

## 6. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen

Protokoll vom 11./12. April 2013

Die BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen wurde 2008 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 11 Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler aus Landesuntersuchungsämtern, der Industrie und privaten Laboratorien berufen. Die 6. Sitzung fand am 11./12. April 2013 am BfR in Berlin statt.

### Begrüßung

Der Vorsitzende, Herr Dr. Scholten und der Geschäftsführer, Herr Dr. Fauhl-Hassek begrüßen die Teilnehmer und eröffnen die sechste Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen. Die Tagesordnung wird ohne Ergänzungen von den Mitgliedern der Kommission angenommen.

### Unabhängigkeit von BfR-Kommissionen und Unterzeichnung der Erklärung zu eventuellen Interessenkonflikten

Die Unabhängigkeit von BfR-Kommissionen wird in einem Vortrag thematisiert und von den Mitgliedern zur Kenntnis genommen. Besonders betont wird die hohe Wertigkeit der Transparenz. In diesem Sinne werden die Mitglieder über das Vorgehen bei Interessenskonflikten informiert.

Eventuelle Interessenskonflikte in Bezug auf einzelne Themen, die in der 6. Sitzung der BfR-Kommission für Wein- und Fruchtsaftanalysen behandelt werden sollten, werden abgefragt und bestehen seitens der Kommissionsmitglieder nicht.

### Allergenkennzeichnung von Wein:

Erfahrungen mit dem Nachweis möglicher Allergene in Wein (Kasein- bzw. Albuminrückstände) mittels ELISA, HPLC, Elektrophorese

Nach Richtlinie 2000/13 EG und Richtlinie 2007/68/EG der Kommission müssen alle ab Juli 2012 abgefüllten Weine mit 2012 und später geernteten Trauben bei Vorhandensein von allergenen Proteinen aus dem Schönungsmittel gekennzeichnet werden. Diesbezüglich tauscht sich das Gremium über Erfahrungen bei der Detektion von Kasein, Albumin und Lysozym im Wein aus. In der Routinemessung sind diese Allergene bisher nicht auffällig geworden.

Die Validierung derartiger Methoden durch die Internationale Organisation für Rebe und Wein (OIV) ist seitens der Anbieter gewünscht, kann aber durch die Bindung der ELISA-Kits an einen Hersteller/Anbieter jedoch nicht, wie sonst üblich, durch eine öffentliche Einrichtung koordiniert bzw. unterstützt werden. Die Bestimmung der drei Allergene mittels LC-MS/MS als alternative Nachweismethode wird derzeit in der Routine noch nicht für praktikabel angesehen. Referenzmaterialien für Kasein unabhängig vom ELISA-Kit sind dem Gremium nicht

bekannt. Vollei und Milchpulver sind als NIST (National Institute of Standards and Technology)-Materialien verfügbar.

In welchem Maße Pflanzenproteine als alternative Schönungsmittel eingesetzt werden, ist nicht bekannt. Des Weiteren sind Lupinen- und Erbseneiweiße im Normalfall nicht so rein wie die oben genannten Allergene tierischer Herkunft bzw. werden bei höherer Reinheit teurer.

**Elektrodialyse:** Kann man die Elektrodialyse zur Weinsteinstabilisierung von Traubensaft als ein übliches physikalisches Verfahren bezeichnen?

Die Elektrodialyse wird zur Weinsteinstabilisierung bei Wein angewendet. Das Verfahren zur Abtrennung von Kaliumtartrat wird als schnell und effektiv, aber auch als unspezifisch angesehen. Gerade bei der Anwendung im Traubensaft besteht die Möglichkeit, dass neben Kaliumtartrat andere Bestandteile des Saftes, zum Beispiel Magnesium, abgetrennt werden. Das hat neben einer möglichen Verarmung des Produktes an Mineralstoffen auch den Nachteil, dass verschiedene Parameter der Authentifizierung nicht mehr angewendet werden können. Das Gremium weist darauf hin, dass ein Verfahren mit einer neuen Matrix zunächst erprobt und die durch die Elektrodialyse hervorgerufenen chemischen Veränderungen des Produktes definiert werden müssen, bevor es als „üblich/unüblich“ eingestuft werden kann. Ionenaustauscher werden als Alternativmethode benannt.

