

# Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

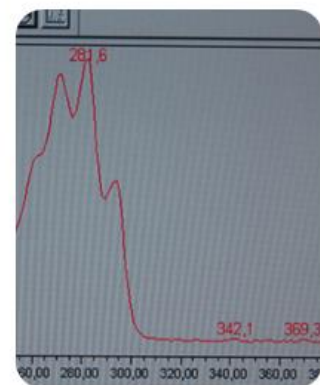
## Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen



### Zentrale Analytik



### AQU



# Jahresbericht 2013

## **Impressum**

Herausgeber: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL)  
Vöttinger Straße 38, 85354 Freising-Weißenstephan  
Internet: [www.LfL.bayern.de](http://www.LfL.bayern.de)

Redaktion: Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen  
Lange Point 4, 85354 Freising  
E-Mail: [AQU@LfL.bayern.de](mailto:AQU@LfL.bayern.de)  
Telefon: 08161/71-3600

Auflage: Juli 2014

Druck: Abteilung Information und Wissensmanagement

© LfL



**LfL**

Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

## **Jahresbericht 2013**

Marion Berndt  
Katrin Fischer-Kaiser  
Rudolf Füglein  
Günter Henkelmann  
Michael Lebuhn  
Sabine Mikolajewski  
Claudia Reinhardt  
Johann Rieder  
Manfred Schuster  
Gerhard Strauß



# Inhalt

	Seite
<b>Vorwort</b> .....	<b>7</b>
<b>1 Organisation</b> .....	<b>9</b>
1.1 Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft .....	9
1.2 Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen .....	10
1.2.1 Ziele und Aufgaben .....	11
1.2.2 Verabschiedung des langjährigen Abteilungsleiters Dr. Richard Ellner.....	13
<b>2 Daueraufgaben und Projekte</b> .....	<b>15</b>
2.1 Analysenüberblick.....	15
2.2 Qualitätssicherung in AQU .....	18
2.2.1 Teilnahme von AQU-Laboren an Ringversuchen zur Qualitätssicherung und Methodenentwicklung .....	18
2.3 Ergebnisse aus Daueraufgaben und Projekten .....	21
2.3.1 Notifizierung im Vollzug des Abfallrechts .....	21
2.3.2 Fortschreibung der Liste mit zugelassenen „Gülle-Laboren“ für das Kulturlandschaftsprogramm (KULAP).....	24
2.3.3 Durchführung des Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜR-V-A) als Grundlage für die Notifizierung von Laboren im Vollzug des Abfallrechts .....	25
2.3.4 Qualitätssicherung zur Absicherung der Beratungsaufgaben des LKP – Grundlagen für die Düngeberatung.....	27
2.3.5 Der LÜR-V-A Klärschlamm 2013 als Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall .....	30
2.3.6 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittel- verkehrskontrolle.....	33
2.3.7 Deoxynivalenol-Monitoring von bayerischem Wintergetreide der Ernte 2013 .....	35
2.3.8 Überwachung des Ausbringungsverbots für Neonikotinoide an Körnermais 2013 .....	39
2.3.9 Inhaltsstoffe von Heilpflanzen: Dünnschichtchromatographische Untersuchung eines unbekanntes Inhaltsstoffes von <i>Valeriana officinalis</i> .....	41
2.3.10 Chlorogensäuren in <i>Artemisia scoparia</i> .....	43
2.3.11 Inhaltsstoffe von Heilpflanzen: Malonylstragalosid I in <i>Astragalus mongholicus</i> .....	49
2.3.12 Analysen zur Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2013 .....	52

---

2.3.13	Untersuchung einer Atrazin enthaltenden Bodenprobe mit unterschiedlichen Extraktionsmethoden.....	53
2.3.14	Bestimmung von Typ-A Trichotheceen mit dem Verdampfungs-Lichtstreuendetektor.....	57
2.3.15	Mikrobiologische Prozessoptimierung in der Biogastechnologie – Diagnostik der mikrobiellen Populationen und Identifizierung von Schlüsselorganismen in Biogas-Fermentern .....	60
2.3.16	Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen .....	63
2.3.17	Untersuchungen zum Einfluss der Stärkezusammensetzung auf die Backqualität.....	66
2.3.18	Die LfL unterstützt die Freisinger Tafel.....	68
2.3.19	Qualitätssteigerung von Laboruntersuchungen durch Ringversuche.....	70
2.3.20	Futtermittelanalytik für das Versuchswesen .....	73
2.3.21	Untersuchungen zur Qualität tierischer Produkte .....	80
2.3.22	Untersuchungen im LKV-Futtermittellabor - Grundlagen für die Fütterungsberatung in Bayern .....	83
2.3.23	Aufbau einer online Futtermittel- und Substratdatenbank zur Sicherung einer nachhaltigen Tierproduktion und Landnutzung in Bayern (Teilprojekte Praefekt Rohdatenmanagementsystem und NeoFulab Datenbank mit webbasierter Probenanmeldung) .....	90
<b>3</b>	<b>Ausbildung in AQU .....</b>	<b>93</b>
3.1	Chemielaborant/in - ein Lehrberuf an der LfL.....	93
<b>4</b>	<b>Veröffentlichungen und Fachinformationen .....</b>	<b>95</b>
4.1	Veröffentlichungen.....	95
4.2	Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen.....	97
4.2.1	Tagungen.....	97
4.2.2	Vorträge.....	97
4.2.3	Führungen.....	102
4.2.4	Diplomarbeiten und Dissertationen.....	103
4.2.5	Aus- und Fortbildung .....	103

## Vorwort

Ein wesentliches Element unserer naturwissenschaftlich und ökonomisch geprägten Landwirtschaft stellt die Analytik dar. Analysergebnisse dienen der praktischen Landwirtschaft, der angewandten Forschung sowie der fachlichen Beratung und gehen ein in Düngeempfehlungen, Fütterungsempfehlungen, Bewertung von Energieträgern oder Empfehlungen zum Einsatz von Pflanzenschutzmaßnahmen.

Die Analytik hat sich damit zu einem wichtigen Grundpfeiler der leistungsorientierten modernen Landwirtschaft entwickelt.



So wie jeder technische Bereich hat auch die Laboranalytik in den letzten Jahrzehnten eine geradezu atemberaubende Entwicklung durchgemacht. Im Fokus stand auch hier, die Analytik kostengünstiger, schneller, leistungsfähiger und breitgefächerter zu machen. Bei vielen Fragestellungen ist die klassische nasschemische Analytik zeit- und kostensparenden Schnellmethoden gewichen: Verfahren wie die Nah-Infra-Rot-Spektroskopie (NIRS) werden beispielsweise für die Bestimmung von Inhaltsstoffen, die Röntgenfluoreszenzspektroskopie für die Mineralstoffuntersuchung und immunologische bzw. molekularbiologische Techniken zum Nachweis von Mykotoxinen oder Krankheitserregern eingesetzt. Gleichzeitig sind die klassischen Verfahren als Referenzmethoden für die Boden-, Pflanzeninhaltsstoff- oder Futterwertuntersuchung im analytischen Labor nach wie vor unabdingbar.

Unsere Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen – AQU – ist damit kontinuierlich gefordert, innerhalb der LfL den gesteigerten Analysenbedarf durch die Erweiterung des Spektrums an neuen Analyseverfahren, Techniken und Parametern für die Institute angemessen – mit hoher Analysenqualität – abzudecken. Hier kommen qualifizierte Mitarbeiter, moderne Analysengeräte, zeitgemäße Methoden, hohe Qualitätsstandards und eine leistungsfähige Datenverarbeitung zum Einsatz. Die Abteilung bearbeitete in 2013 über 150.000 Proben mit fast 1,2 Millionen Einzeluntersuchungsergebnissen.

AQU ist innerhalb der LfL darüber hinaus maßgeblich für die Umsetzung allgemein anerkannter Qualitätssicherungsmaßnahmen beteiligt. Hier werden im Hinblick auf die Akkreditierung gemäß DIN EN ISO 17025 von AQU analytische Labors an verschiedenen Standorten der LfL betreut.

Organisatorisch war das Jahr 2013 geprägt durch den Wechsel von Dr. Richard Ellner in den Ruhestand, der die Abteilung seit 2007 geleitet hatte. Dr. Manfred Schuster übernahm ab Juni kommissarisch die Leitung der Abteilung.

Mit dem vorliegenden Jahresbericht möchten wir Ihnen einen Überblick geben über die im letzten Jahr bearbeiteten Schwerpunktthemen und Aktivitäten in der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen vermitteln. Allen internen und externen Kooperationspartnern möchte ich an dieser Stelle für die vertrauensvolle, konstruktive und erfolgreiche Zusammenarbeit danken.

Mein besonderer Dank gilt allen Mitarbeitern der Abteilung für das große Engagement und die hervorragenden Leistungen.

Freising im Juni 2013

Dr. Gerhard Strauß  
Abteilungsleiter





# 1 Organisation

## 1.1 Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft

Die Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL) ist eine dem Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten unmittelbar nachgeordnete Behörde, die im Jahr 2003 aus verschiedenen selbständigen Einrichtungen und Behörden gegründet wurde (Abbildung 1). Aufgabengebiete der LfL sind Hoheits- und Fördervollzug, anwendungsorientierte Forschung, Ausbildung und Beratung für die bayerische Land- und Ernährungswirtschaft.

Die Aufgabengebiete und die fachliche Ausrichtung – Agrarökologie, Pflanzenbau, Pflanzenschutz, Tierzucht, Tierernährung, Fischerei, Landtechnik, Tierhaltung, Agrarökonomik, Ernährung und Markt – bestimmen die organisatorische Gliederung der Institute.

Die Abteilungen sind Dienstleister, die einerseits die Institute bei ihren Projekten und Aufgaben unterstützen und andererseits mit Aufgaben in eigener Zuständigkeit nach außen wirken. Das Kompetenzzentrum für Ernährung (KErn) ist der Landesanstalt verwaltungstechnisch angegliedert.

Die Führungsebene besteht aus dem Präsidenten, dem Präsidium und der Leitungskonferenz, die gemeinsam mit der Stabsstelle als Controlling-Einrichtung und dem Verwaltungsrat mit dem wissenschaftlich-technischen Beirat die Leitlinien der LfL mit verantworten.

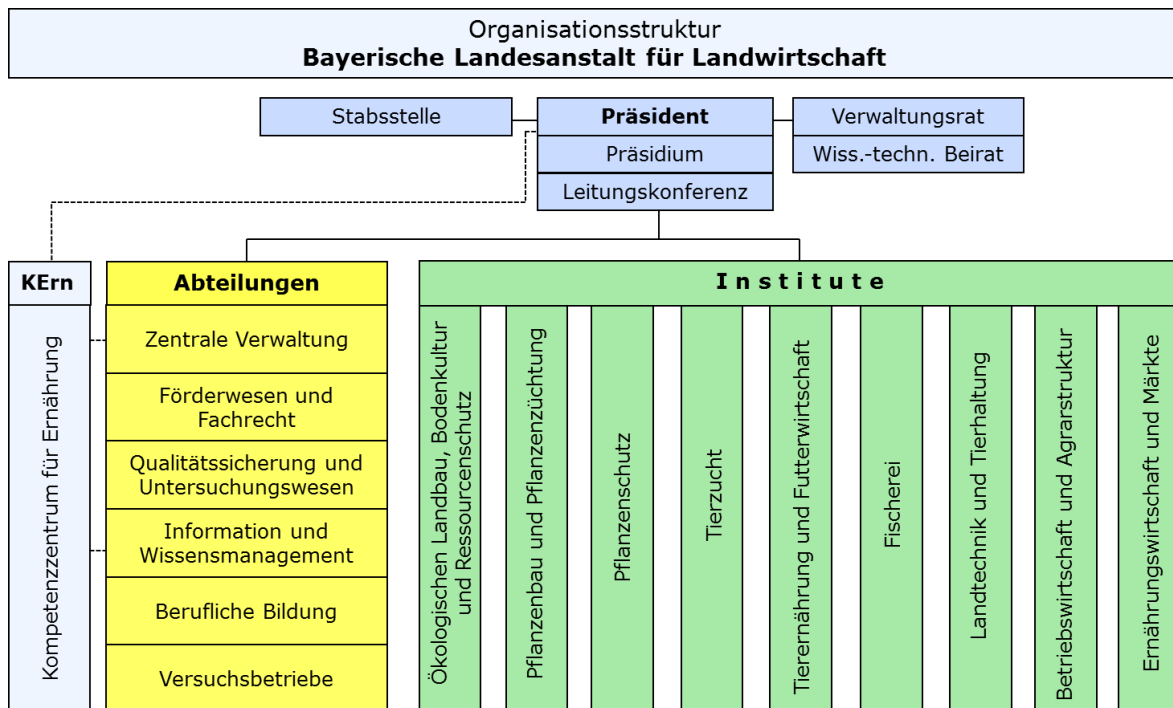


Abb. 1: Organigramm der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL).

## 1.2 Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU) ist gegliedert in die Abteilungsleitung und in drei Sachgebiete (Abbildung 2). Der Standort der Abteilungsleitung und der Sachgebiete AQU 1 und 2 ist Freising und der von AQU 3 ist Grub/Poing (Abbildung 3). In Freising befinden sich die Laborkapazitäten für die Pflanzenproduktion i. w. S., also die Matrices: Boden, Dünger, Pflanze und Reststoffe. Im Labor in Grub wird das Probenmaterial aus dem tierischen Bereich bearbeitet und deckt damit den Analysenbedarf für die Futterwirtschaft, Tierernährung, Tierhaltung und Tierzucht ab.



Abb. 2: Organisationsstruktur der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU).



Abb. 3: Laborstandort Freising, linkes Bild (AQU 1 und 2, Anschrift: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft, AQU, Lange Point 4, D-85354 Freising-Weihenstephan) und Laborstandort Grub, rechtes Bild (AQU 3, Anschrift: Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft, AQU, Prof.-Zorn-Straße 20 c, D-85586 Grub).

### 1.2.1 Ziele und Aufgaben

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen – AQU – beschäftigt sich mit allen wesentlichen analytischen Fragestellungen innerhalb der LfL. Die Analysenergebnisse der Labore in Freising und Grub gehen ein in die angewandte Forschung, die fachliche Beratung sowie die praktische Landwirtschaft (Abbildung 4) und repräsentieren damit einen wesentlichen Bestandteil der Arbeit der Institute und damit der LfL.



*Abb. 4: Weizenkörner. Die Bestimmung der Qualität von Getreide ist ein wesentliches Aufgabengebiet von AQU*

Die Ziele von AQU werden definiert aus der Stellung der Abteilung innerhalb der LfL als Kompetenzzentrum für Analytik und Qualitätssicherung:

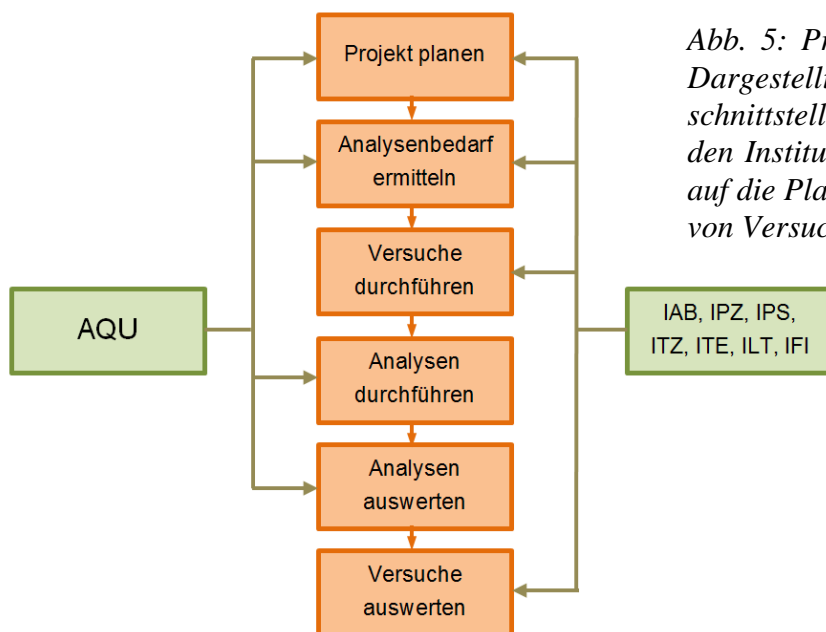
- Analytik von Boden- und Pflanzenproben, Futtermitteln, tierischen Produkten, Düngemitteln und Siedlungsabfällen im Vollzug von Hoheitsaufgaben,
- Qualitätsuntersuchungen und Analysen für die Institute der Landesanstalt, für Selbsthilfeeinrichtungen der bayerischen Landwirtschaft und andere Wirtschaftsbeteiligte,
- Projektforschung in der Analytik in eigener Verantwortung oder in Zusammenarbeit mit internen und externen Partnern,
- Anpassung von Analysenverfahren im Hinblick auf technischen Fortschritt oder auftragsspezifische Anforderungen,
- Notifizierung von externen Laboren im Vollzug der Klärschlamm-, Bioabfall- und Düngeverordnung,
- Etablierung von Qualitätssicherungsmaßnahmen bzw. der Akkreditierung gemäß DIN EN ISO 17025,
- Zusammenarbeit mit Fachbehörden, Forschungseinrichtungen und Verbänden in analytisch-methodischen Fragestellungen,
- Ausbildung von Chemielaboranten im eigenen Bereich und in Zusammenarbeit mit den LfL-Instituten.

