



## **AG Stabilisotopenanalytik Jahresbericht 2015**

**Obmann: Prof. Dr. Philipp Weller, Mannheim**

Die Arbeitsgruppe Stabilisotopenanalytik hatte 2015 einen Mitgliederstand von 14 aktiven und 17 korrespondierenden Mitgliedern. Das entspricht einem Gesamtzuwachs von 5 Mitgliedern. Im Berichtsjahr 2015 und den Sitzungen der Arbeitsgruppe, die gemäß eines gemeinsamen Beschlusses von 2014 zwei Mal im Jahr am 9.6.15 und am 17.11.15 stattfanden, wurden folgende Schwerpunktthemen diskutiert und bearbeitet:

### **Erarbeitung von standardisierten Auswerteverfahren und einheitliche Betrachtung der Messunsicherheit**

Die beiden Sitzungen im Jahr 2015 standen unter anderem im Zeichen der Themen Messunsicherheit und vor allem der Frage, in wieweit eine Vereinheitlichung der Auswertung von Stabilisotopendaten möglich sein kann. Am Beispiel des  $\delta^{18}\text{O}$ -Werts von Weinwasser diskutierte die AG rege darüber, ob eine einheitliche Bestimmung und Angabe der Messunsicherheit vorgeschrieben werden soll bzw. kann. Es zeigte sich, dass in der Praxis eine Vielzahl an unterschiedlichen Herangehensweisen existieren, die 2016 grundsätzlich von einem Statistiker evaluiert werden sollen. So soll hier bewertet werden, welche Berechnungsgrundlage der erweiterten Messunsicherheit am sinnvollsten erscheint, denn auch hier wird in Richtlinien und z.B. OIV-Methoden kein einheitliches Vorgehen definiert. Dies ist vor allem im Hinblick auf eine mögliche Beanstandung von Proben im Grenzbereich von hoher Relevanz und hat darüber hinaus einen starken Einfluss auf die „scheinbare“ Qualität einzelner Labore in Ringversuchen, die möglicherweise mit zu kleinen Messunsicherheiten arbeiten.

### **Weiterführung regelmäßiger "kleiner" Proficiency Tests**

Die im Jahr 2012 begonnenen „Kleinen Proficiency Tests (KPTs) waren auch 2014 ein wichtiges Thema der Diskussionen innerhalb der AG. Die KPTs sollen langfristig zur Verbesserung der Vergleichbarkeit der Isotopenmessungen dienen, insbesondere der deutschen Isotopenlabore; derzeit beteiligen sich 10 Labore an diesem Projekt. Die KPTs werden kostenfrei durchgeführt und die Mitwirkung ist jederzeit freiwillig. In Fortführung der Jahre 2012/2013 wurden 2014 weitere Matrices diskutiert und definiert: u.a. Weinwasser für  $\delta^{18}\text{O}$ -Wert und Caseine für  $\delta^{13}\text{C}$ -,  $\delta^{15}\text{N}$ - und  $\delta^{34}\text{S}$ -Werte. Hierzu werden den teilnehmenden Labors entsprechende Proben zur Analyse verschickt, analog zum bisherigen Verfahren.

Als wichtiger Aspekt der Vergleichbarkeit wurde die Probenaufarbeitung diskutiert, da diese einen erheblichen Einfluss auf die Isotopenwerte haben kann und somit zu nicht vergleichbaren Werten führen kann. Dies soll an verschiedenen, gängigen Matrices untersucht werden. Als erste Prozedur soll die Entfettung untersucht werden, da hierbei signifikante Einflüsse auf den  $\delta^{13}\text{C}$ -Wert zu beobachten sind. Hierzu soll Maismehl als erste Versuchsmatrix dienen.

Die bisher durchgeführten KPTs zeigen nach wie vor eine relativ gute Vergleichbarkeit der einzelnen Labors, allerdings machen sie auch deutlich, wie wichtig eine möglichst gleiche Aufarbeitung und Probenvorbereitung für die Isotopenwerte ist.