Das Gremium ist sich einig, dass bei der Matrix Fruchtsaft für die Bezeichnung der Elektrodialyse als „übliches“ Verfahren Zurückhaltung geboten ist.

**SO<sub>2</sub>-Methode IFU 7A:** Wirklich anwendbar für den Grenzbereich 10mg/l?

Es wird berichtet, dass die Methode 7a der Internationalen Fruchtsaftunion (IFU) zur Bestimmung von SO<sub>2</sub> in Fruchtsaft trotz verschiedener Modifikationen des Versuchsprotokolls (u. a. Ölbad, festgelegte Destillationszeiten) in der Routineanalytik im Gegensatz zu den erzielten Werten im Ringversuch weiterhin ungenaue Messergebnisse, vor allem im Bereich des Grenzwertes um 10 mg/L, erzielen kann.

Es besteht die Auffassung, dass die Methode bei der IFU sehr gut beschrieben ist und prinzipiell für die Analyse von SO<sub>2</sub> im Saft geeignet ist. Um die Schwierigkeiten bei der Bestimmung im Bereich von 10 mg/L SO<sub>2</sub> in der Routine feststellen zu können, wird ein praktischer Austausch über die Anwendung der Methode als sinnvoll angesehen.

Das Gremium vertagt die Diskussion um die IFU SO<sub>2</sub>-Methode, bis weitere Erkenntnisse hinsichtlich ihrer Durchführbarkeit in der Routine vorliegen.

**Stickstoffisotopenanalytik zur Bewertung biologisch hergestellter Lebensmittel:**  
Gibt es Erfahrungen mit der Bewertung von Stickstoffisotopenanalysen?

Ob ein Lebensmittel unter ökologischen oder konventionellen Bedingungen hergestellt wurde, wird derzeit im Wesentlichen über die Zertifizierung der Bioprodukte indiziert. Für die Authentizitätsprüfung der Herstellungsbedingungen sind objektivierbare Kriterien gefragt. Dabei wird ein großer Forschungsbedarf in der Entwicklung geeigneter Analysemethoden gesehen. Ein Ansatz ist die Stabilisotopenanalytik. Über die Stabilisotopenverhältnisse der

Bioelemente ist der Nachweis von Eiern mit Bioqualität gelungen, wobei vor allem das  $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ -Verhältnis Auskunft über ökologische Haltungsbedingungen lieferte (<http://www.bundesprogramm-oekolandbau.de/forschungsmanagement/projektliste/oekonomie/?fkz=02OE542&pos=736>).

Die Übertragbarkeit auf andere Matrices, wie Wein oder Saft, ist derzeit noch schwierig, zumal diese Erzeugnisse nur wenig Stickstoff enthalten. Das Gremium stellt fest, dass zum aktuellen Zeitpunkt keine eindeutigen Aussagen getroffen werden können und zunächst Erkenntnisse und Ergebnisse zusammengetragen werden müssen. Das Thema wird daher auf die nächste Sitzung vertagt.

### **Beurteilung von Eiswein – aktueller Sachstand**

Es wird über den Sachstand zur Beurteilung von Eiswein berichtet. Anlass gaben zahlreiche Beanstandungen bei Eiswein des 2011er Jahrgangs in Rheinland-Pfalz. Aufgrund des sehr milden Winters mit zusätzlich hohem Niederschlag in 2011/12 kam es zu erhöhtem Pilzbefall in Trauben, die für die Herstellung von Eiswein vorgesehen waren. Es wären dauerhaft erheblich niedrigere Temperaturen nötig gewesen, um die Verarbeitung eines vom Stock bis zur Presse gefrorenen Traubenmaterials zu gewährleisten. Einigen zur Qualitätsweinprüfung angestellten Eisweinen wurde deshalb das Prädikat versagt.

### **Meldepflicht von Laboratorien – Klärung der Sachlage:** Was und wann müssen die Laboratorien im Wein- und Fruchtsaftbereich den Behörden melden?

Im Zusammenhang mit dem Dioxin-Skandal (2010/2011) wurde die Meldepflicht bei Grenzwertüberschreitungen in Lebensmitteln vom Hersteller auf Prüflaboratorien erweitert (siehe §44 (4a) Lebensmittel- und Futtermittelgesetzbuch (LFGB)). Im Gremium wird der Gültigkeitsbereich für die Meldepflicht für Wein diskutiert.

