmaßstab zu dienen.

Im Rahmen eines EU-Forschungsvorhabens wurden in Zusammenarbeit mit der GfS der EU, Ispra, Universität Bordeaux und CSL, York Validierungsstudien zu Analysenmethoden in Spirituosen zur Bestimmung von flüchtiger Säure, Cyaniden und Zucker mittels HPLC begonnen, die im nächsten Jahr weitergeführt werden.

Die bereits validierten Methoden bezüglich Alkohol, Gesamtextrakt, Ester, Chalkone, Anethol, Gycchirizinsäure, zur Eigehaltsbestimmung und zur Erfassung flüchtiger Bestandteile liegen der DG VI zur Übernahme in eine VO als Referenzmethoden vor.

Die zur Bestimmung der Anthocyane in Wein entwickelte LC-MS-Methode wurde anhand von 500 Weinen erprobt, wobei neben der Bestätigung vorhandener Kenntnisse auch neue Verbindungen gefunden wurden. Die Studie wird vor allem im Hinblick auf Umsetzungsprodukte in Abhängigkeit von der Lagerdauer weitergeführt.

Im Verlauf des Jahres 1999 hat das Fachgebiet ein Qualitätsmanagement-System aufgebaut und sich bei der AKS Hannover zur Akkreditierung angemeldet. Voraussichtlich im 1. Quartal 2000 wird die Akkreditierung abgeschlossen sein.

3.2.3.4. Instrumentelle Analytik

Im Fachgebiet "Instrumentelle Analytik" wurden in Zusammenarbeit mit anderen Fachgebieten verschiedene Anwendungstechniken der Massenspektrometrie wie GC-MS, LC-MS, LC-MS/MS, ICP-MS sowie IRMS eingesetzt.

Ein Schwerpunkt lag bei der GC-MS Analytik in Zusammenarbeit mit den genannten Fachgebieten:

- PCDD/PCDF und PCB Bestimmung in Muttermilch (mit FG 222)
- Bestimmung von Tetrahydrocannabinol in Hanföl (mit FG 212)
- Bestimmung von Monochlorpropandiol in Lebensmitteln (mit FG 222)

Umfangreiche Messungen zum Nachweis von Anthocyanen in Weinen verschiedener Jahrgänge, im Most und im Traubensaft (mit FG 223) waren ein weiterer Schwerpunkt im Bereich der LC-MS Analytik.

Mittels ICP-MS wurde eine pharmakokinetische Studie über die Wirksamkeit des Antidotums DMPS nach akuter und chronischer Vergiftung von Kaninchen mit Blei mit FG 831 durchgeführt.

Auf dem Gebiet der LC-MS und LC-MS/MS und ICP-MS Analytik wurden mit FG 704 im Rahmen einer Studie für BLAPS Nachweismethoden für Zinnorganyle, insbesondere für Fenbutatin, entwickelt. Zusätzlich dazu wurde eine Screening-Methode für den Nachweis von Zinnverbindungen in frischem Obst und Gemüse unter Einsatz der ICP-MS entwickelt.

Zum Nachweis von Vitamin A Säure als Metabolit nach Inkubation von Keratonizyten mit Vitamin A wurde in Zusammenarbeit mit FG 122 eine LC-MS/MS-Methode entwickelt.

In Zusammenarbeit mit verschiedenen Gastwissenschaftlern wurden die Gehalte an Spurenelementen und Schwermetallen in Fischen aus Binnengewässern untersucht. Diese Studie diente in erster Linie zum Versuch einer Ursprungsbestimmung von Lebensmitteln über Art und Gehalt an Spurenelementen. Fernerhin wurden verschiedene Weichtiere auf ihren Gehalt an Schwermetallen untersucht. Diese Studie sollte die Verfügbarkeit dieser Spezies als Biomonitoren klären.

In Zusammenarbeit mit dem FG 223 wurde anhand der Installation, Optimierung und Methodenentwicklung sowie In-Haus-Validierung ein Qualitätssicherungskonzept für den IR-MS-Bereich erarbeitet und installiert. Dieses soll zur Vorbereitung des Labors 224 für die geplante Akkreditierung auf andere Bereiche erweitert werden. Die Durchführung der internen –Audits im FG 223 erfolgte bereits durch FG 224.

Neben der andauernden Mitarbeit beim DIN-Arbeitsausschuss Schwermetalle, einem nationalen Spiegelgremium zu CEN/TC275/WG10, beteiligte sich das Fachgebiet an Aktivitäten des SCOOP-Programmes der EU Kommission (1999/134/EG) hinsichtlich der Ausarbeitung eines Arbeitsdokumentes zur einheitlichen Auslegung der Rechtsvorschriften und Qualitätsnormen für Laboratorien gemäß der Richtlinie 93/99/EWG.

Zur Vorbereitung eines Antrages auf Forschungsmittel des 5. Rahmenprogrammes der EU-Kommission übernahm das Fachgebiet die Federführung bei der Antragsformulierung.

3.2.4. Arbeitsergebnisse aus dem Fachbereich 2 im Jahr 1999

3.2.4.1. Gehalt an Schwermetallen in Fischproben unterschiedlicher Herkunft

3.2.4.2. Analytik von BADGE, DCP und von Phthalaten

3.2.4.3. Bestimmung von 5-Nitroimidazolen mit unterschiedlichen massenspektrometrischen Detektionsmethoden

3.2.4.1. Gehalt an Schwermetallen in Fischproben unterschiedlicher Herkunft

In Fischproben aus Seen nahe Platellai (Litauen), Berlin (Deutschland) und Lagos (Nigeria) wurde die Konzentration an Chrom (Cr), Eisen (Fe), Kobalt (Co), Cadmium (Cd), Kupfer, (Cu), Mangan (Mn), Zink (Zn), Blei (Pb) und Uran (U) mittels induktiv gekoppelter Plasma Massenspektrometrie (ICP-MS) bestimmt. Innerhalb der untersuchten Fischteile wies das Fleisch jeweils die geringsten Gehalte an den untersuchten Elementen auf, außer bei Kupfer, Zink und Blei in der Berliner Probe. Die höchsten Chrom- und Mangankonzentrationen wurden in den Kiemen gemessen, wohingegen die Gräten mehr Eisen und Zink enthielten. Das Fleisch der Berliner Probe hatte die geringste Konzentration an Chrom, Kobalt und Cadmium, aber die höchste an Blei, wohingegen der Lago-Fisch die geringsten Gehalte an Mangan, Eisen, Kupfer, Zink und Blei aufwies, aber die höchsten an Cadmium. Innerhalb der untersuchten Fischteile hatten die Proben aus Platellai jeweils die höchsten Gehalte an Chrom, Mangan, Eisen, Kupfer und Zink. Uran konnte im Fleisch aller Fische nicht nachgewiesen werden. Die ermittelte Schwermetallkonzentration der nigerianischen Fische stimmt mit den Ergebnissen eines früheren Berichts über Fische aus dem Niger Delta überein. Die Gehalte an Blei und Cadmium im Fleisch aller untersuchten Proben liegen unterhalb des jeweiligen Richtwertes der Zentralen Erfassungs- und Bewertungsstelle für Umweltchemikalien (ZEBS) des Bundesinstituts für gesundheitlichen Verbraucherschutz und Veterinärmedizin von 0,50 für Blei und 0,10 für Cadmium (jeweils mg/kg Frischsubstanz) für Fische, Fischzuschnitte und Fischerzeugnisse. Der Cadmium Gehalt in den Kiemen und Gräten des Platellai-Fisches liegt über dem Richtwert.