Das Aufgabenspektrum der Abteilung ergibt sich aus:

- dem Hoheitsvollzug in eigener Zuständigkeit, der insbesondere im Bereich des Abfallrechts (Notifizierungsstelle) wahrgenommen wird,
- der Analytik im Vollzug der Düngeverordnung und des Pflanzenschutzmittelrechts. Den zuständigen Instituten der LfL werden die Analysendaten von AQU zur Verfügung gestellt. Daneben wird Amtshilfe auch für das Bundessortenamt und andere nationale Prüfstellen geleistet,
- dem Analysenbedarf der LfL-Institute, insbesondere der Institute für Ökologischen Landbau, Agrarökologie und Bodenschutz (IAB), für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung (IPZ), für Pflanzenschutz (IPS), für Tierzucht (ITZ), für Tierernährung und Futtermittelwirtschaft (ITE), für Landtechnik und Tierhaltung (ILT) und für Fischerei (IFI),
- der Betreuung von analytischen Laboratorien im Bereich der LfL im Hinblick auf die Umsetzung von Qualitätssicherungsmaßnahmen bzw. der Akkreditierung gemäß DIN EN ISO 17025,

- der Einbindung von AQU in zahlreiche Forschungsprojekte, Monitoring- und Versuchsprogramme der Institute,
- den mikro- und molekularbiologischen Forschungsprojekten hinsichtlich einer Prozessoptimierung der Biogastechnologie,
- dem Analysenbedarf der bayerischen Selbsthilfeeinrichtungen der Landwirtschaft (LKP, LKV). AQU erbringt grundlegende Leistungen im Sinne der Qualitätssicherung der landwirtschaftlichen Produktion. Dabei wird die Fachkompetenz privater Labore durch Ringversuche, Probennachkontrollen und Laborüberwachung sichergestellt bzw. die Fachaufsicht über ein dem Sachgebiet AQU 3 angeschlossenes Futtermittel-labor des LKV ausgeübt.

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen ist durch die Probenanalysen auf verschiedenen Ebenen in Teilprozesse innerhalb der Versuchstätigkeit der LfL-Institute eingebunden. Als zentraler Analytik-Dienstleister ist AQU an wesentlichen Prozessschnittstellen angebunden (Abbildung 5), wodurch eine effiziente Nutzung der Laborkapazitäten bei AQU mittels zielführender Kommunikation und angemessener Abstimmung mit den Instituten möglich ist.



*Abb. 5: Projektarbeit an der LfL. Dargestellt sind die Prozessschnittstellen zwischen AQU und den Instituten der LfL im Hinblick auf die Planung und Durchführung von Versuchen bzw. Analysen.*

Seitens AQU erfolgt keine Akquisition von Analysenaufträgen außerhalb der LfL, es werden also keine Untersuchungsaufträge von Landwirten, Verbrauchern oder Firmen ausgeführt. Die Analysenkapazitäten werden damit vorwiegend durch die Institute der LfL sowie durch die bayerischen Selbsthilfeeinrichtungen der Landwirtschaft genutzt. Ausnahmen werden nur in begründeten Fällen gemacht oder wenn Privatlabore mangels Methodenkompetenz nicht in Anspruch genommen werden können, die Untersuchungen jedoch im allgemeinen Interesse sind. Ein solcher Fall sind z.B. die Brau- und Backqualitätsuntersuchungen für die bayerischen Pflanzenzüchter.

## 1.2.2 Verabschiedung des langjährigen Abteilungsleiters Dr. Richard Ellner

Im Rahmen einer Feier verabschiedete sich am 08.05.2013 der Leiter der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen, LL.D. Dr. Richard Ellner (Abbildung 6) in den Ruhestand.

Herr Dr. Ellner studierte an der TU München Weihenstephan Agrarwissenschaften, Fachrichtung Milchwissenschaften. Seine Promotion über die „Taxonomie der Propionsäurebakterien unter Berücksichtigung der Nachgärung bei Emmentaler Käse“ fertigte er unter Prof. Dr. Busse an der Süddeutschen Versuchs- und Forschungsanstalt für Milchwirtschaft an. Im Anschluss daran arbeitete er als Laborleiter bei der Firma Käseerei Champignon und konnte dort Berufserfahrung in der freien Wirtschaft sammeln.



*Abb. 6: Dr. Ellner bei seiner Verabschiedung am 08.05.2013*

Von 1978 bis Juli 1980 absolvierte er das Referendariat mit Staatsexamen und begann im Anschluss daran eine Tätigkeit an der Staatlichen Lehr- und Versuchsanstalt für Milchwirtschaft und Molkereiwesen in Triesdorf. Dort war er u.a. in der Ausbildung und in den Prüfungsausschüssen für Milchwirtschaftliche Laboranten und Molkereifachleute tätig. In dieser Zeit trat er der Fachgruppe Milch des VDLUFA bei, deren Mikrobiologischen Arbeitskreis er dann leitete. Im Arbeitskreis leistete er wertvolle methodische Arbeit für das VDLUFA-Methodenbuch Milch.

Sein Interesse an Themen der Entwicklungszusammenarbeit veranlasste Dr. Ellner, von 1989 bis 1992 im Auftrag des Deutschen Akademischen Austauschdienstes (DAAD) an die Universität von Costa Rica zu gehen und dort eine Langzeitdozentur an der Fakultät für Mikrobiologie und am Forschungszentrum für Lebensmitteltechnologie wahrzunehmen. Nach seiner Rückkehr arbeitete er ein Jahr an der Landesanstalt für Ernährung in München, bevor er nochmals nach Franken an die Staatliche Lehr- und Versuchsanstalt für Milchwirtschaft in Triesdorf ging. Dort leitete er das chemische und mikrobiologische Labor, das er auf die Akkreditierung vorbereitete.

In den Folgejahren hielt er weitere DAAD Gastdozenturen in Panama, Costa Rica und El Salvador und sicherte damit die Nachhaltigkeit seiner Aktivitäten aus der Langzeitdozentur. Die Arbeitsschwerpunkte lagen auf den Gebieten Mikrobiologie und Qualitätssicherung in der Milchverarbeitung. Neben diesen Aktivitäten war Dr. Ellner über 18 Jahre Leiter der Käseprüfung der Deutschen Landwirtschaftsgesellschaft e.V. (DLG) und engagierte sich bei der DLG in verschiedenen Gremien und in der Weiterentwicklung von sensorischen Prüfmethoden. Dafür zeichnete ihn im Jahr 2008 die DLG mit der Max-Eyth-Denkmedaille in Silber aus. Als anerkannter Sensorikexperte wurde er mehrfach zu den Käseweltmeisterschaften nach Wisconsin (USA), Frankreich und in die Schweiz eingeladen.

1996 kehrte Dr. Ellner an die Landesanstalt für Ernährung zurück und leitete das Sachgebiet für Milchwirtschaft, Qualitätsprüfungen und milchwirtschaftliche Statistik. Mit der

Neuorganisation der Landesanstalt im Jahre 2003 übernahm er im Institut für Ernährungswirtschaft und Markt (IEM) neben der Sachgebietsleitung zusätzlich die Funktion eines Qualitätsmanagementbeauftragten und bereitete das Institut auf die Zertifizierung nach DIN ISO 9001 vor. Im Bereich der Ausbildung des milchwirtschaftlichen Nachwuchses war er Vorsitzender der Prüfungsausschüsse für Molkereitechniker und Landwirtschaftlich technische Assistenten.

Zum 01.04.2007 wurde Dr. Ellner zum Leiter der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen berufen. Zielstrebig gestaltete er die Organisation der Abteilung neu und integrierte zwei Aufgabenbereiche: Mikro- und Molekularbiologie sowie Qualität von Prozessstoffen der Bioenergie. Die Zusammenlegung von Sachgebieten und Untergliederung in Aufgabenbereiche brachte eine größere Flexibilität im inneren Dienstbetrieb. Darüber hinaus wurden verschiedene Sonderfunktionen klar zugeordnet.

Dr. Ellner war maßgeblich an der Neufassung des „Fachmoduls Abfall“ und der Neuorganisation des länderübergreifenden Ringversuchs Klärschlamm beteiligt, mit dem Ziel, einer bundesweit einheitlichen Regelung und verwaltungstechnischer Vereinfachung. Mit der erfolgreichen Reakkreditierung der Düngemittelanalytik und der Neuakkreditierung der Aufgabenbereiche Mykotoxin-, Brauqualitäts- und Futtermittelanalytik im Dezember 2012 setzte Dr. Ellner einen neuen Qualitätsstandard im Untersuchungswesen der LfL (Abbildungen 7 und 8).

Wir bedanken uns für die stets kollegiale Zusammenarbeit und wünschen Herrn Dr. Ellner viel Erfolg bei einer weiteren DAAD-Kurzzeitdozentur an der Universität von Costa Rica, viel Gesundheit und Elan für seine sportlichen Aktivitäten. Vor allem wünschen wir ihm viele glückliche Jahre im Kreise seiner Familie und Freunde.

Autor:

Dr. M. Schuster



Abb. 7: Akkreditierungssymbol der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS). Die Akkreditierung gilt für die in der Anlage zur Akkreditierungsurkunde aufgeführten Prüfverfahren



Abb. 8: Kleinmälzerei in AQU. Die Untersuchungen zur Bewertung der Gerstenmalzqualität werden mit akkreditierten Methoden durchgeführt.

## 2 Daueraufgaben und Projekte

### 2.1 Analysenüberblick

Mit insgesamt 129.123 Proben und 930.934 Analysenwerten (Tabellen 1 und 2) wurde auch im Jahr 2013 die Analysenleistung von AQU stark nachgefragt.

Die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen liefert mit ihren Analysenwerten eine umfangreiche Datenbasis für alle Interessensbereiche der bayerischen Landwirtschaft. Als zentraler Analytik-Dienstleister fungiert AQU mit diesem Zahlenmaterial aus den Gebieten Boden, Dünger, Pflanze und Tier als wesentliche Schnittstelle innerhalb der LfL (Abbildung 9).



Abb. 9: Typische Probenmaterialien im analytischen Labor im vermahlenden und unvermahlenden Zustand

Die Anzahl der bei AQU analysierten Proben hat sich im Vergleich zum Jahr 2012 weiter erhöht, was insbesondere auf Drittmittelprojekte zurückzuführen war. Die Kapazitätssteigerung war im Wesentlichen auf die vermehrte Anwendung spektroskopischer Schnellmethoden zurückzuführen. Zusätzlich zu den in Tabelle 1 aufgeführten Proben wurden im Aufgabenbereich AQU 1c (Mikro- und Molekularbiologie) ca. 500 Proben im Rahmen von Forschungsprojekten zur Biogasprozessoptimierung untersucht.

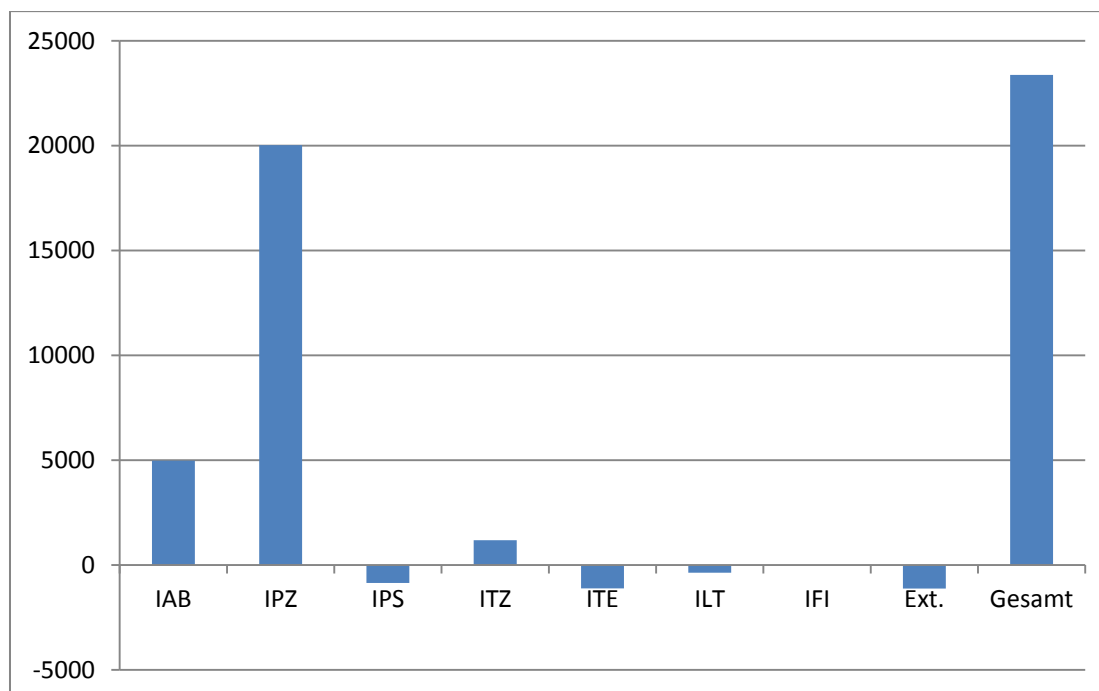


Abb. 10: Veränderungen der Probenzahlen bei AQU im Jahr 2013 im Vergleich zum Vorjahr und in Bezug auf die Herkunft innerhalb der LfL

Tab. 1: Probenzahlen. Übersicht zu Probenart und –herkunft von AQU-Proben 2013

Probenart: Untersuchungsart Probenmatrix	Probenherkunft				gesamt
	LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	
	Hoheits- vollzug	Dauer- aufgaben	Drittmit- tel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	518	13.143	635	1.673	15.969
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffel	320	1872	160	0	2.352
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	0	51.354	19.472	4.003	74.829
Untersuchung der Futtermittel- qualität	0	28.249	1.103	497	29.849 <sup>1)</sup>
Untersuchungen der Qualität tierischer Erzeugnisse	5.016	324	656	128	6.124
<b>gesamt</b>	<b>5.854</b>	<b>94.942</b>	<b>22.026</b>	<b>6.301</b>	<b>129.123</b>

Tab. 2: Analysenzahlen. Übersicht der Einzelanalysenwerte in AQU im Jahr 2013

Analysenwerte: Probenmatrix	Probenherkunft				gesamt
	LfL-interne Proben aus .....			Proben ex- terner Auf- traggeber	
	Hoheits- vollzug	Dauer- aufgaben	Drittmit- tel- projekten		
Anorganische Untersuchungen – Düngemittel, Böden, Getreide	4.251	30.261	8.447	6.930	49.889
Organische Untersuchungen – Böden, Heilpflanzen, Getreide, Kartoffel	989	4.301	336	0	5.626
Untersuchungen pflanzlicher Rohstoffe und von Bioenergie- Proben	0	369.940	81.455	17.582	468.977
Untersuchung der Futtermittel- qualität	0	344.909	36.480	8.334	389.723 <sup>2)</sup>
Untersuchungen der Qualität tierischer Erzeugnisse	8.103	7.432	1.046	138	16.719
<b>gesamt</b>	<b>13.343</b>	<b>756.843</b>	<b>127.764</b>	<b>32.984</b>	<b>930.934</b>

1) Die Probenzahl beinhalten 24.846 für das LKV analysierte Proben.