### **Weinanalytik mittels NMR – Aktueller Sachstand**

Das Gremium wird in einem Vortrag über den aktuellen Stand zur Entwicklung einer Screening-Methode von Wein hinsichtlich Authentizität informiert. Für die Authentizitätsprüfung werden sowohl multivariate Klassifizierungsmodelle als auch die Quantifizierung von Einzelstoffen genutzt.

Für die Entwicklung einer eigenen Datenbank ist die Einigung auf ein gemeinsames Protokoll zwingend notwendig. Um den Austausch zu verbessern und die nicht-zielgerichtete Weinanalyse mit NMR voranzubringen, wird eine AG mit beteiligten öffentlichen Einrichtungen vorgeschlagen.

### **Überprüfung der Authentizität mittels Profiling:**

Wie kann das Ergebnis einer Authentizitätsprüfung nachvollziehbar und transparent gemacht werden?

Es wird angeregt, dass Kriterien entwickelt werden müssen, um die Authentizität von Weinen mittels Profiling prüfen zu können. Überlegungen sind, den Z-Wert der klassischen Validierung auf ein multivariates Level zu heben, z.B. über die Mahalanobis-Distanz. Weitere wissenschaftliche Arbeiten sind hierzu notwendig.

### **Validierung nicht-zielgerichteter (non-targeted) Analysestrategien?**

- Ein Teilaspekt: Modellvalidierung in der multivariaten Statistik
- Im Rahmen der Überwachung

Für nicht-zielgerichtete Analysestrategien in der Überwachung von Wein können die klassischen Validierungsansätze nicht direkt übernommen werden. In zwei Vorträgen werden verschiedene Aspekte und Problemstellungen der Charakterisierung und Qualitätssicherung nicht-zielgerichteter Analysemethoden vorgestellt. Auch wenn derzeitige Erfahrungen im Food-Screening verstärkt mit NMR gewonnen werden, sind diese Themen nicht nur auf die NMR begrenzt, sondern auch für die nicht-zielgerichtete Analyse mittels FT-IR oder LC-MS im Hinblick auf die Überwachung von Lebensmitteln relevant. Fragen nach der Validierung der multivariaten, statistischen Modelle, der Stabilität dieser Modelle über lange Zeiträume, der Übertragbarkeit der Daten aus verschiedenen Mess- und Probeserien, aber auch aus verschiedenen Laboratorien, die Zurückführbarkeit, Lesbarkeit und Nutzbarkeit der Datenformate wurden aufgezeigt und besprochen.

### **Rebsortendifferenzierung deutscher Weißweine mittels nicht-zielgerichteter Analytik und Statistik zur Mustererkennung**

Es wird ein aktuelles BfR-Projekt zur nicht-zielgerichteten Analytik von Wein vorgestellt. Mit Headspace-GC-MS (HS-GC-MS) wurde das Profil deutscher Weißweine verschiedener Rebsorten untersucht und Klassifizierungsmodelle zur Zuordnung dieser Weine zu ihrer Rebsorte erstellt. Die Verfahrensweise zur nicht-zielgerichteten Analyse mit HS-GC-MS mit anschließender Datenreduktion zur Verbesserung der Modelle wurde vorgestellt. Sie erlaubte eine Diskriminierung von Riesling-Weinen gegenüber Grau- und Weißburgunder Sorten mittels Hauptkomponentenanalyse und *Soft Independent Modeling of Class Analogy* (SIMCA). Mit Hilfe der in der *Partial least squares – discriminant analysis* (PLS-DA) ermittelten, interessanten Variablen konnten Hinweise auf die für die Trennung verantwortlichen Inhaltsstoffe gegeben werden. Eine direkte Erweiterung der Modelle um neue Weinproben ist mit der aktuellen Vorgehensweise nicht möglich.

### **Neuberufung/Termin für die siebte Sitzung**

Die Neuberufung der BfR-Kommission steht im Dezember 2013 an, die Entscheidung über die Kommissionsmitglieder ist im Januar zu erwarten. Die nächste Sitzung soll im April 2014 stattfinden. Der genaue Termin wird noch bekanntgegeben.

### **Sonstiges**

Es werden keine sonstigen Themen behandelt.