Schwermetalle in Fischen aus der Nähe von Platellai (Litauen), Lagos (Nigeria) und Berlin (Deutschland) (mg/kg Frischgewicht)

| Herkunft | Teil | Cr | Fe | Co | Cd | Mn | Cu | Zn | Pb | U |
|-----------|---------|------|--------|------|------|------|------|-------|------|------|
| Platellai | Fleisch | 0.28 | 8.49 | 0. | 0.01 | 0.40 | 0.35 | 14.86 | 0.01 | 0.00 |
| | Kiemen | 1.03 | 80.93 | 01 | 0.12 | 3.08 | 0.64 | 11.70 | 0.02 | 0.03 |
| | Gräten | 0.82 | 142.85 | 0.02 | 0.20 | 1.35 | 0.62 | 45.63 | 0.04 | 0.06 |
| Lagos | Fleisch | 0.32 | 0.14 | 0. | 0.02 | 0.13 | 0.12 | 2.01 | 0.00 | 0.00 |
| | Kiemen | 0.41 | 57.04 | 01 | 0.02 | 1.18 | 0.69 | 12.19 | 0.01 | 0.00 |
| | Gräten | 0.42 | 47.08 | 0.12 | 0.03 | 0.72 | 0.54 | 15.61 | 0.04 | 0.01 |

| | | | | | | | | | | |
|---------------|----------------|------|--------|----|------|------|------|------|------|------|
| | | | | 09 | | | | | | |
| Berlin | Fleisch | 0.18 | 1.06 | 0. | 0.00 | 0.18 | 0.25 | 5.03 | 0.02 | 0.00 |
| | Kiemen | 0.92 | 74.59 | 00 | 0.00 | 0.48 | 0.05 | 0.12 | 0.01 | 0.00 |
| | Gräten | 0.67 | 138.58 | 0. | 0.00 | 0.47 | 0.05 | 0.48 | 0.01 | 0.00 |
| | | | | 01 | | | | | | |
| | | | | 0. | | | | | | |
| | | | | 04 | | | | | | |

Diese Ergebnisse zeigen, dass für die Bestimmung der Umweltbelastung von Fischen nicht nur die Kontaminanten im Fischfleisch bestimmt werden dürfen, da auch der Abfall in der Tierfutterproduktion genutzt wird.

Paul Chidozie Onyenekwe; Birute Staniskienė; Richard Palavinskas; Christian Boess

Heavy metals in fish of different origin

In fish samples from lakes near Platellai (Lithuania), Berlin (Germany) and Lagos (Nigeria), concentrations of chromium (Cr), iron (Fe), cobalt (Co), cadmium (Cd), copper, (Cu), manganese (Mn), zinc (Zn), lead (Pb) and uranium (U) were determined using inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS). Among the parts examined, fish flesh showed the lowest concentrations of these elements, except for copper, zinc and lead in the samples from a lake near Berlin. The highest concentrations of chromium and manganese were found in gills whereas the bones were found to contain higher levels of iron and zinc. The flesh samples from Berlin showed the lowest concentrations of chromium, cobalt and cadmium but the highest levels of lead. In contrast, those from Lagos showed the lowest levels of manganese, iron, copper, zinc and lead but the highest levels of cadmium.

Among the fish parts examined, the samples from Platellai showed the highest concentrations of chromium, manganese, iron, copper and zinc. Uranium was not detected in any of the fish flesh samples. The heavy metal concentrations found in the fish from Nigeria were in agreement with the results of an earlier report on fish from the Niger delta. The concentrations of lead and cadmium in all flesh samples examined were below the respective guide levels of 0.50 for lead and 0.10 for cadmium (mg/kg fresh weight) in fish, fish cuts and fish products established by the Centre for Recording and Health Evaluation of Environmental Chemicals (ZEBS) of the Federal Institute for Health Protection of Consumers and Veterinary Medicine. Cadmium levels in gills and bones of the Platellai fish samples were above the guide values.

Heavy metals in fish from lakes near Platellai (Lithuania), Lagos (Nigeria) and Berlin (Germany) (mg/kg fresh weight)

| Origin | Part | Cr | Fe | Co | Cd | Mn | Cu | Zn | Pb | U |
|------------------|--------------|------|--------|------|------|------|------|-------|------|------|
| Platellai | flesh | 0.28 | 8.49 | 0.01 | 0.01 | 0.40 | 0.35 | 14.86 | 0.01 | 0.00 |
| | gills | 1.03 | 80.93 | 0.02 | 0.12 | 3.08 | 0.64 | 11.70 | 0.02 | 0.03 |
| | bones | 0.82 | 142.85 | 0.04 | 0.20 | 1.35 | 0.62 | 45.63 | 0.04 | 0.06 |
| Lagos | flesh | 0.32 | 0.14 | 0.01 | 0.02 | 0.13 | 0.12 | 2.01 | 0.00 | 0.00 |

| | | | | | | | | | | |
|---------------|--------------|------|--------|------|------|------|------|-------|------|------|
| | gills | 0.41 | 57.04 | 0.12 | 0.02 | 1.18 | 0.69 | 12.19 | 0.01 | 0.00 |
| | bones | 0.42 | 47.08 | 0.09 | 0.03 | 0.72 | 0.54 | 15.61 | 0.04 | 0.01 |
| Berlin | flesh | 0.18 | 1.06 | 0.00 | 0.00 | 0.18 | 0.25 | 5.03 | 0.02 | 0.00 |
| | gills | 0.92 | 74.59 | 0.01 | 0.00 | 0.48 | 0.05 | 0.12 | 0.01 | 0.00 |
| | bones | 0.67 | 138.58 | 0.04 | 0.00 | 0.47 | 0.05 | 0.48 | 0.01 | 0.00 |

The results show that, in order to establish the contamination of fish, it is indispensable to include not only fish flesh but also offals in the examination since they are also used in feed production.

Paul Chidozie Onyenekwe; Birute Staniskienė; Richard Palavinskas; Christian Boess

3.2.4.2. Analytik von BADGE, DCP und von Phthalaten

- Methode zur Bestimmung von BADGE in Lebensmitteln

Zur Prüfung der im BgVV entwickelten Methode wurde ein Ringversuch organisiert und ausgewertet.

An diesem Ringversuch haben insgesamt 14 Labors aus dem Kreis des Analytisausschusses sowie der Amtlichen Überwachung, der Bundeswehr und privater Laboratorien teilgenommen.