2) Die Analysenwerte beinhalten 321.028 dem LKV bereitgestellte Einzelwerte.



Die größten Auftraggeber (Abbildung 10) unter den LfL-Instituten waren IPZ mit 59.830 Proben (2012: 39.810 Proben), gefolgt von IAB mit 22.517 Proben (2012: 17.542 Proben), ITZ mit 6.115 Proben (2012: 4.934 Proben), ITE mit 4.712 Proben (2012: 5.825 Proben) und ILT mit 2.777 (2012: 4.828 Proben). Gemäß ihren Aufgaben und Versuchsanstellungen waren die Institute der LfL an unterschiedlichen Analysengruppen interessiert. Das Spektrum reichte von NIR-Untersuchungen, die mit vergleichsweise geringem Aufwand durchgeführt werden können bis hin zu aufwändigen Verfahren im Bereich der instrumentellen bzw. nasschemischen Analytik.

Innerhalb der LfL nahm die Inanspruchnahme der Analytik zu – was insbesondere auf ein vermehrtes Probenaufkommen seitens IAB und IPZ zurückzuführen war. Die Abnahme der Probenzahlen bei ITE wurde verursacht durch die Verzögerung bei der Durchführung von Verdauungsversuchen am Standort Grub. Die in Kooperation mit dem Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V. (LKV) bei AQU 3 untersuchten Futtermittelprobenzahlen waren dagegen auch im Berichtszeitraum 2013 weiter angestiegen.

Der Anteil externer Proben (Abbildung 11) lag im Jahr 2013 mit 6.301 Proben bei 5 % (Vorjahr 7.671 Proben, 7 %). Die Anzahl der Proben aus dem Vollzug der Düngemittelverkehrs kontrolle und anderer Vollzugsaufgaben betrug 5 % (5.854 Proben). In den Bereich Daueraufgaben und Drittmittelprojekte unter Federführung der Institute fielen 74 % bzw. 17 % der bei AQU untersuchten Proben.

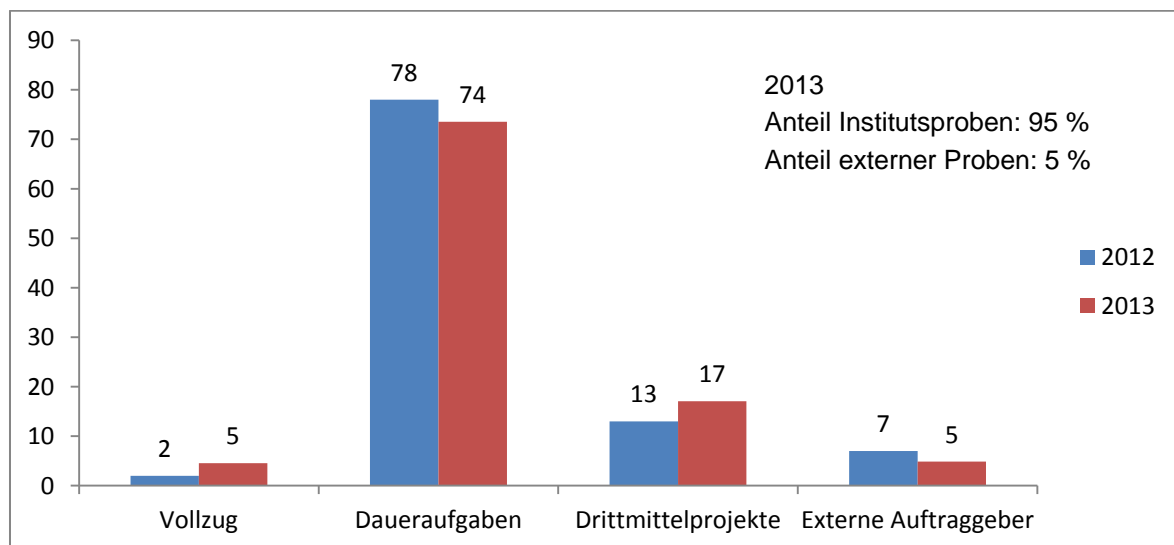


Abb. 11: Übersicht über die Herkunft der in AQU untersuchten Proben in den Jahren 2012 und 2013 (Prozentuale Verteilung: Vollzug, Daueraufgaben, Drittmittelprojekte, externe Proben)

## 2.2 Qualitätssicherung in AQU

### 2.2.1 Teilnahme von AQU-Laboren an Ringversuchen zur Qualitätssicherung und Methodenentwicklung

Zur Validierung und Evaluierung der Analysemethoden in AQU ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen in den unterschiedlichsten Arbeitsbereichen notwendig.

In Tabelle 3 sind die Ringversuche zusammengefasst, an denen die Sachgebiete von AQU teilnahmen. Sie zeigen das breite Analysenspektrum von AQU in unterschiedlichsten Probenmatrices.

Die Ringversuchsteilnahmen erstreckten sich auf die Bereiche Boden, Klärschlamm, Bioabfälle, Pflanzen, Biogassubstrate, Getreide und Futtermittel, in denen unterschiedlichste wertgebende und wertmindernde Inhaltstoffe wie Schwermetalle, Mykotoxine, Pflanzenschutzmittel, Mineralstoffe, Aminosäuren oder Eigenschaften wie Energiegehalt, Malz- und Backqualität untersucht wurden.

Tab. 3: Übersicht hinsichtlich der Teilnahme von AQU-Laboren an Ringversuchen im Jahr 2013

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU 1a	DSN 1: Bestimmung von $N_{\min}$ in Bodenproben	LfL-AQU 1	01/2013
AQU 1a	DSN 2: Bestimmung von $N_{\min}$ in Bodenproben	LfL-AQU 1	02/2013
AQU 1a	VDLUFA Fertilizer Ring Test- EU Q5/2013: "NPK (Mg, S) 12+12+17 (2+8)"	VDLUFA	03/2013
AQU 1a	6. LfL-Biogas-Ringversuch	LfL-AQU 2	04/2013
AQU 1a	Ringuntersuchung (externe Qualitätsprüfung) Gülle 2013	LTZ Augustenberg	05/2013
AQU 1a	LÜRV-A Boden 2013	LTZ Augustenberg	05/2013
AQU 1a	LÜRV-A Klärschlamm 2013	LfL-AQU 1	05/2013
AQU 1a	LÜRV-A Bioabfall 2013 West	Hessisches Landeslabor, Kassel	05/2013
AQU 1a	7. LfL-Biogas-Ringversuch	LfL-AQU 2	11/2013
AQU 1b	DON und ZEA in Getreide	Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR, Großhansdorf (DLA)	01/2013
AQU 1b	DON in Maismehl	The Food and Environment Research Agency, UK (FAPAS)	04/2013
AQU 1b	DON in Frühstückszerealien	FAPAS	06/2013
AQU 1b	T-2, HT-2 in Maismehl	FAPAS	10/2013

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU 1b	DON in Tierfutter	FAPAS	11/2013

AQU 1c	DNA-Extraktionseffizienz und qPCR-Effizienz	BMBF-Verbund Biogas-Marker	08-10/2013
AQU 1c	RNA-Extraktionseffizienz und RT-qPCR-Effizienz	BMBF-Verbund Biogas-Marker	10-12/2013

AQU 2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH (DIGEFA)	02/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	04/2013
AQU 2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH	04/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	04/2013
AQU 2a	Analytik zur Bestimmung der Gerstenqualität, Abgleich der neuen Standards	TU-München	06/2013
AQU 2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH	06/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	06/2013
AQU 2a	Analytik zur Bestimmung der Malzqualität, Neue Malz Standards	TU-München	06/2013
AQU 2a	Getreidestandardisierung	DOEMENS	07/2013
AQU 2a	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH	08/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	08/2013
AQU 2a	Analytik zur Bestimmung der Malzqualität	LLGL Sachsen Anhalt	08/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	10/2013
AQU 2a	Untersuchungen zur Backqualität	AGF	12/2013

AQU 2b	Referenzmethoden Silomais	VDLUFA	07/2013
AQU 2b	Messwertabgleich im NIRS Verbund, Raps	NIRS GmbH Kassel	07/2013

Teilnehmer	Thema des Ringversuchs	Veranstalter	Datum
AQU 2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH	10/2013
AQU 2b	Getreideinhaltsstoffe mittels NIRS/NIT	Detmolder Institut für Getreide- und Fettanalytik GmbH	12/2013
AQU 2c	LfL-Biogas-Ringversuch: <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einsatzstoffe</li> <li>▪ Fermenterinhalt</li> <li>▪ Gärrest (Gasbildung)</li> </ul>	LfL	09/2013

AQU 3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2013 Untersuchung Ferkelaufzuchtfutter, Milchviehfutter (eiweißreiches Ergänzungsfutter), Mineralfutter für Rinder; Untersuchung auf Inhalts- und Zusatzstoffe	VDLUFA, Fachgruppe VI; Durchführung: Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft, BfUL Sachsen, Nossen und Landesbetrieb Hessisches Landeslabor LHL Kassel	01/2013
AQU 3a	IAG Ringtest 2013 for Feedingstuffs Lucernemeal Pellets, Mixed Feed	Österreichische Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit GmbH (AGES)	03/2013
AQU 3a	19. Futtermittelringanalyse 2013 (Sachsen/Thüringen) Untersuchung einer Grassilage auf Inhaltsstoffe	Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft, BfUL Sachsen, Nossen und Landesbetrieb Hessisches Landeslabor, LHL Kassel	05/2013
AQU 3a	VDLUFA Futtermittel-Enquete 2013 Vergleich NIRS - Referenzanalytik; Vergleich RFA - Referenzanalytik Untersuchung einer Grassilage auf Inhaltsstoffe	Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft, BfUL Sachsen, Nossen und Landesbetrieb Hessisches Landeslabor, LHL Kassel	06/2013
AQU 3a	NIRS-Silomaisnetzwerk Ringversuch Silomais 2013 Untersuchung 6 Proben Silomais	VDLUFA Qualitätssicherung NIRS GmbH, Kassel	11/2013

## 2.3 Ergebnisse aus Daueraufgaben und Projekten

### 2.3.1 Notifizierung im Vollzug des Abfallrechts

#### Zielsetzung

Nach der Klärschlamm- und Bioabfallverordnung und dem daraus definierten Fachmodul Abfall (FMA) ist AQU für die Notifizierung von Privatlaboren zuständig, die damit berechtigt sind, Untersuchungsaufträge der Kläranlagenbetreiber, -ausbringer und -abnehmer anzunehmen. Von den Kreisverwaltungsbehörden (Landratsämter) werden Analyseergebnisse im Zusammenhang mit der Klärschlammausbringung nur dann anerkannt, wenn diese von notifizierten Laboren bearbeitet worden sind (Abbildung 12).

Nach Umsetzung der EU-Dienstleistungsrichtlinie, die es seit November 2010 im Vollzug zu berücksichtigen gilt, ist die Notifizierung eines Labors durch die Notifizierungsstelle eines Bundeslandes bundesweit gültig, so dass Gegennotifizierungen nicht mehr erforderlich sind.

#### Methode

In Abbildung 13 sind die wichtigsten Prozessschritte für die Notifizierung durch AQU zusammengestellt.

Die wesentlichen Aufgaben bei der Notifizierung durch AQU nach Fachmodul Abfall sind:

- Prüfung der Akkreditierungsunterlagen
- Prüfung der Ringversuchsergebnisse
- Ausfertigung der Notifizierungsbescheide für Labore und Bodenprobenehmer
- Eintragung der Notifizierung in das Bayerische Klärschlammnetz und in das Rechernetz Messstellen und Sachverständige (Resymesa)

#### Prüfung der Akkreditierungsunterlagen

Die Labore legen bei AQU die Akkreditierungsunterlagen vor, die den Vorgaben der DIN ISO 17025 entsprechen müssen. Dazu lassen sich die Labore von der Deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS) unter Berücksichtigung des Fachmoduls Abfall auditieren. AQU bearbeitet die Antragsunterlagen der Labore im Einvernehmen mit der AQS-Stelle des Bayerischen Landesamtes für Umwelt (LfU).

Im Jahr 2013 hat die Notifizierungsstelle bei AQU die Akkreditierungsunterlagen von 9 Antragstellern überprüft.



*Abb. 12: Die Klärschlammausbringung auf landwirtschaftlich genutzten Flächen unterliegt strengen Auflagen*

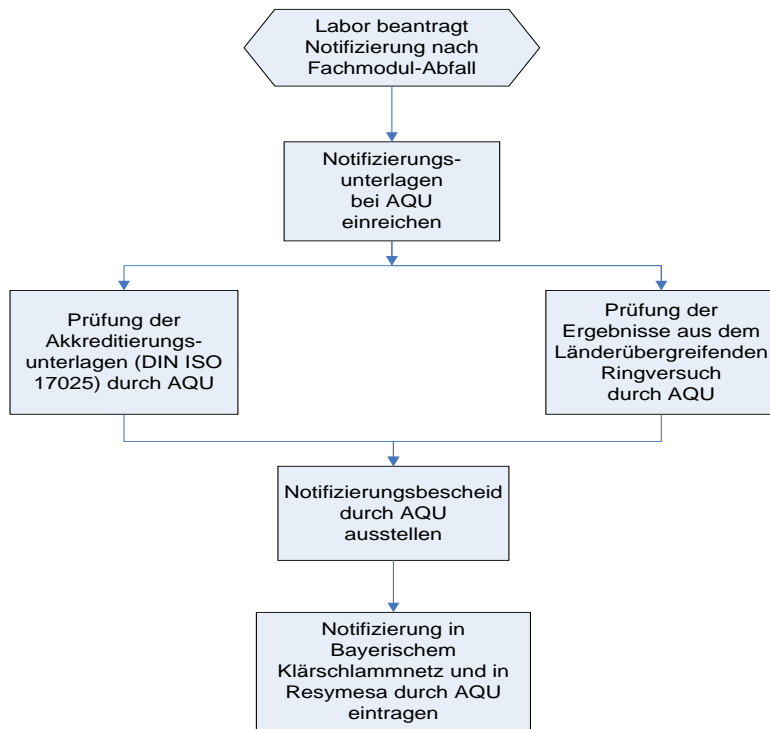


Abb. 13: Wesentliche Schritte bei der Notifizierung von Laboren nach Fachmodul Abfall durch AQU

### Prüfung der Ringversuchsergebnisse

Zur Aufrechterhaltung der Notifizierung müssen die Labore an Ringversuchen teilnehmen, die in Zusammenarbeit mit den Vollzugsbehörden der anderen Bundesländer jährlich durchgeführt werden. Die Ergebnisse der Ringversuche werden den Notifizierungsstellen in den Bundesländern von den Ringversuchsveranstaltern zur Verfügung gestellt. Die Notifizierung bleibt nur dann gültig, wenn die Labore innerhalb von zwei Jahren mindestens einmal am Ringversuch mit Erfolg teilgenommen haben.

In 2013 gab es bei den Ringversuchsergebnissen der bayerischen Labore keine nennenswerten Auffälligkeiten, so dass die Notifizierungen aufrechterhalten werden konnten. Ein Widerruf musste nur für einen Untersuchungsbereich ausgestellt werden.

### Ergebnisse

#### Ausfertigung der Notifizierungsbescheide für Labore

Mit Firmensitz in Bayern waren insgesamt 24 Labore nach den Vorgaben des Fachmoduls Abfall von der Notifizierungsstelle bei AQU mit Bescheid notifiziert (Stand vom 31.12.2013).

Einen Überblick über die Anzahl bzw. die Kompetenz der in Bayern notifizierten Labore gibt Tabelle 4. Die Unterschiede im Notifizierungsbereich 3.4 und 3.5 des Fachmoduls Abfall (FMA) ergaben sich durch die Veränderung der Untersuchungsbezeichnungen im Fachmodul.