### **Status Aufbau onlineverfügbarer Datenbank für Stabilisotopenwerte von Inhaltsstoffen verschiedener Lebensmittel**

Die im Jahre 2013 begonnene und 2014/2015 weiter geführte Datenbanklösung auf Excel-Basis war Gegenstand beider Sitzungen, wobei sich zeigte, dass sich aufgrund der Vielzahl an Methoden, Analyseprozessen und daraus folgenden Unterschieden in der Datenbewertung ein

bisher nicht berücksichtigter Faktor an Komplexität ergab. Problematisch war hierbei vor allem, dass die Daten aufgrund nicht vollständig einheitlicher Prozesse nicht direkt vergleichbar waren oder sogar nicht mittels der Standard-Eingabemaske erfasst werden konnten. Die AG diskutierte über Entwicklung einer angepassten Datenbank, kam aber zum Schluss, dass dies aufgrund der signifikanten Kosten von mehreren 10k EUR zunächst einmal nicht wie geplant für alle Produktgruppen realisierbar sein kann. Als Startpunkt wurde daher für 2016 Milch als ein einzelnes Produkt definiert, bei dem derzeit 5 Labore in einem AG-Projekt Methoden und Prozesse abgleichen und Daten für die Datenbank erzeugen werden. Hierbei soll auf standardisierte Produkte, wie UHT-Milch zurückgegriffen werden und im Rahmen dieses kleinen Proficiency-Tests (KPT) neben der Milch auch ein Butterschmalz zur Ermittlung der Vergleichbarkeit von Butterfett mit vermessen werden. Casein wird bereits seit längerem im KPT untersucht.

### **Erstellung einer gemeinsamen Methodensammlung für zukünftige Empfehlungen**

Im Rahmen des Abgleiches der Methoden für den Aufbau der Isotopen-Datenbank von ausgewählten Produkten zeigte sich außerdem sehr deutlich dass aufgrund der zum Teil unterschiedlichen Anforderungen auch unterschiedliche Untersuchungsmethoden verwendet und dadurch zum Teil unterschiedliche Probenmatrices gemessen werden (Bsp. Spargel: Protein oder Cellulose). Dadurch ist die Vergleichbarkeit und die Auswertung der Daten nur bedingt möglich. Dies ist vor allem im Hinblick darauf relevant, als dass sowohl bei den KPTs als auch bei Vergleichsuntersuchungen von z.B. PTS Eurofins messfertige Probenmatrices versandt werden. Die Anlage einer Methodensammlung für die Untersuchung von Lebensmitteln mittels Stabilisotopenanalyse wurde in der AG als sinnvoll erachtet, mit dem Ziel gemeinsam etablierte Methoden zu publizieren. Der Grundstein hierzu soll im Rahmen des Milchprojekts gelegt werden, ebenso haben sich die Labore der Lebensmittelüberwachung auf eine gemeinsame Methode für die Untersuchung von Eiern geeinigt. Die Ergebnisse hierzu sollen 2016 vorgestellt werden.

### **Einsatz stabiler Isotope zur Differenzierung von konventionellem und ökologischer Anbau/Lebensmittelproduktion, sowie Authentizität von Aromen.**

Nach wie vor ist das Interesse nach biologisch erzeugten Produkten ist nach wie vor ungebrochen und hat damit zu einer drastischen Zunahme des Handels mit Bioprodukten geführt. Die analytische Differenzierung zwischen konventioneller und biologisch produzierter Ware ist nach wie vor komplex und nicht grundsätzlich bei allen Produkten möglich. Im Rahmen von mehreren Projektarbeiten wurden Möglichkeiten und Grenzen zur Authentifizierung von Lebensmitteln und Aromastoffen evaluiert. Es zeigte sich, dass hier noch viel Bedarf an Forschung und Weiterentwicklung herrscht. Die Einbeziehung von Parametern, die aus anderen, orthogonalen Analyse-verfahren, wie z.B. der GC-MS von Minorcomponenten in Milch, gewonnen werden, erscheint hierbei sinnvoll.