Über den eigentlichen Auftrag des BgVV zur Entwicklung und Validierung einer Methode für BADGE hinaus, wurde auch das beidseitige HCl-Adduct einbezogen. Wegen der Instabilität der Substanzen in Lebensmitteln musste als Ringversuchsmaterial eine vorab homogenisierte

Fisch-in Öl-Konserve als Matrix sowie ein mit den Analyten dotiertes Olivenöl verwendet werden. Die Ergebnisse wurden entsprechend den Vorgaben der Amtlichen Sammlung von Analysenverfahren nach § 35 LMBG ausgewertet. Die Diskussion der vorgeschlagenen Auswertungsvarianten im Analytisausschuss ergab das nachstehende Ringversuchsergebnis:

BADGE: $r = 0,0472 \text{ mg/kg}$ (11,3 %) BADGE....2HCl: $r = 0,0776 \text{ mg/kg}$ (14,8 %)

$R = 0,1292 \text{ mg/kg}$ (30,9 %) $R = 0,1937 \text{ mg/kg}$ (36,8 %)

Die Methode wird zur Aufnahme in die Amtliche Sammlung von Untersuchungsmethoden nach § 35 LMBG eingereicht, um eine validierte Methode zur Bestimmung von BADGE und BADGE....HCl für den Zeitraum bis zum Vorliegen einer harmonisierten Prüfvorschrift zur Kontrolle des entsprechend dem Entwurf der 5. Änderungsrichtlinie zur Richtlinie 90/128/EG vorgesehenen neuen Grenzwertes für BADGE zur Verfügung zu stellen.

- Methode zur Bestimmung von 1,3-Dichlor-2-propanol (DCP) und 3-Monochlor-1,2-propandiol

(MCPD) in wässrigen Papierextrakten

Es ist vorgesehen, in die Empfehlungen XXXVI und XXXVI/1 bezüglich der Verwendung von Nassfestmitteln auf Basis von Epichlorhydrinharzen die Anforderung aufzunehmen, dass der Übergang der genannten Chlorpropanole in den Wasserextrakt der Fertigerzeugnisse (z.B. Filterpapiere, Haushaltsrollen) nicht nachweisbar sein darf. Zur Kontrolle dieser Anforderung wurde eine Methode entwickelt, die es erlaubt, in einem Schritt beide Analyten zu erfassen (Abtrennung aus dem Wasserextrakt über Festphasen-Extraktionssäulen,

Derivatisierung mit HFBI, Bestimmung mittels GC/ECD). Zur Prüfung dieser Methode wurde ein Ringversuch mit 7 Teilnehmern auf europäischer Ebene entsprechend der Amtlichen Sammlung von Analysenverfahren nach § 35 LMBG

organisiert und ausgewertet. Dafür standen 4 von der Industrie bereitgestellte Papierproben mit unterschiedlichen Gehalten zur Verfügung. Ein weiterer Ringversuch wurde mit einem Nullpapier zur Ableitung der Nachweisgrenze durchgeführt. Nach Auswertung dieses Versuchs mit den Teilnehmern soll die Methode mit der ermittelten Nachweisgrenze in die Methodensammlung zu den Empfehlungen des BgVV über Papiere für den Lebensmittelkontakt aufgenommen werden.

Eine Reihe von Handelsproben von Kaffee- und Teefiltern wurde auf den Übergang von DCP und MCPD in den Heisswasserextrakt geprüft, die erhaltenen Ergebnisse liegen für DCP zwischen n.n. und 4,2 µg/l und für MCPD zwischen 1,5 und 150 µg/l.

Diese Untersuchungen sollen weitergeführt werden.

- Bestimmung der Abgabe von Phthalaten aus Kinderspielzeug

Die vorgesehenen Arbeiten wurden nicht durchgeführt, da die Bundesregierung entgegen der ursprünglich vorgesehenen Regelung über Migrationsgrenzwerte nunmehr eine Verbotsregelung verfolgt hat, die inzwischen auch auf europäischer Ebene gültig ist.

Karla Pfaff, Barbara Gabriel

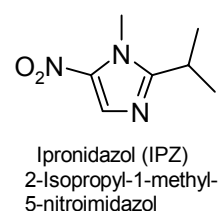
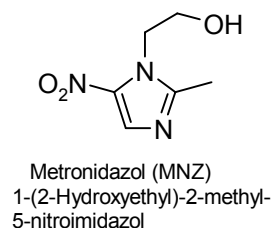
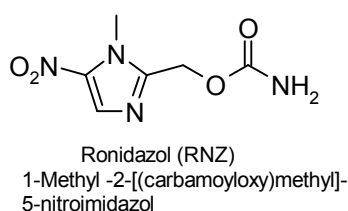
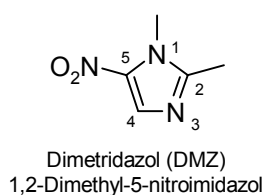
3.2.4.3. Bestimmung von 5-Nitroimidazolen mit unterschiedlichen massenspektrometrischen Detektionsmethoden

Joachim Polzer, Wolfgang Radeck

Einleitung

5-Nitroimidazole sind Tierarzneimittel, die zur Vorbeugung und Behandlung von Histomonosis und Coccidiosis bei Geflügel und Federwild verwendet werden. **Abb. 1** zeigt die Struktur der pharmakologisch wirksamen Substanzen und ihrer Hydroxymetaboliten.

Wirkstoffe



Metaboliten

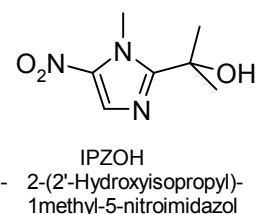
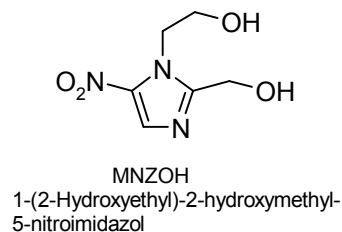
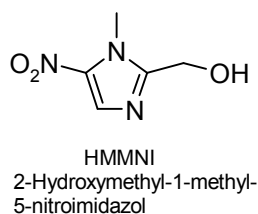


Abb. 1: Pharmakologisch wirksame 5-Nitroimidazole und ihre Hydroxymetaboliten

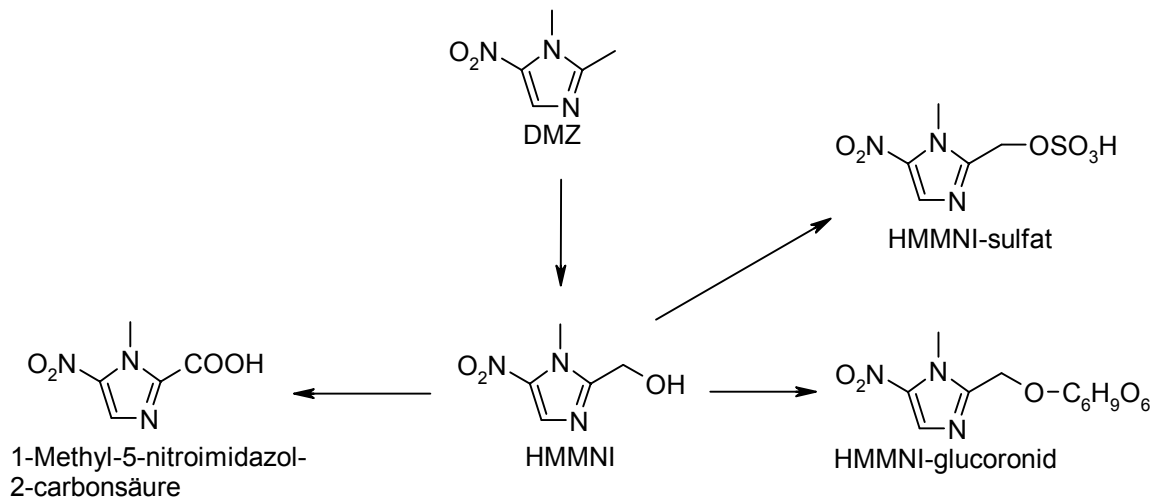


Abb. 2: Metabolismus von DMZ in Putenmuskel

Die dargestellten Hydroxymetaboliten stellen Schlüsselverbindungen im Metabolismus der Nitroimidazole dar, wie in Abbildung 2 beispielhaft für den Abbau von Dimetridazol in Puten dargestellt ist². Hauptreaktion ist die Oxidation der Methylgruppe an der Ringposition 2.