Tab. 4: Übersicht zu den Teilbereichen der notifizierten Labore mit Firmensitz in Bayern (Stand 31.12.2013)

Teilbereich nach Fachmodul Abfall (FMA)	Anzahl Labore 2013 (2012)
1.1 Probenahme Klärschlamm	16 (16)
1.2 Schwermetalle im Klärschlamm	20 (20)
1.3 Adsorbierte organisch gebundene Halogene (AOX) im KS	19 (19)
1.4 Nährstoffe im Klärschlamm	18 (20)
1.5 PCB im Klärschlamm	7 (8)
1.6 Dioxine/Furane im Klärschlamm	2 (4)
2.1 Probenahme Boden	17 (19)
2.2 Schwermetalle im Boden	16 (18)
2.3 Nährstoffe im Boden	16 (17)
3.1 Probenahme Bioabfall	14 (16)
3.2 Schwermetalle im Bioabfall	14 (15)
3.3 Fremdstoffe, Steine, Salzgehalt im Bioabfall	14 (15)
3.4 Prozessprüfung Bioabfall– Ermittlung der Mindestverweilzeit, Seuchenhygiene, Phytohygiene	1 (6)
3.5 Prüfung der hygienisierten Bioabfälle - Seuchenhygiene - Phytohygiene	9 (7)

#### Ausfertigung der Notifizierungsbescheide für Bodenprobenehmer

Seit 01.01.2009 dürfen Bodenproben von Flächen, die mit Klärschlamm beschlammert werden sollen, nur noch von notifizierten Laboren oder notifizierten Bodenprobenehmern genommen werden. Der Personenkreis, der eine Notifizierung beantragen kann, darf keine wirtschaftlichen Interessen zur Klärschlammausbringung haben. Die Antragsteller müssen eine Schulung zur Bodenprobenahme absolvieren und eine Verpflichtungserklärung bei der Notifizierungsstelle in AQU vorlegen. Die Notifizierungsbescheide haben eine Gültigkeit von 5 Jahren.

Zum Jahresende 2013 liefen 405 Notifizierungen aus, AQU hat die Verlängerung der Notifizierung als Bodenprobenehmer in diesen Fällen bearbeitet, 295 Probenehmer haben einen Antrag auf Verlängerung gestellt. Für 110 Probenehmer endete die Notifizierung wegen Ruhestand und Beendigung des Arbeitsverhältnisses. Neuanträge zur Aufnahme in die Liste der zugelassenen Probenehmer wurden von 9 Personen gestellt.

Insgesamt haben in Bayern 371 Personen die Notifizierung als Bodenprobenehmer und damit die Berechtigung zur Entnahme von Bodenproben im Vollzug der Abfallklärschlammverordnung.

Projektleitung: Dr. R. Ellner, M. Berndt  
 Projektbearbeitung: C. Petosic  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.2 Fortschreibung der Liste mit zugelassenen „Gülle-Laboren“ für das Kulturlandschaftsprogramm (KULAP)

#### Zielsetzung

Seit 2003 fördert das Bayerische Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten im Rahmen des Kulturlandschaftsprogramms (KULAP) die umweltschonende Flüssigmistausbringung. Für die Landwirte besteht die Auflage, mindestens einmal im Jahr die Gülle in einem von der LfL anerkannten Labor untersuchen zu lassen (Abbildung 14) und das Ergebnis dem zuständigen Landwirtschaftsamt vorzulegen. Die Aufgabe von AQU besteht in der Kompetenzfeststellung und –überprüfung von Analysenlaboren.



Abb. 14: Gülleprobe für die Laboranalyse

#### Methode

Labore, die Gülleuntersuchungen durchführen möchten, müssen die Zulassung bei AQU beantragen. Als Kriterien für die Kompetenzfeststellung werden verschiedene relevante Analysenparameter geprüft. Zu untersuchende Pflichtparameter sind der Gesamtstickstoffgehalt und der Ammoniumstickstoffgehalt.

Da Gesamtstickstoff und Ammoniumstickstoff auch zu Pflichtparametern bei der Notifizierung nach Fachmodul Abfall „Nährstoffe im Klärschlamm (FMA 1.4)“ zählen, erfüllen alle für diesen Untersuchungsbereich notifizierte Labore auch die Voraussetzungen, um Gülleuntersuchungen durchführen zu dürfen, vorausgesetzt sie erklären sich zur Datenerhebung und –weiterleitung an die LfL bereit.

Dazu müssen die Labore neben den Analyseergebnissen folgende Betriebsdaten an die LfL (Institut für Agrarökologie, IAB) weiterleiten:

- Landwirtschaftliche Betriebsnummer
- Probenahme-Datum der Probe
- Art des flüssigen Wirtschaftsdüngers (Milchvieh, Mastbullen, Mastschweine, Zuchtsauen, Geflügel, Mischgülle, Biogasgärrest)
- NP-reduzierte Schweine- bzw. Geflügelfütterung (ja/nein)
- Einwilligungserklärung zur Datenweitergabe

#### Ergebnisse

Nach der Kompetenzfeststellung und der regelmäßigen Überprüfung, ob die Voraussetzungen weiterhin erfüllt werden, werden die für Gülleuntersuchungen zugelassenen Labore gelistet und auf den Internetseiten der LfL veröffentlicht.

Zum 31.12.2013 befanden sich 18 Labore auf der „Gülle-Liste“. Ihren Sitz in Bayern haben 11 Labore, 7 sind aus anderen Bundesländern.

Projektleitung: Dr. R. Ellner, M. Berndt  
 Projektbearbeitung: C. Petosic  
 Projektdauer: Daueraufgabe



### 2.3.3 Durchführung des Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRV-A) als Grundlage für die Notifizierung von Laboren im Vollzug des Abfallrechts

#### Zielsetzung

Im Rahmen des „Länderübergreifenden Ringversuchs Abfall (LÜRV-A)“, der im Vollzug der Abfallklärschlamm-Verordnung und der Bioabfall-Verordnung durchgeführt wird, ist AQU 1a für die Fachmodul-Abfall-Parameter 1.2, 1.3 und 1.4 zuständig. Die Teilnehmer am Ringversuch in den einzelnen Parametergruppen wurden meist von zwei Bundesländern bearbeitet (Abbildung 15). Der Ringversuch wird jährlich durchgeführt.

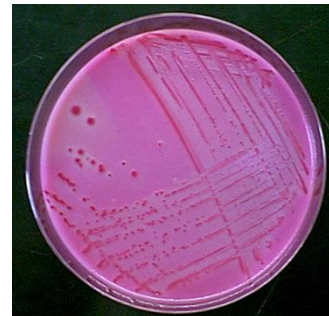


Abb. 15: Salmonellenachweis (Seuchenhygiene, FMA 3.5 a)

Die Ergebnisse des Ringversuchs, an dem sich die notifizierte Labore innerhalb von 24 Monaten mindestens einmal mit Erfolg beteiligen müssen, werden den Notifizierungsstellen in den Bundesländern zur Verfügung gestellt.

Tab. 5: Zuständigkeit der Bundesländer für Ringversuchparameter im LÜRV-A-2013

Bundesland	Parameterbezeichnung nach Fachmodul Abfall (FMA)	Beschreibung des Parameters
Bayern Sachsen	FMA 1.2	Schwermetalle im Klärschlamm
	FMA 1.3	AOX im Klärschlamm
	FMA 1.4	Nährstoffe, physikalische Parameter im Klärschlamm
Rheinland-Pfalz	FMA 1.5	PCB im Klärschlamm
	FMA 1.6	PCDD/F im Klärschlamm
Baden-Württemberg Sachsen	FMA 2.2	Schwermetalle, pH-Wert, Bodenart des Bodens
	FMA 2.3	Pflanzenverfügbare Nährstoffe des Bodens
Hessen Thüringen Sachsen Baden-Württemberg	FMA 3.2	Schwermetalle in Bioabfall
	FMA 3.3	Fremdstoffe, physikalische Parameter im Bioabfall
	FMA 3.5 a	Seuchenhygienische Untersuchungen (Salmonellen)
	FMA 3.5 b	Phytohygienische Untersuchungen (Keimfähige Samen und austriebsfähige Pflanzenteile)

In der Tabelle 5 sind die Zuständigkeiten der „Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten bzw. der Landesanstalten“ für den LÜRV-A aufgelistet.

## Methode

„AQU 1a Anorganische Analytik“ stellte für den LÜR-V-A, Parameter 1.2, 1.3 und 1.4 das Probenmaterial her. Insgesamt wurden 240 Ringversuchsproben bereitgestellt: Klärschlammproben (hygienisiert, homogenisiert). Alle Ringversuchsproben wurden auf Trockensubstanz und Ammonium-Stickstoff untersucht, um deren Homogenität und damit die Aussagekraft abzusichern.

An diesem Ringversuchsteil haben 91 Labore aus allen Bundesländern teilgenommen.

## Ergebnisse

Der LÜR-V-A-2013 im Vollzug der Klärschlammverordnung und des Fachmoduls Abfall mit den Parametern 1.2, 1.3 und 1.4 konnte ohne besondere Vorkommnisse von AQU 1a veranstaltet werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 16 im Vergleich zu den Jahren 2011 und 2012 dargestellt. Weitere Einzelheiten sind im Beitrag unter Punkt 2.3.6 beschrieben.

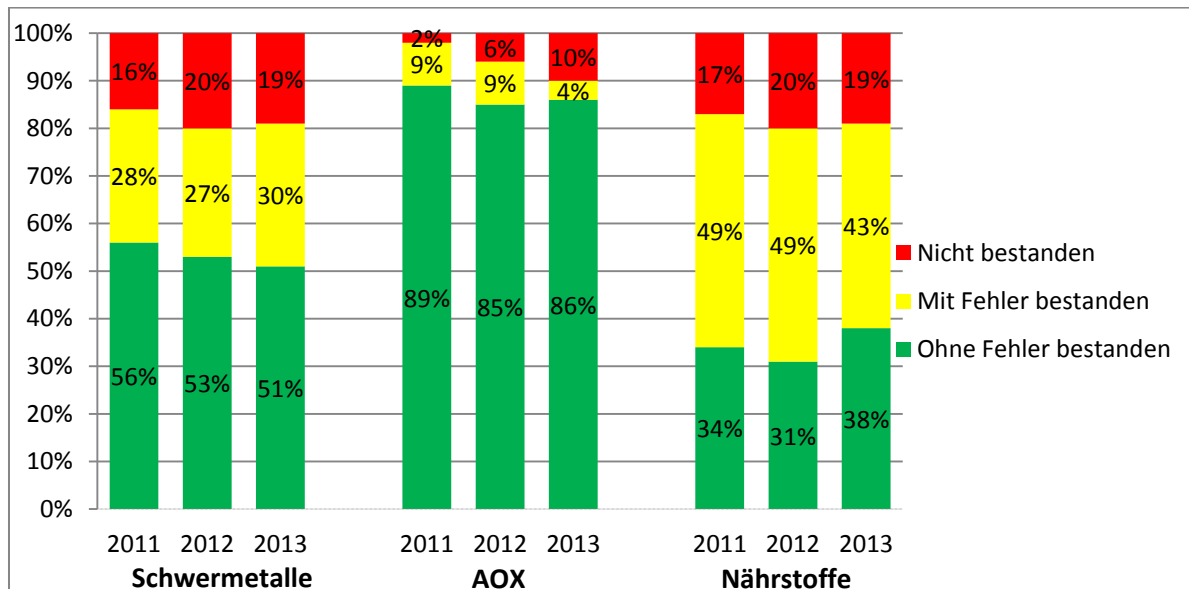


Abb. 16: Qualifizierung von Analysenlabors. Dargestellt sind Ergebnisse des LÜR-V-A zu Schwermetallen, AOX, Nährstoffe im Klärschlamm der Jahre 2011 bis 2013.

Im Vergleich zum Jahr 2012 lässt sich eine Erhöhung der „nicht bestanden Labore“ im Untersuchungsbereich AOX (FMA 1.3) feststellen. Bei den Schwermetallen (FMA 1.2) und Nährstoffen (FMA 1.4) war im Vergleich zum Vorjahr der Anteil an nicht bestanden um 1 % gesunken.

Projektleitung: Dr. R. Ellner, Dr. S. Mikolajewski  
 Projektbearbeitung: H. Müller, C. Petosic, W. Sitte, M. Wärmann,  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.4 Qualitätssicherung zur Absicherung der Beratungsaufgaben des LKP – Grundlagen für die Düngeberatung

#### Auswahl der LKP–Auftragnehmer-Labore

##### Zielsetzung

Die Untersuchung von Agrarböden zur Erlangung genauer Kenntnisse über den Gehalt an Nährstoffen, Spurenelementen sowie anorganischen Schadstoffen (z.B. Schwermetallen) ist essentielle Basis für die Gestaltung einer qualitätsbewussten und umweltschonenden Landwirtschaft. Nicht zuletzt ist sie für den Landwirt auch notwendig, um neben den ökologischen Gesichtspunkten den Einsatz von Düngemitteln auch vor dem Hintergrund steigender Preise für Produktionsmittel effizient vornehmen zu können.



Schluff - Parabraunerde

Abb. 17: Bodenprobe

In Bayern werden Bodenuntersuchungen vom Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung (LKP) über die angeschlossenen Erzeugerringe organisiert und bei Privatlaboren in Auftrag gegeben (Abbildung 18). Die Analysendaten gehen an das Institut für Agrarökologie (IAB) zurück, das daraus eine Düngeempfehlung für die Landwirte erstellt.

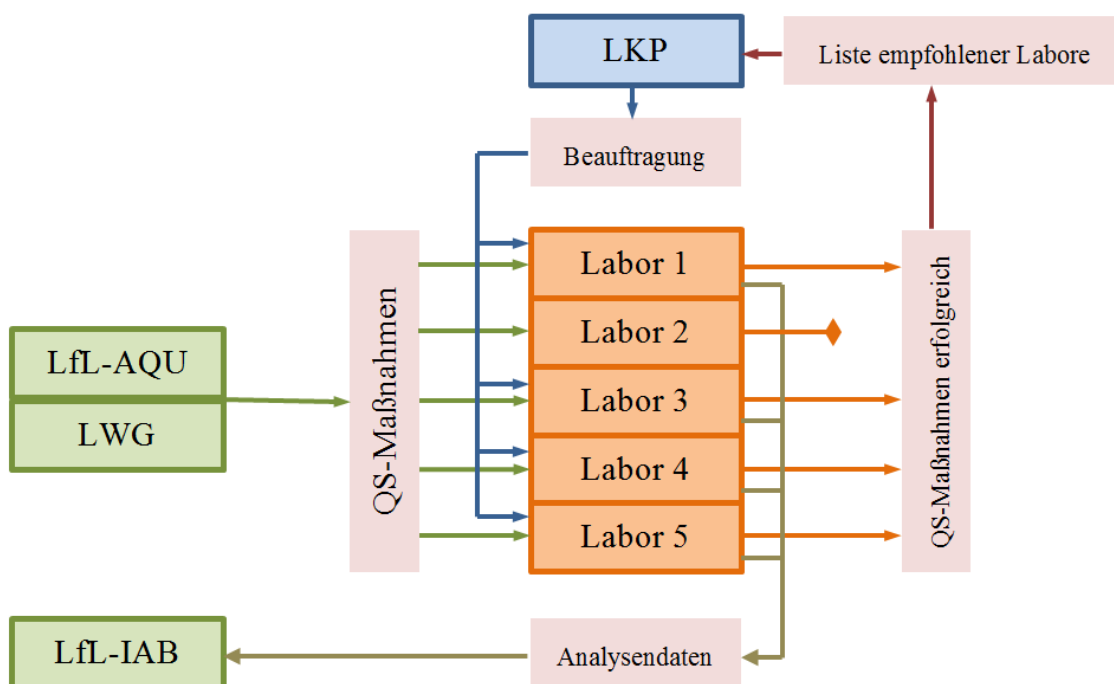


Abb. 18: Darstellung der Qualitätssicherungsmaßnahmen von AQU/LWG als Grundlage zur Auswahl der LKP-Auftragslabore. Labore können sich durch erfolgreiche Teilnahme an QS-Maßnahmen als LKP-Labor qualifizieren.

## Methoden

AQU ist selbst kein LKP-Auftragnehmer-Labor, sondern benennt dem LKP geeignete Labore, die sich im Rahmen von Qualitätssicherungsmaßnahmen, die von AQU vorgegeben werden, qualifizieren müssen. In der Abbildung 18 werden die Schritte, die zur Auswahl der Labore notwendig sind, dargestellt.

Die Qualitätssicherungsmaßnahmen setzen sich aus Ringversuchen und Probennachkontrollen zusammen.

Die Ringversuche werden zu folgenden Parametern von AQU 1a veranstaltet:

- Grundnährstoffe (einschließlich Mg, Humus, freier Kalk und Bodenartbestimmung)
- Spurenelemente
- $N_{\min}$

In die Durchführung der Ringversuche ist das Fachzentrum Analytik: SG Umweltanalytik der Bayerischen Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau (LWG) in Veitshöchheim eingebunden, da nur dort für beide Landesanstalten ein Bodenlabor für die Untersuchung auf Grundnährstoffe und Spurenelemente vorgehalten wird.

Für die Saison 2013/2014 haben sich 18 Labore zu den Ringversuchen angemeldet und teilgenommen. Ziel der Labore ist der Verbleib auf der „Liste der empfohlenen Labore“ oder die Neuaufnahme.

## Ergebnisse

Wie der Abbildung 19 zu entnehmen ist, scheiterten auch in 2013 bei einzelnen Parametern bis zu 3 Labore im Ringversuch.

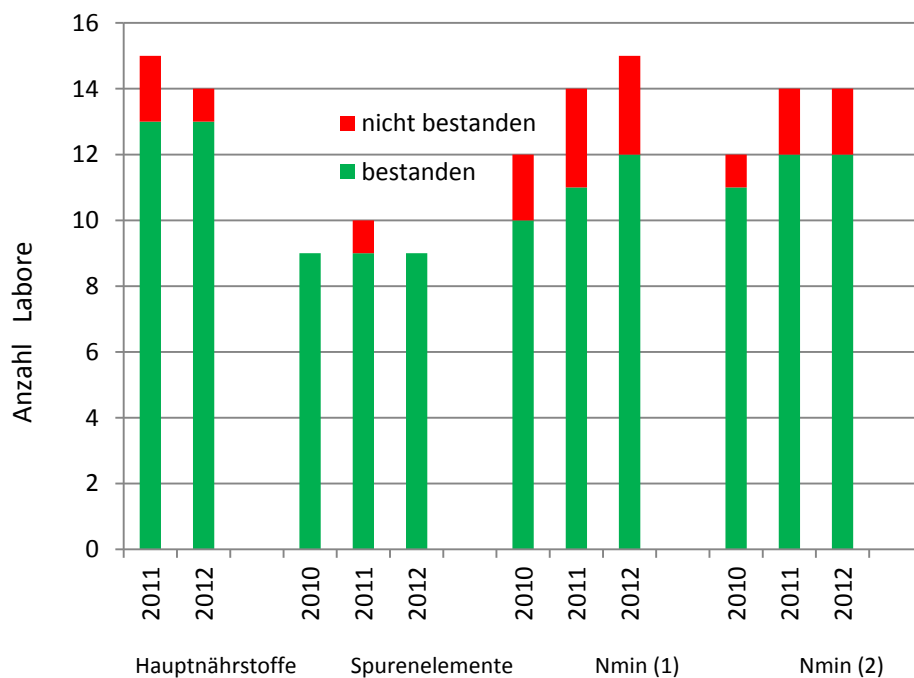


Abb. 19: Ringversuchsergebnisse von Laboren bei verschiedenen Parametern in 2011 bis 2013. Labore müssen sich im Bewerbungsverfahren durch Einhalten von Qualitätssicherungsmaßnahmen als LKP-Auftragslabor qualifizieren.

Zusätzlich zu den Ringversuchen findet in der Regel einmal im Jahr bei allen LKP-Auftragnehmern eine Überprüfung der Analytik an Rückstellproben mit den Parameterbereichen „Grundnährstoffe“ und „Spurenelemente“ statt. Die Auswahl dieser Proben erfolgt durch AQU, die Untersuchung führt die LWG durch. In 2013 wurden sechs Labore mit 378 Proben nachkontrolliert.

Die Analysenleistungen einer Untersuchungssaison sind Gegenstand der Bewertung des Labors zur Aufnahme in die Liste der in Bayern zugelassenen Bodenlabore für Untersuchungsaufträge des LKP (Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung).

Für die Untersuchungssaison 2013/2014 konnte dem LKP die in Tabelle 6 genannte Zahl von Untersuchungsstellen gemeldet werden. Unter den 13 Laboren mit Kompetenz für Hauptnährstoffe befinden sich 7 mit Sitz außerhalb Bayerns, während es bei den 9 Spurenelement- 3 und bei 15 N<sub>min</sub>-Laboren 5 sind, die ihren Firmensitz nicht in Bayern haben.

*Tab. 6: Anzahl der für das LKP als geeignet erklärten Labore für die Bodenuntersuchung 2013/2014 und Zahl der durch das LKP beauftragten Labore*

Parameterbereich	geeignete Labore	beauftragte Labore
Hauptnährstoffe	13	6
Spurenelemente*)	9	6
N <sub>min</sub> -Untersuchungen (DSN)	15	7
*) Labor muss auch Analysenkompetenz für Hauptnährstoffe haben		

Projektleitung: Dr. R. Ellner, Dr. S. Mikolajewski, Dr. M. Klemisch (LWG)  
 Projektbearbeitung: H. Müller, C. Petosic, M. Wärmann  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.5 Der LÜR-V-A Klärschlamm 2013 als Grundlage für die Notifizierung nach Fachmodul Abfall

#### Zielsetzung

Gemäß der Verordnung zur Übertragung von Zuständigkeiten im Bereich Abfallentsorgung (AbfZustV) in der Fassung vom 7.11.2005 obliegt der LfL (AQU-L) die Zulassung (Notifizierung) von Untersuchungslaboren nach Fachmodul Abfall. Eine wichtige Voraussetzung für die Erlangung und Aufrechterhaltung der Notifizierung ist die erfolgreiche Teilnahme an Ringversuchen gemäß der im Fachmodul Abfall verankerten Parameterbereiche zum Nachweis von Methoden- und Analysenkompetenz des Prüflaboratoriums.

Im Zuge der von der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) initiierten Bestrebungen zur bundesweiten Harmonisierung des Ringversuchswesens im abfallrechtlichen Bereich wird seit 2011 für die Matrices Klärschlamm, Boden und Bioabfall des Fachmoduls Abfall (FMA) jährlich ein länderübergreifender Ringversuch Abfall (LÜR-V-A) für die gesamte Bundesrepublik organisiert und durchgeführt (Abbildung 20). Der LÜR-V-A ersetzt die vorherigen FMA-Ringversuche, die in der Vergangenheit von Ringversuchsveranstaltern einzelner Bundesländer oder Bundesländer-Kooperationen angeboten worden sind. Innerhalb des LÜR-V-A 2013 war die LfL (AQU 1a) zusammen mit der BfUL Sachsen für den Ringversuch in den Parameterbereichen FMA 1.2: Schwermetalle im Klärschlamm, FMA 1.3: AOX im Klärschlamm und FMA 1.4: Nährstoffe im Klärschlamm zuständig. Der Ringversuch im Bereich der persistenten organischen Schadstoffe FMA 1.5: PCB und FMA 1.6: PCDD/PCDF wurde von der LUFA Speyer durchgeführt. Neben der arbeitsteiligen Durchführung des LÜR-V-A 2013 hat die LfL (AQU 1a) auch die Federführung für den gesamten Bereich Klärschlamm (FMA 1.2 bis 1.6) übernommen.



Abb. 20: Überprüfung der Homogenität von Ringversuchsproben

#### Methode

Die Ausrichtung der Ringversuche umfasst für die Veranstalter Generierung, Homogenitäts-Prüfung und Versand geeigneten Probenmaterials (verschiedene Klärschlämme kommunaler Klärwerke), statistische Auswertung der Ergebnisse, Erstellung und Versand des Ringversuchsberichts bis hin zur Übermittlung der Teilnahmebescheinigungen und Zertifikate an die teilnehmenden Labore, sowie die Mitteilung der Ringversuchsergebnisse der Labore an die Notifizierungsstellen und Erstellung einer bundesweiten Gesamtauswertung des LÜR-V-A-Klärschlamm 2013 durch die Federführenden (AQU 1a).

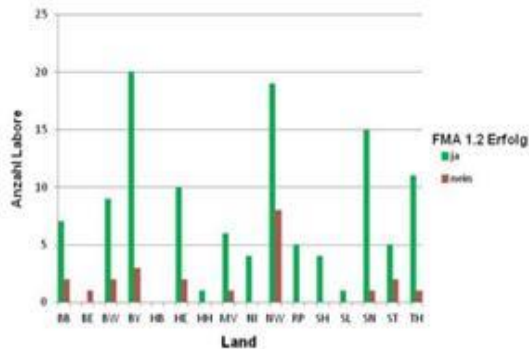
Die von den Laboren rückübermittelten Analysenergebnisse wurden mit der Software ProLab der Firma quoData, Dresden nach DIN 38402 A 45 statistisch ausgewertet. Die Auswertung der Einzelparameter erfolgte dabei nach LAWA-Merkblatt A-3, Anmerkung 4 auf der Grundlage von  $Z_u$ -Scores ( $|Z_u| \leq 2 =$  bestanden). Erfolgreich war die Ringversuchsteilnahme eines Labors, wenn je Parameterbereich bei mindestens 80% der Mittelwerte aller Parameter-Proben-Kombinationen  $Z_u$ -Scores (positiv oder negativ)  $\leq 2$  ergaben und mindestens 80% der Parameter in mindestens 50% der Proben  $Z_u$ -Scores (positiv oder negativ)  $\leq 2$  aufwiesen.

## Ergebnisse

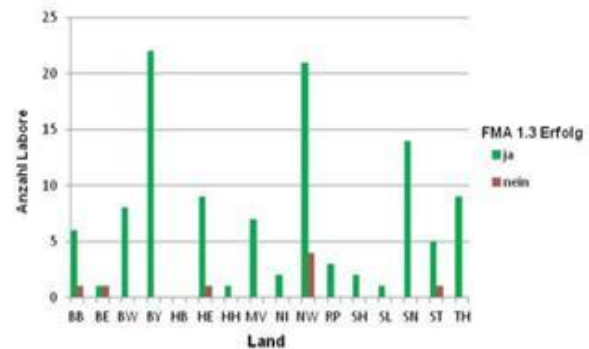
Die Diagramme in Abbildung 21 illustrieren für jede Parametergruppe die gemeinsam ausgewerteten Ringversuchsergebnisse aller teilnehmenden Labore in der gesamten Bundesrepublik.

Die Anzahl der pro Bundesland erfolgreich (Erfolg "ja") bzw. erfolglos (Erfolg "nein") teilgenommenen Labore wurde dabei in Beziehung gesetzt zu der Gesamtzahl der Teilnehmer aus dem jeweiligen Bundesland.

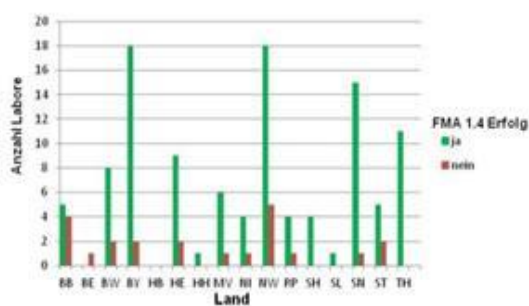
**FMA 1.2: Schwermetalle im Klärschlamm**



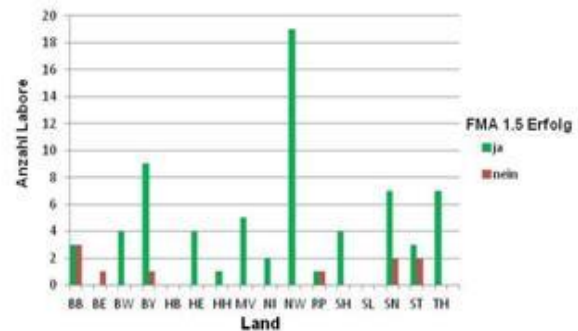
**FMA 1.3: AOX im Klärschlamm**



**FMA 1.4: Nährstoffe im Klärschlamm**



**FMA 1.5: PCB im Klärschlamm**



**FMA 1.6: PCDD/F im Klärschlamm**

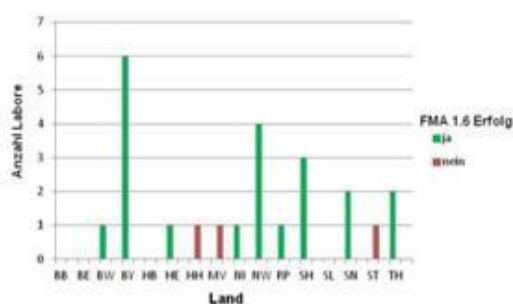


Abb. 21: Gesamtauswertung der Ergebnisse des LÜRV-A-Klärschlamm 2013

(BB-Brandenburg, BE-Berlin, BW-Baden-Württemberg, BY-Bayern, HE-Hessen, HH-Hamburg, MV-Mecklenburg-Vorpommern, NI-Niedersachsen, NW-Nordrhein-Westfalen, RP-Rheinland-Pfalz, SH-Schleswig-Holstein, SL-Saarland, SN-Sachsen, ST-Sachsen-Anhalt, TH-Thüringen)

Für den **Bereich Klärschlamm-Anorganik** lagen 2013 insgesamt 145 Anmeldungen vor (zum Vergleich 2011: 156, 2012: ebenfalls 145). Von den 145 konnten 91 Labore von der LfL Freising betreut werden, 54 Teilnehmer von der BfUL in Nossen.

Von der Gesamtheit der teilnehmenden Labore haben im diesjährigen LÜRV-A Klärschlamm 83,6% (FMA 1.2), 93,3% (FMA 1.3) bzw. 83,2% (FMA 1.4) den Ringversuch erfolgreich abgeschlossen. Im Vergleich zu den Vorjahren lag der Anteil der Labore, die den LÜRV-A Klärschlamm 2013 in der Parametergruppen FMA 1.2 nicht bestanden ha-

ben, mit 16,4% wieder auf dem Niveau des Jahres 2011 mit ebenfalls 16,4% (zum Vergleich 2012: 17,4% ohne Erfolg). Für die Parametergruppe FMA 1.3 musste mit 6,7% Teilnahmen ohne Erfolg (zum Vergleich 2011: 4,5%, 2012: 5,6% ohne Erfolg) eine weitere Erhöhung des Anteils der Labore mit nicht erfolgreicher Teilnahme verzeichnet werden.

Bei der Parametergruppe FMA 1.4 konnte hingegen eine Verbesserung festgestellt werden: im Vergleich zu den Vorjahren hat sich die Quote der nicht-erfolgreichen Ringversuchsteilnahmen (2011: 20,0%; 2012: 17,6%; 2013: 16,8%) weiter reduziert.

Im **Bereich Klärschlamm-Organik** wurden alle 96 angemeldeten Labore (zum Vergleich 2011: 121, 2012: ebenfalls 96 Anmeldungen) aus der gesamten Bundesrepublik von der LUFA-Speyer betreut. In den einzelnen Parametergruppen der Klärschlamm-Organik haben von allen teilnehmenden Laboren 87,3% (FMA 1.5), 87,5% (FMA 1.6), 92,7% (B(a)P) bzw. 95% (PFT) den LÜRV-A Klärschlamm 2013 erfolgreich abgeschlossen. Bei der Parametergruppe FMA 1.5 konnte dabei im Vergleich zu 2012 mit nur 81,7% erfolgreicher Teilnahmen eine deutliche Verbesserung der Erfolgsquote verzeichnet und der Wert von 2011 mit 86% erfolgreichen Teilnahmen sogar noch überschritten werden. Auch im Bereich 1.6 ergab sich eine leichte Reduktion der „Durchfaller-Quote“ von 13,6% (2012) auf 12,5% im diesjährigen Ringversuch (2011: nur 8,0% ohne Erfolg).