Das dabei entstehende Hydroxymethylderivat ist Ausgangspunkt für die weitere Metabolisierung. Die drei wichtigsten Folgereaktionen sind:

- Oxidation unter Bildung von 1-Methyl-5-nitroimidazol-2-carbonsäure
- Glucorinidbildung
- Sulfatierung

Die anderen pharmakologisch wirksamen 5-Nitroimidazole reagieren in ähnlicher Weise. Für alle 5-Nitroimidazole wurde Genotoxizität sowie karzinogene und mutagene Eigenschaften nachgewiesen oder können nicht zweifelsfrei ausgeschlossen werden^{3,4,5}. DMZ, MNZ und RNZ wurden daher in den Anhang IV (pharmakologisch wirksame Substanzen für die keine Höchstmengen festgelegt werden können) der Verordnung (EWG) Nr. 2377/90 des Rates aufgenommen⁶. IPZ ist in Tierarzneimitteln nicht zugelassen und als Futterzusatz verboten.

² Law, G.L., Mansfield, G.P., Muggelton, D.F. und Parnell, E.W.
Nature **197**, 1963, 1024

³ Cohen, S.M., Erturke, E., Van Esch, A.M., Crovetti, A.J. und Bryan, C.T.
J. Nat. Cancer. Inst. 1973, **51**, 403

⁴ Voogd, C.E., Vander Steel, J.J. und Jacobs, J.J.
Mutat. Res. 1979, **26**, 483

⁵ Dobias, L., Cerna, M., Rossner, P und Scram, R.
Mutat. Res. 1994, **317**, 177

⁶ Verordnung der Kommission (EEC) 2377/90 geändert durch VO (EG) 1568/98
Off. J. Eur. Commun., 1990, No. L 224

Alle Rückstände dieser Substanzen in Tieren, die der Erzeugung von Nahrungsmitteln dienen oder anderen Produkten, die für den menschlichen Verbrauch bestimmt sind, sind daher als Verstoß der bestehenden Verordnungen anzusehen.

Es wurden eine Vielzahl von Methoden zur Bestimmung von 5-Nitroimidazolen in Futtermitteln, tierischem Gewebe und anderen biologischen Materialien veröffentlicht. Analyten zur quantitativen Bestimmung sind in jedem Fall die 5-Nitroimidazole selbst sowie ihre in Abbildung 1 gezeigten Hydroxymetaboliten. Viele der bisher publizierten Methoden quantifizieren allerdings nur eine Substanz, Multirückstandsmethoden sind dagegen weniger bekannt^{7,8}.

Ziel der vorliegenden Untersuchungen war es verschiedene massenspektrometrische Detektionen hinsichtlich ihrer Eignung in Multirückstandsmethoden für Screening- und Bestätigungsanalysen von 5-Nitroimidazolen und ihrer Hydroxymetaboliten in Putenmuskel und Schweinemuskel zu testen.

GC/MS-Technik

Obwohl die Kopplung GC/MS hohe Trennleistung, gute Empfindlichkeit, hohe Spezifität sowie die Möglichkeit zur Substanzbestätigung durch einen spektroskopischen Detektor bietet, gibt es bislang keine Multimethode zur Bestimmung der Nitroimidazole mit dieser Technik.

Die nachfolgend beschriebene Methode ermöglicht die Bestimmung von DMZ, RNZ, IPZ und MNZ sowie der aus diesen Wirkstoffen entstehenden Hydroxymetaboliten mit intakter Nitroimidazolringstruktur (Abb. 1). Die Analyten können in Puten- oder Schweinemuskel in Konzentrationen teils deutlich unter 10 ppb bei Wiederfindungen >70 % nachgewiesen werden.

Alle Verbindungen bis auf DMZ und IPZ enthalten neben der Nitrogruppe mindestens eine weitere polare funktionelle Gruppe (Hydroxy- oder Carbamatgruppe). Um gute gaschromatographische Trennungen zu erreichen, ist eine Derivatisierung dieser funktionellen Gruppen erforderlich. Die Derivatisierung der Hydroxyverbindungen erfolgt durch die Umsetzung mit BSA (N,O-Bis-(trimethylsilyl)acetamid) unter Bildung der entsprechenden Trimethylsilylether. Eine Eigenart dieser Derivatisierung ist, daß die Carbamat-Gruppe des RNZ ebenfalls umgesetzt wird, d.h. HMMNI und RNZ bilden das gleiche Derivat. Weiterhin muss eine Besonderheit bei der Metabolisierung von DMZ und RNZ beachtet werden: sie bilden einen gemeinsamen Metaboliten, das HMMNI. Das bedeutet, durch den Nachweis dieses Derivates lässt sich eindeutig auf die Anwendung einer verbotenen Substanz schließen, ein eindeutiger Rückschluss auf die angewendete Substanz ist allerdings durch die für die gaschromatografische Bestimmung notwendige Derivatisierung ausgeschlossen.

Experimentelles

Die Probenvorbereitung beginnt mit einer Hydrolyse von 1-10 g Puten- oder Schweinemuskel, anschließender Zentrifugation des Rückstandes und Abtrennung der wässrigen Phase. Diese wird dann einem Entfettungsschritt unterworfen und nach dem Wechsel des pH-Wertes eine Festphasenextraktion über Kieselgur (Extrelut) durchgeführt. Nach Elution wird das Extrakt zur Trockne eingedampft und mit N,O-bis(trimethylsilyl)acetamid (BSA) derivatisiert. Die Lösung wird anschließend direkt in den GC injiziert und kann nacheinander mittels EI/MS, NCI/MS und EI/MSMS analysiert werden.

⁷ Tollomelli, B., Laffi, R., Rossato, S. and Colpo, G.
J. Assoc. Off. Anal. Chem. 1992, **75**, 663

⁸ Aerts, R.M., Egberink, I.M.; Kan, C.A., Keukens, H.J. and Beek, W.M.J.
J. Assoc. Off. Anal. Chem. 1991, **74**, 46

Für die LC/MS-Untersuchungen wurden die Matrixproben bis zur Extraktextraktion analog aufgearbeitet. Die zur Trockene eingedampften Eluate wurden in Wasser aufgenommen und injiziert.

Geräte:

Messungen mittels EI/MS wurden an einem Hewlett Packard GC/MSD 6890/5973 (Trennsäule 30 m x 0,25 mm ID, 0,25 µm DB1) durchgeführt, Messungen mittels NCI/MS und EI/MS/MS an einem Finnigan GCQ (ion trap) (Trennsäule 30 m x 0,25 mm ID, 0,25 µm DB5).

GC/MS-Analysis

Injector : 285° C, 1.5 min splitless time

Temp. progr.: 60°C for 1.5 min, 12° C/min to 144°C,
5° C/min to 184° C,
25° C/min to 290° C, 6 min.