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski, Dr. R. Ellner  
Projektbearbeitung: K. Eugel, H. Müller, C. Petosic, H. Schuhmann, W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner H. Müller, C. Petosic, M. Wärmann  
Kooperation: Dr. D. Klee, K. Wies (LUFA Speyer), Dr. R. Klose (BfUL Leipzig)  
Projektdauer: Daueraufgabe



## 2.3.6 Analytik von Handelsdüngern für den Vollzug der Düngemittelverkehrs-kontrolle

### Zielsetzung

Eine der zentralen Daueraufgaben des Aufgabenbereichs AQU 1a - Anorganik ist die chemisch-analytische Untersuchung der im Auftrag der amtlichen Düngemittelverkehrs-kontrolle (DVK) landesweit gezogenen Proben von Handelsdüngern zur Überprüfung der düngemittelrechtlichen Vorschriften. Geprüft wird hierbei, ob die vorgeschriebenen Toleranzen bei der Deklaration der Nährstoffangaben bzw. der mit Grenzwerten belegten Schadstoffe eingehalten werden. Die Analyseergebnisse werden nachfolgend der am Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung ansässigen Arbeitsgruppe Verkehrs- und Betriebskontrollen (IPZ 6b) zur Bescheiderstellung im Vollzug der Düngemittelverordnung zur Verfügung gestellt.

### Methode

Gemäß der von IPZ 6b erteilten Untersuchungsaufträge werden die Düngemittelproben entsprechend der deklarierten Gehalte hinsichtlich der Hauptnährstoffe Stickstoff, Phosphor und Kalium, der Sekundärnährstoffe Calcium, Schwefel und Magnesium sowie deren Löslichkeiten überprüft. Für Spurennährstoffdünger werden zudem je nach Deklaration die Gehalte der Elemente Bor, Eisen, Kupfer, Mangan, Molybdän Selen und/oder Zink ermittelt. Kalkdünger erfordern neben der Bestimmung der  $\text{CaCO}_3$ - bzw.  $\text{CaO}$ -Gehalte die Ermittlung basisch wirksamer Bestandteile, der Reaktivität und die Analyse von Siebdurchgängen. Entsprechend den in der Düngemittelverordnung festgelegten Kriterien wird die Bestimmung von Schwermetallen und anderen relevanten Schadstoffen durchgeführt.

Je nach Düngemitteltyp sind Methoden nach deutschem bzw. EU-Recht anzuwenden. Die Analysemethoden sind vom Gesetzgeber vorgeschrieben und in normkonformen Arbeitsvorschriften festgelegt. Entsprechend der gesetzlichen Vorschriften ist das Sachgebiet AQU 1 für die Düngemittelanalytik nach DIN EN ISO 17025:2005 akkreditiert (Abbildung 22).

Zuzüglich zum weiten Spektrum nasschemischer Verfahren (Maßanalyse, Gravimetrie) kommt auf dem Gebiet der instrumentellen Analytik die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS), die Elementaranalyse, die optische ICP-Emissionsspektrometrie (ICP-OES, Abbildung 23) sowie die Hydrid- und die Kaltdampftechnik zum Einsatz.

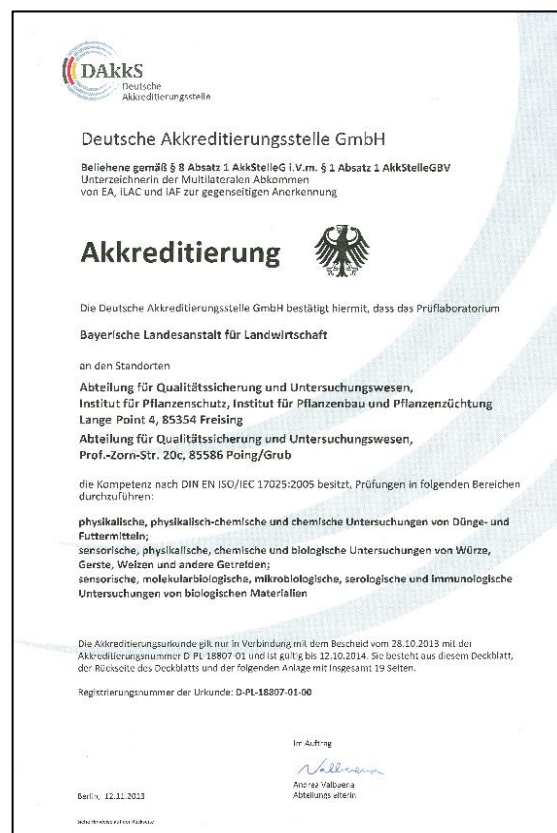


Abb. 22: Akkreditierungsurkunde der Landesanstalt für Landwirtschaft

## Ergebnis

Jährlich werden im Sachgebiet etwa 500 bis 550 amtliche Düngemittelproben untersucht. Im Jahr 2013 belief sich die Anzahl der zur Analytik überstellten Proben auf 525. Die zugehörigen Untersuchungsaufträge der DVK-Stelle wurden dem Labor im Zeitraum vom 01.02.2013 bis 18.11.2013 übermittelt. Zur Untersuchung der je nach Deklaration geforderten Parameter (insgesamt sind 123 verschiedene möglich) waren insgesamt 4.351 Einzelanalysen notwendig. Bei 77 Proben wurden Gehaltsabweichungen festgestellt. Im Vergleich zum Vorjahr (523 Proben, 85 Gehaltsabweichungen) ist damit ein Rückgang der zu beanstandenden Proben von 16,3 % auf 14,7% zu verzeichnen.

Alle Analysenergebnisse wurden der Arbeitsgruppe Verkehrs- und Betriebskontrollen (IPZ 6b) zur weiteren Verbescheidung im Vollzug der Düngemittelverkehrskontrolle zur Verfügung gestellt.

Projektleitung: Dr. S. Mikolajewski

Projektbearbeitung: K. Eugel, H. Schuhmann, S. Sigl, W. Sitte, M. Wärmann, G. Zellner

Kooperation: IPZ 6b, AQU - Probenannahme

Projektdauer: Daueraufgabe



Abb. 23: Königswasserauflösungen von Düngemitteln zur Multielementanalyse am ICP-OES

### 2.3.7 Deoxynivalenol-Monitoring von bayerischem Wintergetreide der Ernte 2013

#### Zielsetzung

Die wirtschaftlichen Schäden in der Landwirtschaft durch Mykotoxinkontaminationen können unter Umständen beträchtliche Ausmaße annehmen. Deoxynivalenol (DON) aus der Gruppe der Trichothecene wird als ein Leittoxin für eine Belastung mit Fusarientoxinen angesehen, das eine Einschätzung einer möglichen Belastung von Nahrungsmitteln und eines Fütterungsrisikos zulässt (Abbildung 24). Mit dem jährlichen Deoxynivalenol-Monitoring (DON-Monitoring) soll die Belastung von Wintergetreide mit dem Fusarientoxin Deoxynivalenol überwacht und ein Vergleich zu den Vorjahren hergestellt werden.



Abb. 24: Weizenfeld. Bei Getreide kann es witterungsabhängig zu einer Kontamination mit Mykotoxinen kommen

#### Methode

Das DON-Monitoring umfasste im Erntejahr 2013 insgesamt 147 Proben Winterweizen und 77 Proben Winterroggen. Die Probenziehung erfolgte durch die Ämter für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten. DON-Konzentrationen wurden mit HPLC-Trennung (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie), Nachsäulenderivatisierung und Fluoreszenzdetektion gemessen. Quantifizierung erfolgte mit einer 9-Punktkalibriergeraden externer Standards über die Peakhöhe. Die Nachweisgrenze der Methode beträgt 40 µg/kg DON im Getreide.

Tab. 7: Vergleich der Ergebnisse des DON-Monitorings von Winterweizen für die Erntejahre 2006 bis 2013

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in µg/kg				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
2013	147	54	26	10	56	702
2012	149	651	279	104	591	12839
2011	174	139	53	23	142	1335
2010	172	396	167	47	499	3865
2009	173	256	155	48	319	2365
2008	175	186	80	35	197	3236
2007	175	229	72	24	223	3288
2006	173	220	70	20	220	7570

## Ergebnisse

Die Tabellen 7 und 8 enthalten die wesentlichen statistischen Kennzahlen des DON-Monitorings 2013 im Vergleich zu den Ergebnissen der Jahre 2006 bis 2012.

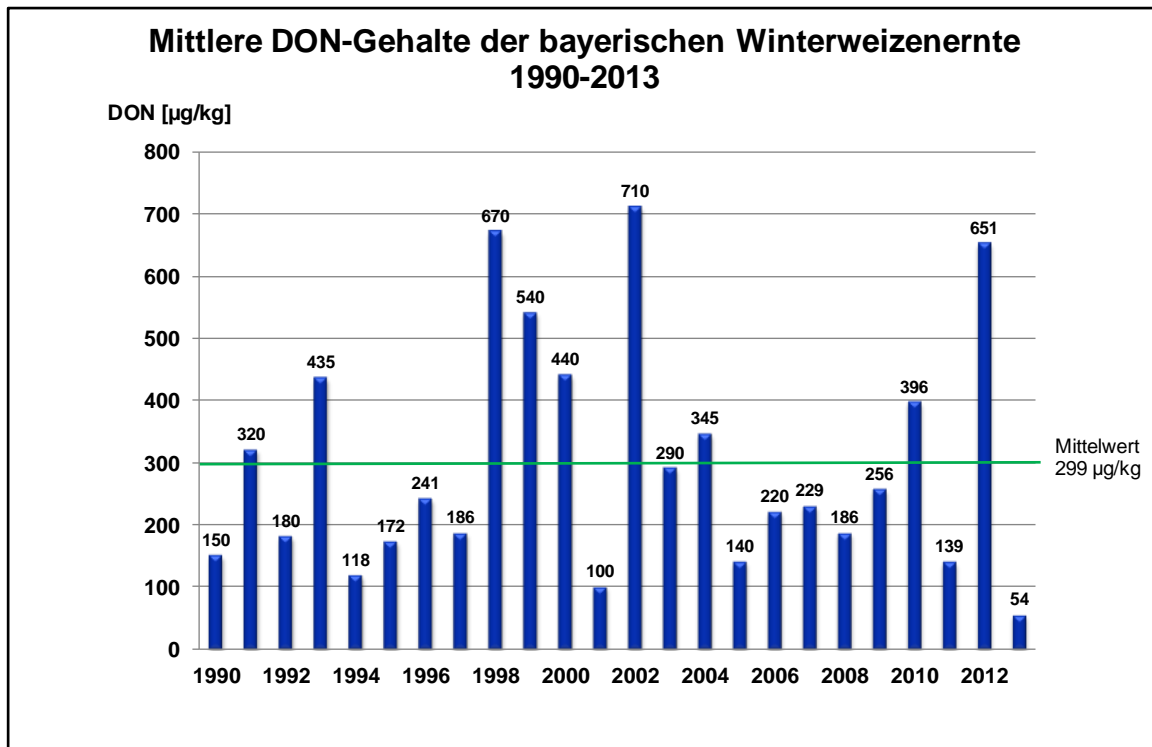


Abb. 25: Übersicht über die mittleren DON-Gehalte der bayerischen Winterweizenernten von 1990 bis 2013

## Winterweizen

Während das Erntejahr 2012 als typisches „Fusarienjahr“ auffiel, in dem viele Weizenproben eine deutliche Belastung mit dem Fusariumtoxin Deoxynivalenol aufwiesen, sind in der Ernte 2013 kaum nennenswerte Konzentrationen des Trichothecens zu finden. Der Mittelwert der Messungen lag mit 54 µg/kg im Bereich der Nachweisgrenze, der Median mit einem rechnerischen Wert von 26 µg/kg unterhalb der Nachweisgrenze. Somit weist die Ernte 2013 das geringste Niveau an DON-Belastung seit Einführung der Methode im Jahr 1990 auf (Abbildung 25).

Die Verteilung in den unterschiedlichen Gehaltsklassen zeigt, dass rund 2/3 der untersuchten Weizenproben der Ernte 2013 unterhalb der Nachweisgrenze lagen, während im Fusarienjahr 2012 lediglich 8% der Proben kein DON aufwiesen (Abbildung 26). 1/3 der Proben lagen wie im letzten Jahr im unkritischen Bereich von 41-200 µg/kg. Über 200 µg/kg waren lediglich 4% der Proben angesiedelt, wobei zwei Proben mit 560 und 700 µg/kg die Spitzenbelastung darstellten. Proben mit hohen DON-Konzentrationen jenseits des EU-Rohwarengrenzwertes von 1250 µg/kg für unverarbeitetes Getreide blieben heuer aus.

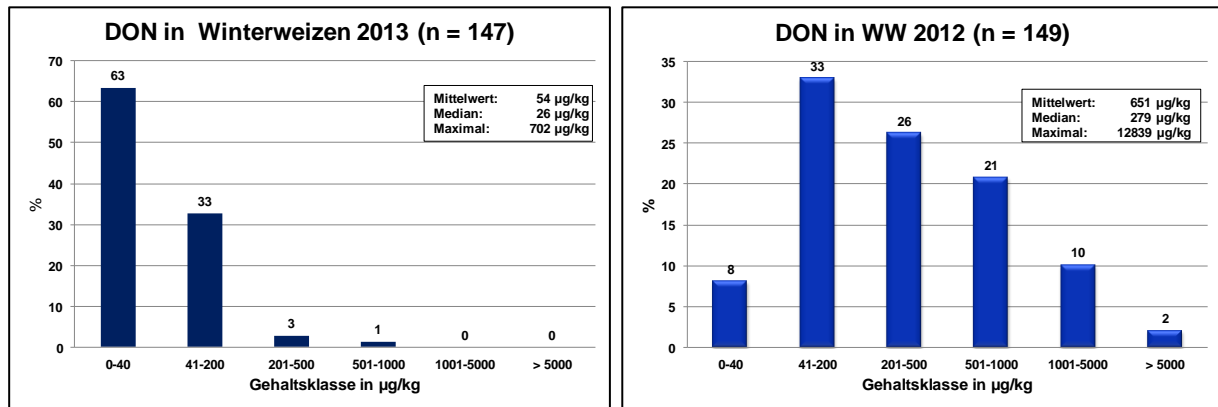


Abb. 26: Prozentuale Häufigkeitsverteilungen der DON-Gehalte von Winterweizen der Erntejahre 2013 und 2012

Es zeigt sich, dass nach dem ausgesprochenen Fusarienjahr 2012, bei dem 10 % der untersuchten Winterweizenproben DON-Konzentrationen über dem Rohwarengrenzwert von 1250 µg/kg aufwiesen, die Ernte 2013 keine Probleme hinsichtlich der Kontamination mit Deoxynivalenol bereitet. Im Gegensatz zum Jahr 2012, bei dem zur Zeit der Blüte für die Fusarien optimale Witterungsverhältnisse (ausgiebige Niederschläge und moderate Temperaturen) herrschten, um die Pflanze zu infizieren, sorgten in 2013 hohe Temperaturen und trockene Umgebung für einen Vorteil zugunsten der Pflanze. Die sehr geringen Werte der Ernte 2013 und der hohe Befall in 2012 zeigen sehr schön die beiden Extreme mit denen zu rechnen ist und dass insbesondere das Wetter einen entscheidenden Einflussfaktor in der Fusarienproblematik darstellt. Darüber hinaus sollten aber die anderen bekannten Risiko- bzw. Einflussfaktoren wie Wahl der Vorfrucht, Bodenbearbeitung, Sorte und Pflanzenschutzmittel nicht außer Acht gelassen werden.

### Winterroggen

Die DON-Werte des Winterroggens 2013 (Abbildung 27) zeigten ein nahezu unverändertes Bild gegenüber dem Vorjahr (Abbildung 28). Der arithmetische Mittelwert lag mit 155 µg/kg leicht über dem Vorjahreswert und der Median ist mit 49 µg/kg nahe der Nachweisgrenze der Untersuchungsmethode angesiedelt (Tabelle 8). Lediglich zwei der untersuchten Proben (3 %) wiesen eine Konzentration von 1384 und 1904 µg/kg auf. Insgesamt sind auch bei Roggen keine großen Probleme zu erwarten.



Abb. 27: Roggenkörner vor der Mykotoxanalytik im Labor (Foto: Strauß)

Tab. 8: DON-Monitoring von Winterroggen im Vergleich in den Jahren 2006 bis 2013

Erntejahr	Probenzahl	DON-Werte in $\mu\text{g}/\text{kg}$				
		Mittel	Median	25 % Quartil	75 % Quartil	Maximum
2013	77	155	49	18	156	1909
2012	79	140	50	23	108	2695
2011	56	67	25	15	66	489
2010	60	150	55	18	195	1201
2009	60	94	53	29	103	523
2008	60	33	19	9	43	187
2007	60	43	22	14	41	833
2006	59	70	30	10	60	810

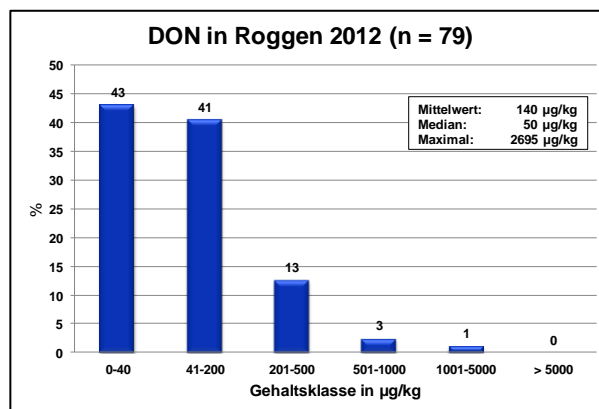
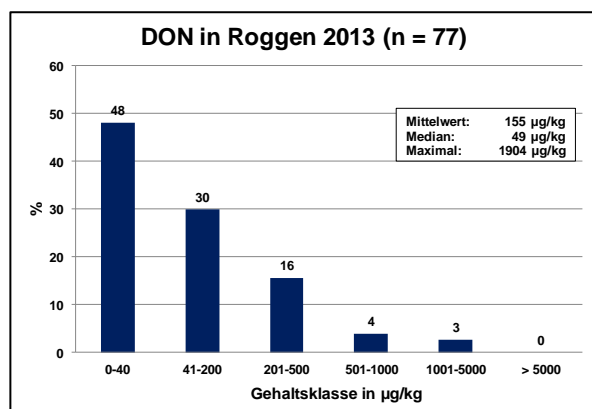


Abb. 28: Prozentuale Häufigkeitsverteilungen der DON-Gehalte von Winterroggen der Erntejahre 2013 und 2012

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: G. Clasen  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.8 Überwachung des Ausbringungsverbots für Neonikotinoide an Körnermais 2013

#### Zielsetzung

Das massenhafte Bienensterben im Frühjahr 2008 in Baden-Württemberg wurde auf Maissaatgut zurückgeführt, das mit Wirkstoffen aus der Gruppe der Neonikotinoide gebeizt wurde. Die Abdrift von wirkstoffhaltigem Abrieb, Feinstaub und Ablagerung auf Blütenpflanzen sind neben anderen Faktoren für die Schäden an Bienenvölkern verantwortlich. Als Maßnahme erfolgte 2009 die Aussetzung der Zulassung Neonikotinoidhaltiger Saatgutbeizen. Eine Überwachung des Ausbringungsverbot von gebeiztem Saatgut, die die Wirkstoffe Clothianidin, Imidacloprid und Thiamethoxam enthalten könnten, wurde auch 2013 wieder in Zusammenarbeit mit IPS durchgeführt.



Abb. 29: Extraktion von Wirkstoffen aus gebeizten Maiskörnern

#### Methode

Der gebeizte Mais wurde mit einem organischen Lösungsmittel auf dem Magnetrührer gerührt (Abbildung 29) und anschließend noch im Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wurde über Faltenfilter filtriert und ein Aliquot über einen Spritzenvorsatzfilter (0,25 µm Porengröße) in das Probenröhrchen für die Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC) überführt. Die Proben wurden mit einem linearen Gradienten an Umkehrphase getrennt und Clothianidin, Imidacloprid und Thiamethoxam bei einer Wellenlänge von 270 nm detektiert. Die Quantifizierung erfolgte über externe Kalibriergeraden der drei Referenzsubstanzen.

Die Nachweisgrenzen der HPLC-Methode lagen bei 1 mg/kg für Thiamethoxam, 0,5 mg/kg für Clothianidin und 0,4 mg/kg für Imidacloprid.

#### Ergebnis

Im Jahr 2013 wurden 154 Körnermaisproben untersucht. Als positive Kontrollproben dienten drei regulär gebeizte Maisproben aus früheren Arbeiten, sowie drei positive Proben aus dem Jahr 2010. Die Untersuchungen der regulär gebeizten Maisproben ergaben Wirkstoffkonzentrationen von ca. 2000 mg für Thiamethoxam, ca. 1000 mg für Imidacloprid und ca. 4500 mg für Clothianidin pro Kilogramm Mais. Als Untergrenze einer wirksamen Beizung wird eine Aufwandmenge von 10% einer regulär gebeizten Probe betrachtet. Somit sollten Erwartungswerte bei Verdachtsfällen im Bereich von ca. 200 mg/kg, 100 mg/kg und 450 mg/kg für Thiamethoxam, Imidacloprid und Clothianidin anzusiedeln sein. Der Erwartungswert für Clothianidin scheint recht hoch, offensichtlich wurde die Probe mit einer größeren Applikationsmenge behandelt, als die Proben mit den beiden anderen Wirkstoffen.

Aufgrund der Empfindlichkeit der Messung konnten Neonikotinoide in einer Reihe von Proben in Spuren nachgewiesen werden (Abbildung 30), die Konzentrationen lagen allerdings größtenteils im Bereich der Nachweisgrenze. Selbst der höchste gemessene Wert von 6 mg/kg für Clothianidin lag weit unter den Erwartungswerten einer aktiven Saatgutbeizung.

Somit ergibt sich eine Beanstandungsquote von 0 %.

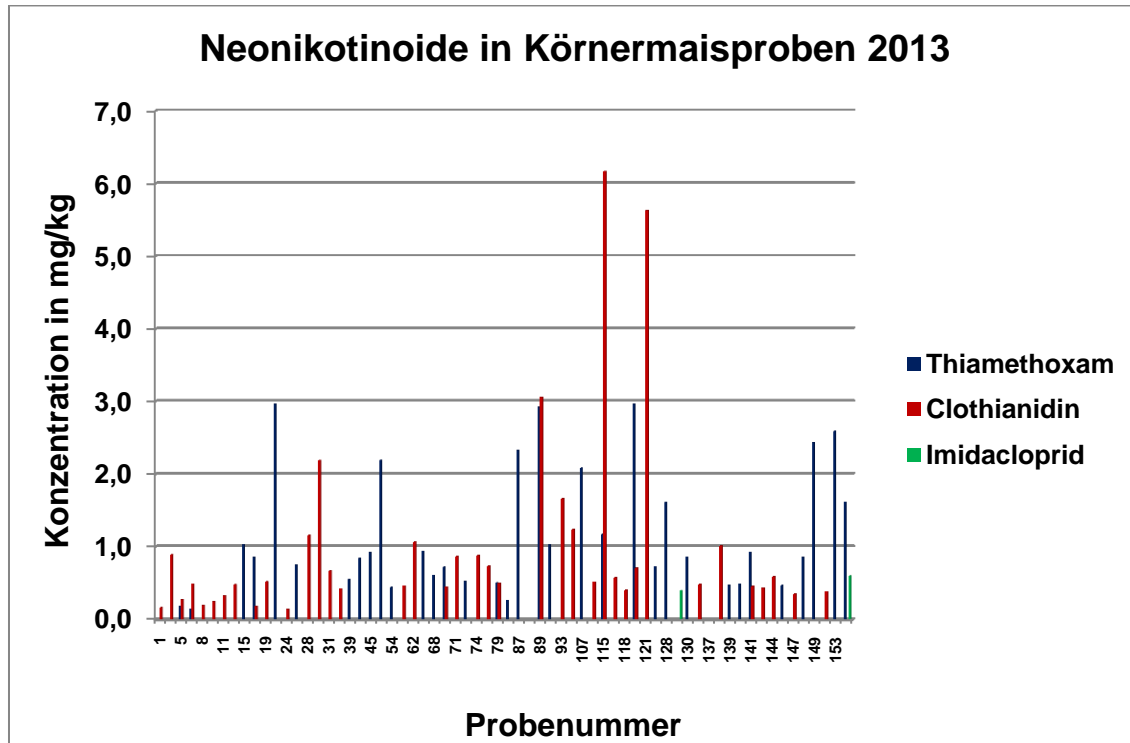


Abb. 30: Vergleichende Darstellung der Ergebnisse der Neonikotinoid-Bestimmung bei Körnermaisproben mittels HPLC-UV

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen  
 Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b  
 Projektdauer: 2013



### 2.3.9 Inhaltsstoffe von Heilpflanzen: Dünnschichtchromatographische Untersuchung eines unbekanntes Inhaltsstoffes von *Valeriana officinalis*

#### Zielsetzung

Baldrian (*Valeriana officinalis*, Abbildung 31) ist bekannt für eine hohe Zahl gesundheitsrelevanter Inhaltsstoffe, die eine breite medizinische Anwendung erfahren. Im Rahmen einer Forschungsarbeit wurden Untersuchungen zu Hauptinhaltsstoffen eines frischen Baldrianwurzelextraktes durchgeführt.

#### Methode

Eine Substanz, die anlässlich einer Untersuchung zur Bestimmung von Bornylacetat als Markerverbindung in einer frischen Wurzel von Baldrian in großen Mengen anfiel<sup>1</sup>, wurde mit Dünnschichtchromatographie (DC) untersucht und mit Literaturdaten abgeglichen, um eine erste Strukturvorstellung der Verbindung zu erhalten.



Abb. 31: Frisch geerntete Baldrianwurzel vor der Extraktion

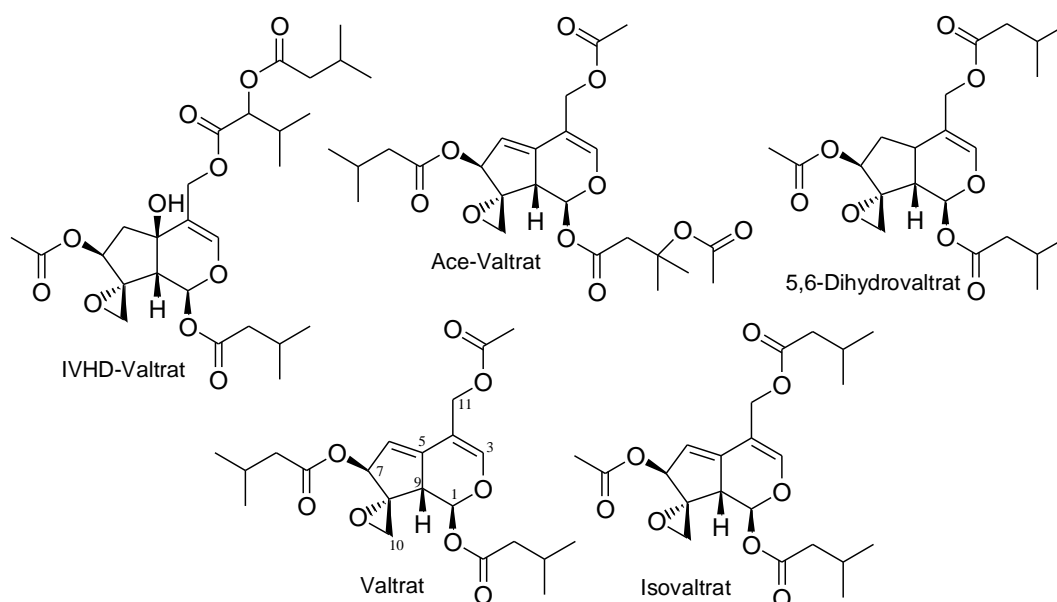


Abb. 32: Strukturformeln gängiger Valepotriate

<sup>1</sup> LfL, AQU Jahresbericht 2012, 39-41

## Ergebnis

Die Reinsubstanz (Isolat 10-3-2) zeigt nach längerer Lagerung den typisch unangenehmen Geruch der getrockneten Baldrianwurzeln, was darauf hindeutet, dass es sich um eine Verbindung aus der Gruppe der Valepotriate handeln könnte. Von den Valepotriaten sind bislang ca. 40 Derivate bekannt. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass sie Ester der Isovaleriansäure enthalten, die in Folge von Lagerung oder thermischer Belastung abgespalten werden können. Die freigesetzte Isovaleriansäure ist für den typischen Baldriangeruch verantwortlich. Unter UV-Bestrahlung bei 254 nm zeigt 10-3-2 keine Fluoreszenzlöschung der Indikatorsubstanz nach dünnschichtchromatographischer Auftrennung in der Dünnschichtplatte, es ist also keine konjugierte Doppelbindung im Molekül vorhanden. Somit ist die Verbindung den 5,6-Dihydrovarianten der Valepotriate zuzuordnen. Es ist mindestens eine Epoxidgruppe im Molekül enthalten, wie die intensiv blaue Anfärbung mit NBP-Reagenz zeigt. Seitens der Retentionsfaktoren auf Normalphasen-Dünnschichtplatten (DC) ist keine Übereinstimmung mit Literaturdaten<sup>2</sup> der vier gängigen Hauptvalepotriate gegeben (Tabelle 9, Abbildung 32). Die abschließende Strukturaufklärung dieser interessanten Verbindung wird weiterverfolgt.

Tab. 9: Vergleich der DC-Daten von 10-3-2 mit Literaturwerten<sup>2</sup> der Valepotriate (Abk.:  $R_f$  = Retentionsfaktor, UV = Fluoreszenzlöschung im ultravioletten Bereich, NBP = 4-(4-Nitrobenzyl)-pyridin)

Name	$R_f$	UV	NBP
IVHD-Valtrat	0,31	-	+
Acevaltrat	0,49	+	+
5,6-Dihydrovaltrat	0,53	+	-
Valtrat/Isovaltrat	0,63	+	+
Isolat 10-3-2	0,67	-	blau

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: Dr. J. Rieder  
 Kooperation: Dr. H. Heuberger, IPZ 3d  
 Projektdauer: 2013

<sup>2</sup> J. Chromatogr. A 967, 2002, 131-146

### 2.3.10 Chlorogensäuren in *Artemisia scoparia*

#### Zielsetzung

Wichtige Qualitätsparameter bei Heilpflanzen sind unter anderem der Anteil des ätherischen Öls und der Gehalt an ausgewählten Inhaltsstoffen, die als Markermoleküle fungieren. Bei *Artemisia scoparia* (Besen-Beifuß) ist ein Gehalt von 0,50 % an Chlorogensäure im Chinesischen Arzneibuch<sup>3</sup> vorgeschrieben. Die Qualitätsvorgaben wurden in Proben aus LfL-Anbauversuchen überprüft (Abbildung 33).

Die Gruppe der Chlorogensäuren ist aufgebaut aus der Chinasäure, die mit verschiedenen trans-Zimtsäuren wie Kaffee-, p-Cumarin- und Ferulasäure einfach oder mehrfach verestert ist (Abbildung 34). Chlorogensäuren sind Inhaltsstoffe von vielen Pflanzen und kommen insbesondere im Kaffee vor, aus dem die Chlorogensäure erstmals isoliert wurde<sup>4</sup>. Chlorogensäuren gehören zu den sogenannten Polyphenolen, denen eine Reihe gesundheitszutraglicher Eigenschaften wie antioxidative und antikanzerogene Wirkung nachgesagt werden. In grünem Kaffee wurden ca. 70 Chlorogensäurederivate nachgewiesen<sup>5</sup>, beim Rösten wird jedoch ein Teil dieser Chlorogensäuren wieder zerstört<sup>6</sup>.