EI : „Selected ion monitoring“ (SIM)

NCI : CI-Gas Methan, $1.1 \cdot 10^{-4}$ torr, „full scan“ Betrieb

MS/MS : Dual MS/MS, Basisionen als Mutterion, „full scan der Tochterionen

Ergebnisse und Diskussion

Durch die Wahl der Art der Ionisierung hat man die Möglichkeit, die Selektivität der Detektion zu steigern und eventuelle Störungen zu unterdrücken. Insbesondere negative chemische Ionisierung (NCI) ist dafür gut geeignet, da selektiv nur elektroneneinfangende Verbindungen ionisiert werden. So ergeben sich Chromatogramme mit einem sehr niedrigen Untergrund und die daraus resultierenden hohen Signal zu Rauschverhältnisse ermöglichen niedrige Nachweisgrenzen. Da bei den Nitroimidazolen mit der Nitrogruppe eine gut elektroneneinfangende Substituentengruppe enthalten ist, bietet sich der Einsatz von NCI an.

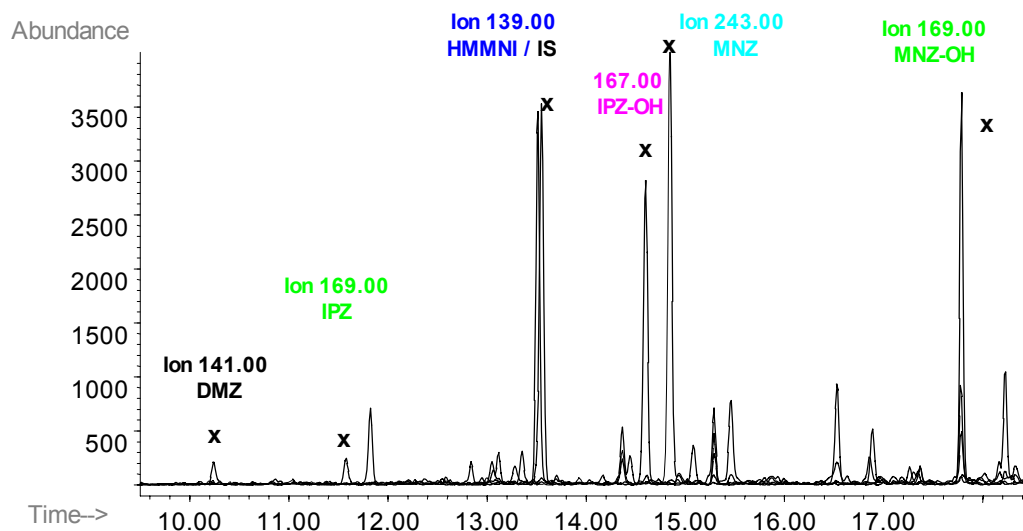
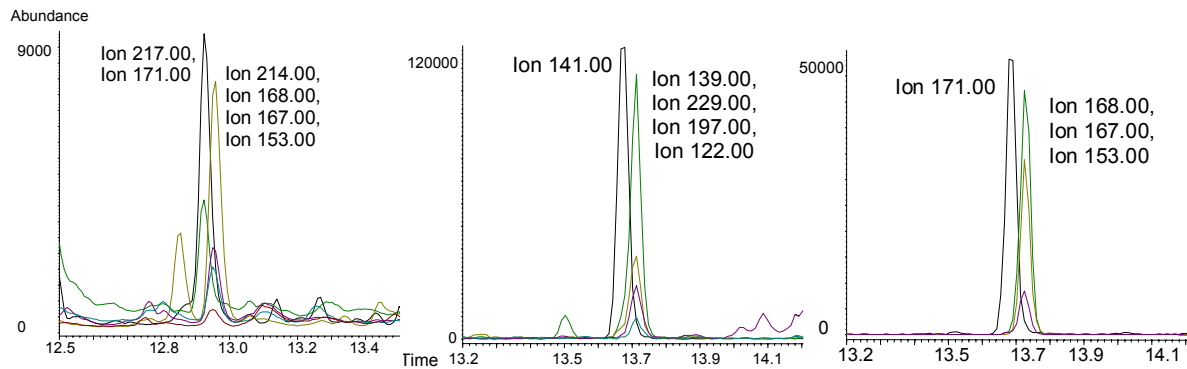


Abb. 3: NCI –Ionenchromatogramm einer dotierten Matrixprobe (Putenmuskel, je 10 ppb Nitroimidazole, Analyten mit X gekennzeichnet)



EI / MS

NCI / MS

EI / MS / MS
(Mutterionen 217/214)

Abb. 4: Vergleich der Ionenspuren von RNZ (TMS-Derivat) in einer dotierten Matrixprobe (RNZ, 7.5 ppb, interner Standard D3-RNZ 10 ppb) für die Bestimmung mittels EI/MS, NCI/MS and MS/MS

Abb. 3 zeigt ein Beispiel eines Einzelionenchromatogramms einer Putenmuskelprobe, die mit 10 ppb der o.g. Nitroimidazole dotiert wurden.

Die Anwendung der MS/MS Technik führt zu einer deutlich erhöhten Selektivität, da hier nur Tochterionen, die aus einem ausgewählten, selbst bereits charakteristischen Mutterion entstehen, zur Auswertung herangezogen werden. Abb. 4 zeigt den Vergleich der verschiedenen Techniken am Beispiel des Ronidazols.

Der Einfluss störender Matrixkomponenten auf die Quantifizierung wird deutlich, wenn man einen Vergleich zwischen Standard- und Matrixkalibrierung durchführt. Tabelle 1 zeigt, dass der Unterschied in der Wiederfindung bei quantitativer Auswertung über Matrix- und Standardkalibriergerade am höchsten für die am wenigsten selektive Technik ist, in diesem Fall EI/MS. Dies bedeutet, dass die Anwendung einer möglichst selektiven Analysetechnik im Hinblick auf die Minimierung möglicher Analysefehler auf alle Fälle empfehlenswert ist.

Tabelle 1: Vergleich der Analyseergebnisse bei Bestimmung von RNZ mittels EI/MS, NCI/MS und MS/MS

| RNZ-d3 / RNZ | EI/MS | NCI/MS | EI/MSMS |
|-----------------------------|---------------------|----------------------|----------------------|
| Ion (IS/Analyt) | (171/214) | (141/139) | (171/169) |
| Standardkalibrierung | | | |
| Wiederfindung (n=4) | 84 % +/- 9 | 93 % +/- 4 | 91 % +/- 5 |
| Geradengleichung | $y = 4,76x - 0,144$ | $y = 1,669x - 0,123$ | $y = 1,168x - 0,003$ |
| Korrelation | $r = 0,997$ | $r = 0,994$ | $r = 0,995$ |
| Matrixkalibrierung. | | | |
| Wiederfindung (n=4) | 107 % +/- 5 | 97 % +/- 4 | 102 % +/- 6 |
| Geradengleichung | $y = 3,24x - 0,063$ | $y = 1,719x - 0,093$ | $y = 1,030x - 0,003$ |
| Korrelation | $r = 0,998$ | $r = 0,995$ | $r = 0,997$ |

LC/MS-Technik

Geräte

Die HPLC-Anlage bestand aus einem ein JASCO-System mit einer Niederdruckpumpe (PU 980), inline degaser (DG-980-50), Gradientenmischer (LG-980-02) und einem Autosampler (AS-950). Die Trennung der Analyten erfolgte an einer Inertsil ODS II Säule 150 x 2.1, 5µ bei einer Säulentemperatur von 25 °C. Die mobile Phase bestand aus 0,05 M Ammoniumformiat, pH 5,7 (Lösungsmittel A) und Methanol (Lösungsmittel B). Es wurde ein Gradient 5 % B bis 50 % B verwendet.

Die massenspektrometrischen Untersuchungen wurden an einem VG Platform II Quadropol Massenspektrometer (Micromass) realisiert.

Resultat und Diskussion

Obwohl die Massenspektrometrie eine sehr wichtige Methode zur Strukturaufklärung und damit zum zweifelsfreien Nachweis von pharmakologisch wirksamen Substanzen auch in minimalen Mengen darstellt, sind bisher nur einige Methoden unter Verwendung der LC-MS Technik für die Bestimmung von 5-Nitroimidazolen beschrieben^{9,10,11}. So ist bisher nur relativ wenig über das Fragmentierungsverhalten von 5-Nitroimidazolen bekannt.

Entsprechend der überarbeiteten Entscheidung der Kommission 93/256/EEC müssen mindestens vier charakteristische Ionen für die Bestätigung des Vorhandenseins eines Rückstandes einer pharmakologisch wirksamen Substanz in tierischen Produkten, die zum menschlichen Verbrauch bestimmt sind, erfasst werden. Zur Erfüllung dieser Kriterien ist die Kenntnis der massenspektrometrischen Fragmentierung der Analyten von unmittelbarer Bedeutung. Ein weiteres Ziel der vorliegenden Arbeit war es daher, das Fragmentierungsverhalten der pharmakologisch wirksamen 5-Nitroimidazole unter den Bedingungen der „atmospheric pressure chemical ionisation“ (APCI) aufzuklären.

Dazu wurden Gemische der vier Wirkstoffe und ihrer Hydroxymetaboliten durch HPLC aufgetrennt und die einzelnen Komponenten massenspektrometrisch untersucht. **Abb. 5** zeigt die Massenspektren von RNZ und RNZ-d3, aufgenommen bei einer Cone Voltage von 20 V.

⁹ Matusik, J.E., Leadbretter, Barnes, C.J. and Sphon, J.A.
J. Agric. Food chem. 1992, **40**, 439

¹⁰ Cannavan, A. and Kennedy, D.G.
Analyst 1997, **122**, 963

¹¹ Sams, M.J., Strutt, P.R., Barnes, K.A., Damant, A.P. and Rose, M.D.
Analyst 1998 **123**, 2545

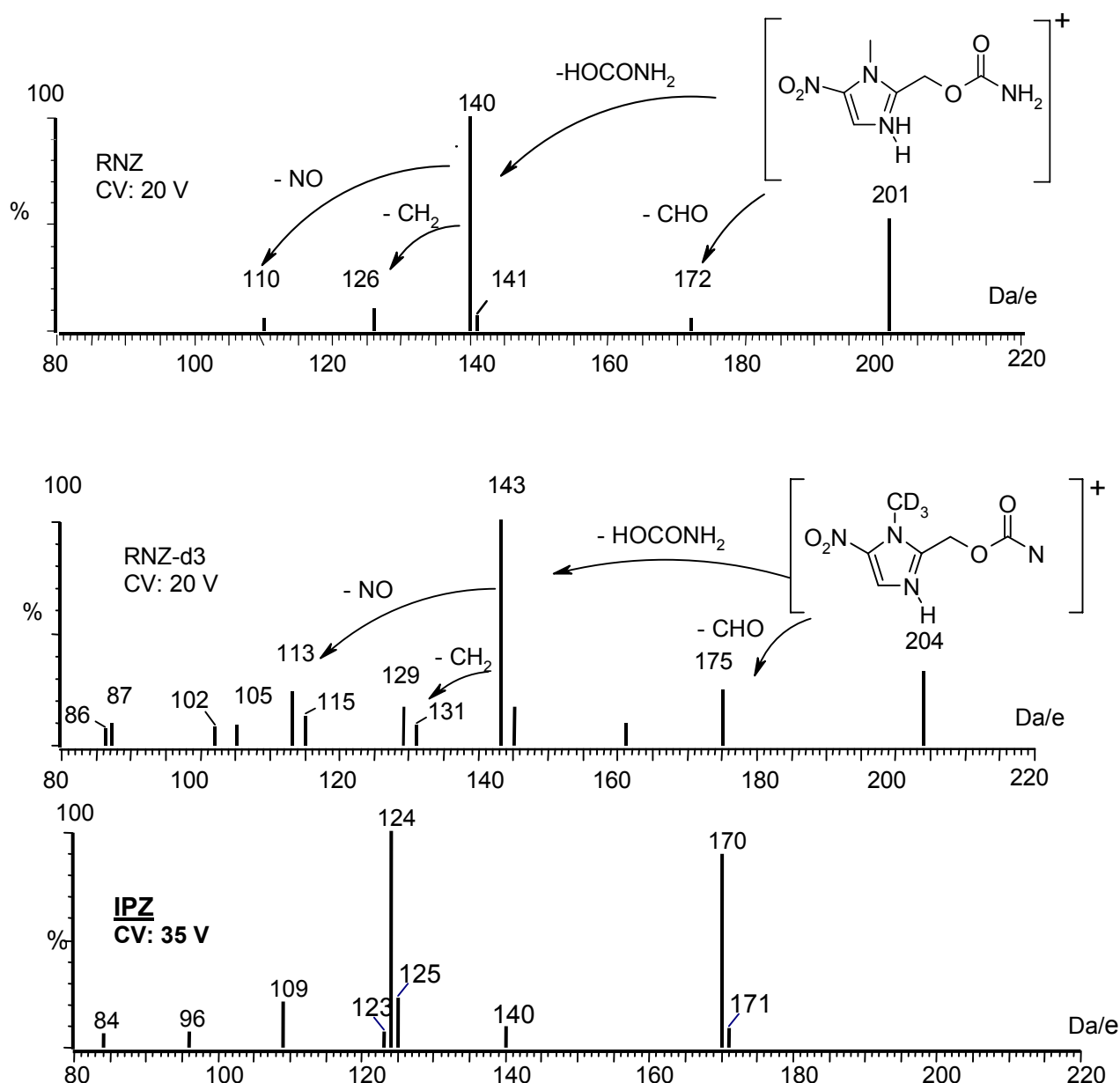


Abb. 5: Full scan Spektren von RNZ und D3-RNZ

Basis Peak ist das Ion mit m/z 140, das durch Abspaltung der protonierten Carbamatgruppe aus dem $[M+H]^+$ entsteht. Bei der verwendeten Spannung von 20 V tritt nur eine geringe weitere Fragmentierung auf. Die Ionen bei m/z 110 und 126 werden durch Abspaltung von NO bzw. CH₂ gebildet. Die häufig angenommene Abspaltung von NO oder NO₂ direkt aus $[M+H]^+$ Ion konnte dagegen nicht beobachtet werden.

Die Spektren von RNZ und seiner deuterierten Form zeigen das gleiche Fragmentierungsmuster. Im Spektrum von RNZ-d3 gibt es keinerlei Hinweise auf einer McLafferty Umlagerung unter Abspaltung von $[CD_2O]$ (m/z 32), wie sie beispielsweise für DMZ von Van Lear vorgeschlagen wurde¹². In Abbildung 6 zeigt das entsprechende Reaktionsschema.

¹² Van Lear, G.E.
Org. Mass Spectrom. 1972, 1117

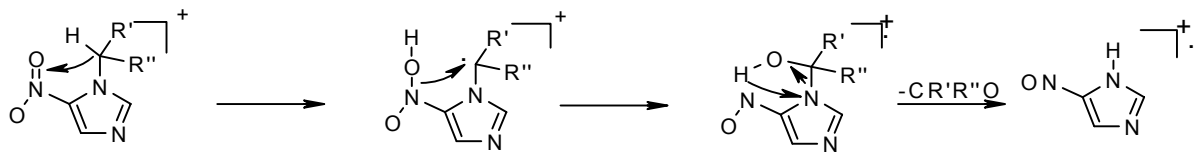


Abb. 6: McLafferty Umlagerung von DMZ

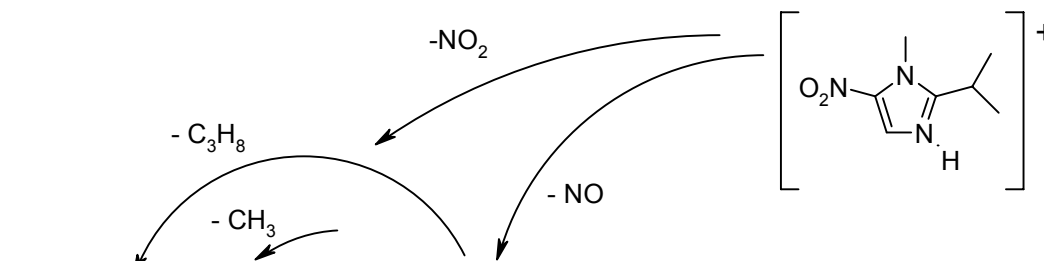
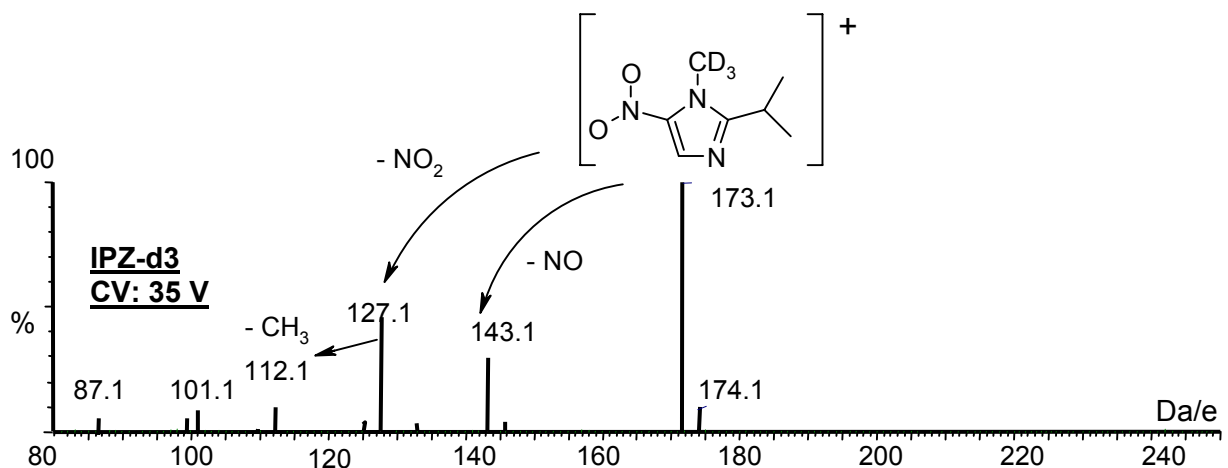


Abb. 7 Full scan Spektren von IPZ und IPZ-d3

Für IPZ und IPZ-d3 wurde ein ähnliches Resultat gefunden (**Abb. 7**). Die Methylgruppe an der Ringposition 1 unterliegt bei der gewählten Cone Voltage keiner Fragmentierung. Im Fall von IPZ ist offensichtlich die Abspaltung von NO und NO₂ der wesentliche Fragmentierungsprozeß.



Betrachtet man die schematischen Strukturen der 5-Nitroimidazole und ihrer Hydroxymetaboliten, wie sie in **Abb. 1** angegeben sind, so lassen sie sich hinsichtlich ihrer Struktur grundsätzlich in zwei Gruppen unterteilen:

1. Substanzen mit substituierten Alkylgruppen an Ringposition 2 wie RNZ, HMMNI, MNZOH, IPZOH
2. Substanzen mit unsubstituierten Alkylgruppen an Ringposition 2 wie DMZ, IPZ, MNZ

Die Fragmentierungsmuster von RNZ und IPZ sind jeweils typisch für diese beiden Gruppen, wie die Untersuchung der anderen Substanzen gezeigt hat. Danach kann die Fragmentierung wie folgt zusammengefasst werden:

- 5-Nitroimidazole mit einem funktionalisierten Substituenten an Ringposition 2 fragmentieren unter Abspaltung der protonierten funktionellen Gruppe
- 5-Nitroimidazole mit einer unfunktionalisierten Alkylgruppe fragmentieren unter Abspaltung von NO₂ oder NO

Die Fragmentierung bei Verwendung der APCl Technik wird im wesentlichen von der Cone Voltage ab. Sie liegt im allgemeinen in einem Bereich von 20 – 40 V, wobei die Fragmentierung mit der verwendeten Spannung steigt.

Entsprechend der Kommissionsentscheidung 93/256/EEC werden bei der Verwendung der massenspektrometrischen Detektion für Bestätigungsanalysen vier charakteristische Peaks gefordert. Einer dieser Peaks sollte der Molpeak [M]⁺ bzw. [M+H]⁺ sein. Es muss daher für jeden Analyten eine optimale Cone Voltage gefunden werden, bei der sowohl Molpeak als auch eine hinreichende Fragmentierung zu beobachten sind. Tabelle 1 zeigt die ermittelten Spannungen mit den charakteristischen Ionen für die pharmakologisch wirksamen 5-Nitroimidazole und ihre Hydroxymetaboliten in der Reihenfolge ihrer Elution.

Tabelle 1: Fragmentionen von 5-Nitroimidazolen

| Substanz | cone voltage [V] | Ionen [m/e] |
|--------------|------------------|--------------------|
| MNZOH | 30 | 188; 144; 126; 123 |
| HMMNI | 30 | 158; 140; 126; 110 |
| RNZ | 20 | 201; 140; 126; 110 |
| MNZ | 25 | 172; 142; 128; 82 |
| DMZ | 30 | 143; 142; 112, 96 |
| IPZOH | 30 | 186; 168; 128; 122 |
| IPZ | 35 | 170; 140; 124; 109 |

Zusammenfassung

5-Nitroimidazole und ihre Hydroxymetaboliten können in Puten- oder Schweinemuskel durch LC/MS als auch durch GC/MS-Techniken quantitativ bis in den unteren ppb-Bereich bestimmt werden. Die verbotenen Nitroimidazole DMZ, IPZ und RNZ, sowie deren Metaboliten HMMNI und IPZOH lassen sich mit hoher Präzision und Genauigkeit erfassen, da für diese Verbindungen gut geeignete deuterierte interne Standards verfügbar sind.

Besonders gute Analysenergebnisse lassen sich mit der NCI oder MS/MS Technik erzielen. Durch die gesteigerte Selektivität ist die Analytik weniger störanfällig gegen Matrixeffekte und ermöglicht niedrigere Nachweisgrenzen.

Die untersuchten Detektionstechniken erfüllen die Kriterien der überarbeiteten Entscheidung der Kommission 93/256/EEC und sind damit sowohl für Screening- als auch Bestätigungsanalysen geeignet.

Joachim Polzer, Wolfgang Radeck

3.2.5. Mitwirkung des Fachbereichs 2 in internationalen Gremien im Jahr 1999

- CEN TC 275/WG 11 Working Group „Genetically Modified Foodstuffs“
- Codex Alimentarius Commission
- COST ad hoc Technical Committee on Agriculture, Food Sciences and Biotechnology
- EG Working Group of the Competent Authorities for the Regulation (EC) No. 275/97 on Novel Foods and Novel Food Ingredients
- OECD Task Force for the Safety of Novel Foods and Feeds
- Im Rahmen der Cost 99 erfolgt eine internationale Zusammenarbeit bzgl. des Managements von Nährwertdaten für Lebensmittel.
- Im Rahmen des SCOOP-Programms der EU werden pro Jahr Summary Data Sheets für 5 Anträge zur Aufnahme von Stoffen in die Positivliste der Richtlinie für Kunststoffe für den Lebensmittelkontakt als Grundlage für die Bewertung des Wissenschaftlichen Lebensmittelausschusses erarbeitet.
- Weiterhin entsendet das Fachgebiet "Bedarfsgegenstände" eine Mitarbeiterin als deutsche Delegierte in die ad-hoc-Gruppe „Guidelines Recycled Fibres“ und „Test conditions“ des Expertenkomitees „Committee of experts on materials coming into contact with food“ des Europarates.
- Mitgliedschaft in der EU-Arbeitsgruppe „Analytik kosmetischer Mittel“
- Vertreter des EU-Referenzlabors für Tierarzneimittelrückstände arbeiteten in Arbeitsgruppen der EU-Kommission zur Revision der Kommissionsentscheidungen 93/256/EWG und 90/515/EWG sowie zur Risikobewertung hormonaler Wachstumsförderer mit.
- Erarbeitung von Analysen und Probenahmeverfahren für Mykotoxine (CEN, ISO, SMT)
- Mitarbeit in der EU-Arbeitsgruppe „Agrarkontaminanten“: Aflatoxin- und Ochratoxin-Höchst-mengen
- Mitarbeit SCOOP; chlorierte Propanole, Dioxine, Ochratoxin A

Kommissionen

Sitzungen der Kunststoffkommission und ihrer Arbeitsgruppen im Jahre 1999

Kunststoffkommission 2

Toxikologengruppe 2

Analysenausschuss 1

Arbeitskreis „Gummi“ 1

Arbeitsgruppe „Papier, Karton und Pappe“ 2

Unter der Leitung des Fachgebiets "Bedarfsgegenstände" fanden folgende weitere

Expertengespräche statt:

Senkung der Abgabe von primären aromatischen Aminen aus mit 6-PPD stabilisierten Gummi-
bedarfsgegenständen,

24.6.1999

Bisphenol-F-diglycidylether (BFDGE) in Doseninnenlackierungen für den Lebensmittelkontakt,
20.12.1999

Das Fachgebiet „Bedarfsgegenstände“ ist über die vorstehend beschriebenen Aktivitäten der Kunststoffkommission und ihrer Arbeitsgruppen sowie der Gremien der EU und des Europarates

in diejenigen der nachfolgend aufgeführten Institutionen eingebunden

- Deutscher Ausschuss für Getränkeschankanlagen
- Arbeitsgruppe „Bedarfsgegenstände“ der Sektion Lebensmittelchemie der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh)

- Normenausschuss Wasserwesen (NAW) des DIN, Arbeitsausschuss 1 des Unterausschusses „Werkstoffe und Bauteile (Bedarfsgegenstände) in Kontakt mit Trinkwasser“,

die in der Regel jährlich 2 mal tagen, desweiteren nehmen die Angehörigen des Fachgebiets "Bedarfsgegenstände" an den Sitzungen der AG "Kunststoffe und andere nichtmetallische Werkstoffe im Kontakt mit Trinkwasser" (eine AG der Trinkwasserkommission des Umweltbundesamtes, WaBoLu und der Kunststoffkommission) teil, die im Jahre 1999 2 mal getagt hat.

1. Office International de la Vigne et du Vin (OIV), Paris:

Das Fachgebiet "Wein und andere Getränke" arbeitet mit in den Gremien

- *Lebensmittelsicherheit*
- *Weinanalysen- und*
- *bewertungsmethoden*
- *Technologie*
- *Mikrobiologie*
- *Codex der oenologischen Verfahren*

Der Fachgebietsleiter ist Präsident der Kommission "Oenologie", Berichterstatter für diese Kommission und ständiger deutscher Delegierter bei den jährlichen Generalversammlungen des OIV.

Das BgVV bringt seinen Sachverstand in Bezug auf Methodenstandardisierung und Bewertung der Inhaltsstoffe ein. Darüberhinaus dienen die Arbeiten der Überprüfung neuer technologischer (oenologischer) Verfahren sowie der Bewertung toxikologisch relevanter Inhalts- und Behandlungsstoffe (Beispiele: Ethylcarbamate, biogene Amine, Blei, Cadmium, Fluorid, Schwefeldioxid etc.). Derzeit erfolgt die Überarbeitung des Internationalen Oenologischen Codex (Monographien über Weinbehandlungsstoffe).

2. Gremien der Europäischen Gemeinschaft (EU):

Das Fachgebiet „Wein und andere Getränke“ ist Kontaktstelle der gemeinsamen Forschungsstelle der EU für das Wein-Datenbankprojekt bezüglich der Stabilisotopenverhältnisse im Wein (VO (EWG) Nr. 2347/90 und 2348/90) und koordiniert den deutschen Beitrag hierzu.

Im Rahmen des SMT-Programms der EU ist das Fachgebiet in die wissenschaftliche und organisatorische Leitung der internationalen Validierung von Analysemethoden für Spirituosen eingebunden.

3. GFS der EU, Ispra

Proficiency Testing zu Isotopenbestimmungen

4. Internationale Fruchtsaftunion (IFJU)

Das Fachgebiet "Wein und andere Getränke" hat die Methodensammlung der Internationalen Fruchtsaftunion über Jahre hinweg miterstellt und war maßgeblich an der Ringversuchsdurchführung und statistischen Auswertung beteiligt. Derzeit korrespondierendes Mitglied.

5. Sonstige

Mitarbeit in weiteren Gremien wie Codex Alimentarius, Verwaltungsausschuss Wein und div. andere EU Expertengruppen etc..

Internationale Zusammenarbeit ist vorgesehen über das 5. Rahmenprogramm der EU-Kommission zum Nachweis endogener und exogener Hormone in tierischen Körperflüssigkeiten und Gewebeprobe. In Kooperation mit der Suez-Universität in Ismailia ist es geplant, die Konzentration an Schwermetallen in Pflanzen, die bei der Herstellung von Kosmetika eingesetzt werden, nachzuweisen.