Abb. 33: Getrocknetes Kraut des Besen-Beifuß (*Artemisia scoparia*)

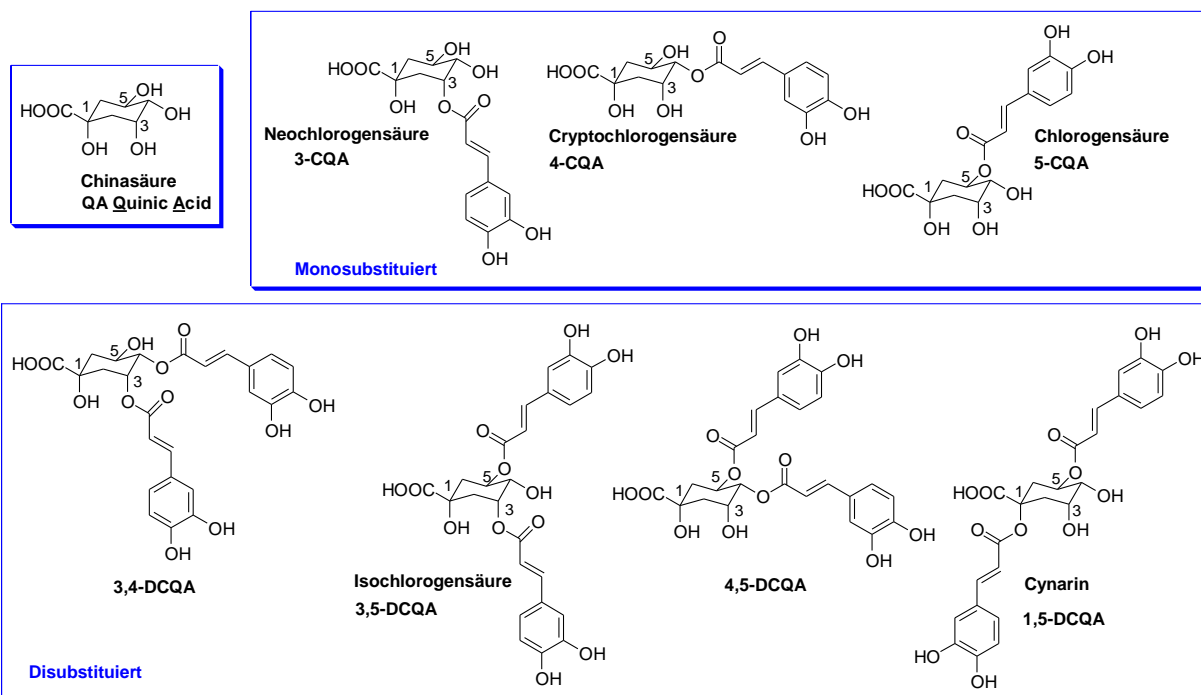


Abb. 34: Strukturformeln der in *Artemisia scoparia* untersuchten Chlorogensäurederivate

#### Methode

<sup>3</sup> Artemisiae scopariae herba: Pharmacopoeia of the People's Republic of China, 2010th ed., China Medical Science Press, 2010, Beijing, pp. 52–53

<sup>4</sup> Bulletin du Département de l'Agriculture aux Indes Néerlandaises 1907, XIV, Buitenzorg, 1-62

<sup>5</sup> J. Agric. Food Chem. 2010, 58, 8722-8737

<sup>6</sup> labor&more 6.11, 36-39

Wässrig-methanolische Extrakte der getrockneten und vermahlenden Pflanzen *Artemisia scoparia* (Baumannshof, Ernte 2013, Schnitte 1-3) wurden mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) an Umkehrphase mit Gradientenelution getrennt und die einzelnen Komponenten mittels Retentionszeit- und Spektrenvergleich identifiziert und quantifiziert. Die Detektion erfolgte mittels UV/VIS Detektion (Diodenarray) bei 325 nm, wobei mit externen Kalibriergeraden käuflicher Standards quantifiziert wurde (Abbildung 35). Der Gehalt an ätherischem Öl wurde mittels einer Destillationsapparatur nach DAB 10 mit Xylol als Vorlage bestimmt. Cadmium wurde nach Königswasseraufschluss am AAS-Graphitrohr bestimmt.

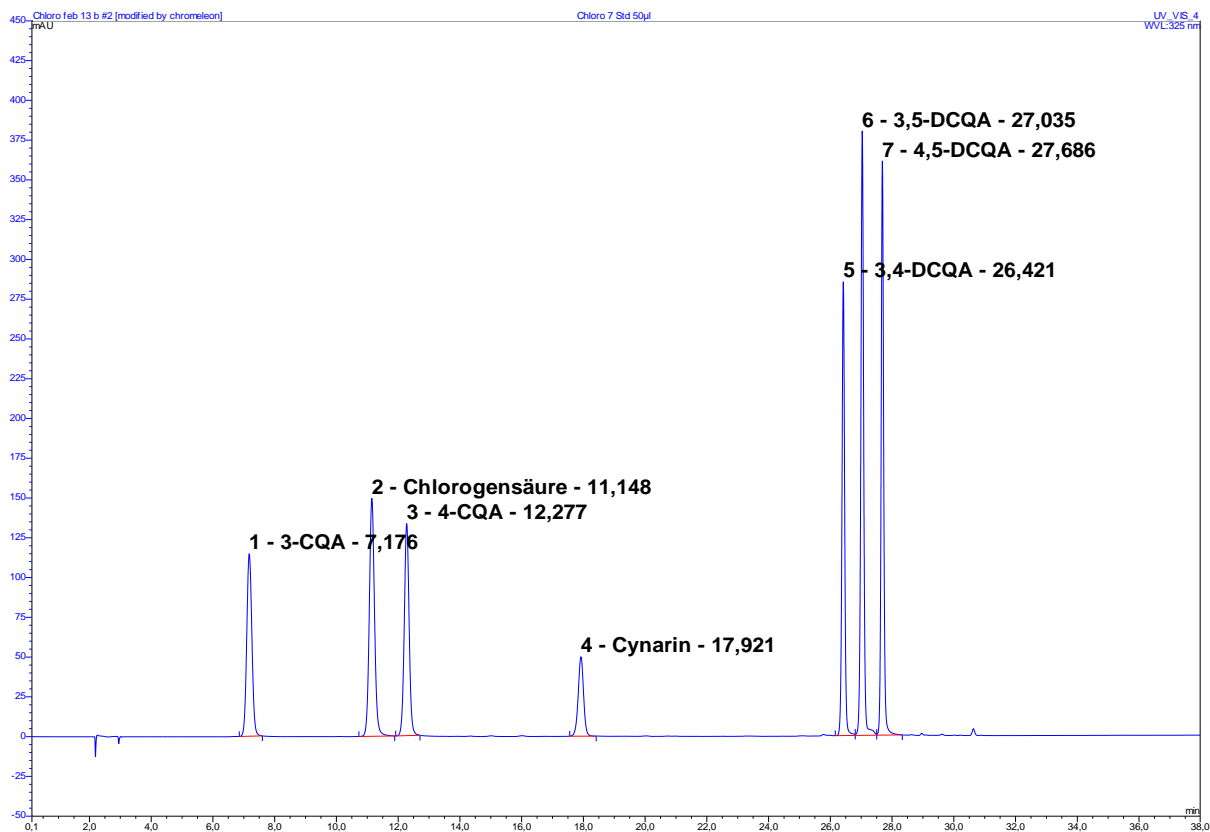


Abb. 35: HPLC-Chromatogramm der Chlorogensäure Standards (UV/VIS Detektion)

## Ergebnis

Im Zuge der routinemäßigen Bestimmung von Chlorogensäure (Namensgeber dieser Substanzgruppe = 5-Kaffeoylchinasäure) im Pflanzenmaterial des Züchtungsprogramms von IPZ 3d fanden sich eine Reihe weiterer Komponenten unterschiedlicher Konzentrationen, von denen vermutet wurde, dass sie auf Grund Ihrer UV-Spektren als Substanzen aus dem Pool der bekannten Chlorogensäuren stammen. Drei dieser Verbindungen konnten als die disubstituierten Chlorogensäurederivate 3,4-di-Kaffeoylchinasäure (3,4-DCQA), 3,5-di-Kaffeoylchinasäure (3,5-DCQA) und 4,5-di-Kaffeoylchinasäure (4,5-DCQA) identifiziert werden. Als weitere Nebenkomponten im Bereich der Chlorogensäure wurden die beiden monomeren Isomere Neochlorogensäure (3-CQA) und Cryptochlorogensäure (4-CQA) identifiziert, die jedoch im Verhältnis zur Chlorogensäure in deutlich geringeren Gehalten vorzufinden waren. Die zusätzlich in Position 1 der Chlorogensäure substituierte Verbindung Cynarin war nicht zu entdecken. Aufschlussreich ist die Verteilung der einzelnen Substanzen in den Pflanzen. So konnten zwei wiederkehrende Muster innerhalb der Pflanzen bestimmt werden, die auf zwei unterschiedliche Chemotypen hinweisen.

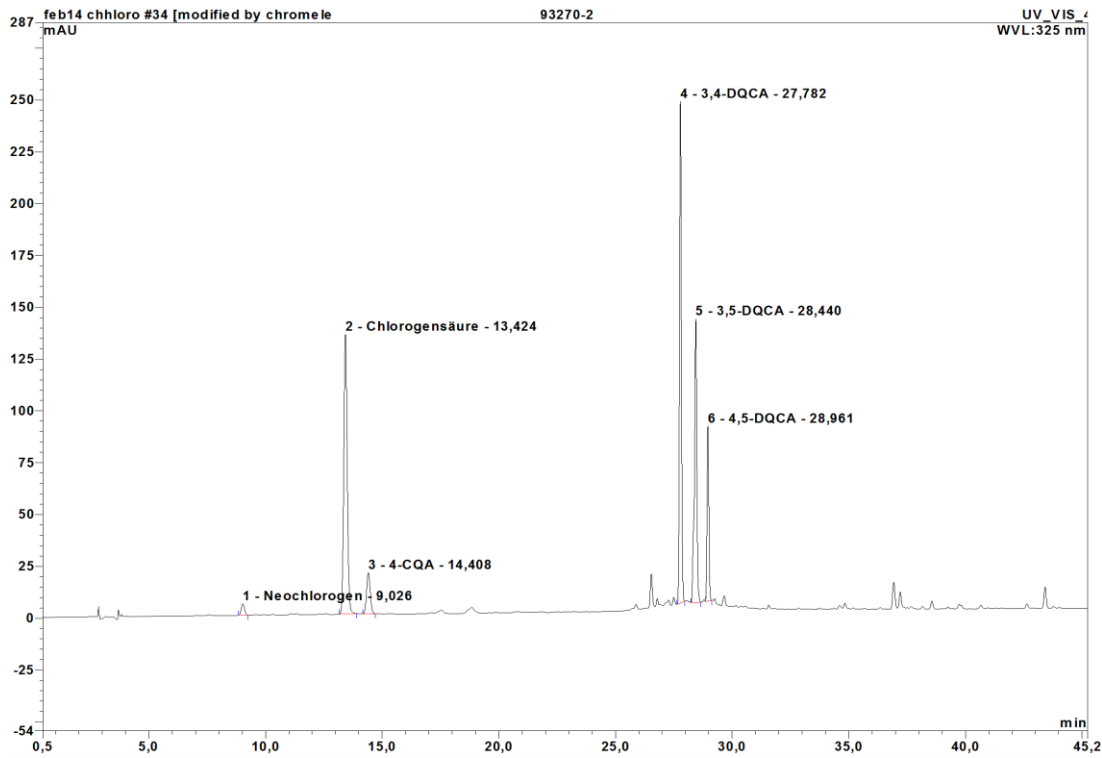


Abb. 36: HPLC-Chromatogramm von Chlorogensäure und disubstituierten Chinasäuren aus *Artemisia scoparia* "Typ 1", Probe Nr. 101

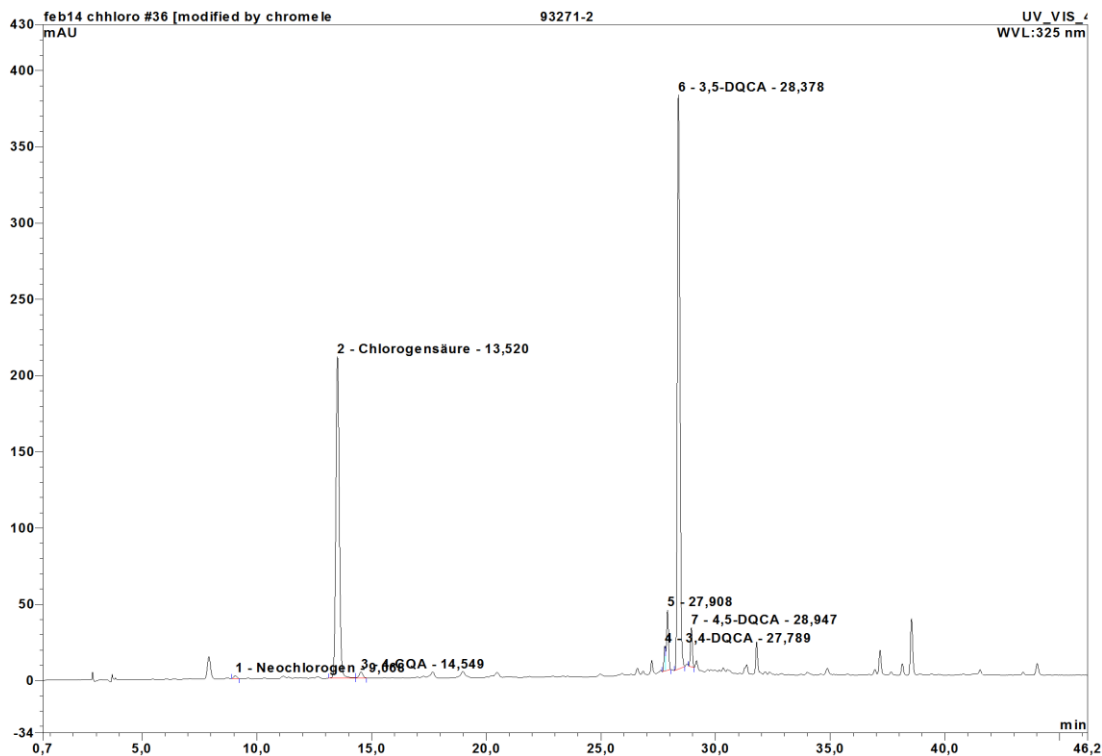


Abb. 37: HPLC-Chromatogramm von Chlorogensäure und disubstituierter Chinasäuren aus *Artemisia scoparia* "Typ 2", Probe Nr. 102

Tab. 10: Quantitative Verteilung (in Trockenmasse, TM) der Chlorogensäuren in Proben von *Artemisia scoparia* unterschiedlicher Schnitzeitpunkte

Proben-Nr.	Parzellen-Nr.	3-CQA	4-CQA	4,5-DCQA	3,5-DCQA	3,4-DCQA	Chlorogensäure	Summe
1. Schnitt		[% TM] [%]						
101	1/1	0,11	0,52	0,48	0,79	1,53	1,66	5,09
102	2/1	<b>0,07</b>	<b>0,18</b>	<b>0,19</b>	<b>2,17</b>	<b>0,24</b>	<b>2,57</b>	<b>5,41</b>
103	3/1	0,11	0,57	0,48	0,73	1,28	1,82	5,00
104	1/2	0,11	0,48	0,47	0,76	1,48	1,60	4,90
105	2/2	<b>0,07</b>	<b>0,20</b>	<b>0,20</b>	<b>2,15</b>	<b>0,26</b>	<b>2,48</b>	<b>5,36</b>
106	3/2	0,11	0,61	0,50	0,79	1,31	1,99	5,30
107	1/3	0,11	0,57	0,58	0,85	1,73	1,87	5,71
108	2/3	<b>0,07</b>	<b>0,18</b>	<b>0,18</b>	<b>2,19</b>	<b>0,32</b>	<b>2,45</b>	<b>5,38</b>
109	3/3	0,11	0,60	0,49	0,76	1,26	1,88	5,10
2. Schnitt								
110	1/1	0,10	0,45	0,56	0,64	1,45	0,90	4,10
111	2/1	<b>0,06</b>	<b>0,15</b>	<b>0,17</b>	<b>1,80</b>	<b>0,30</b>	<b>1,21</b>	<b>3,69</b>
112	3/1	0,10	0,50	0,56	0,68	1,34	1,06	4,25
113	1/2	0,08	0,26	0,31	0,92	0,78	0,95	3,30
114	2/2	<b>0,08</b>	<b>0,28</b>	<b>0,33</b>	<b>0,77</b>	<b>0,89</b>	<b>0,87</b>	<b>3,23</b>
115	3/2	0,10	0,45	0,52	0,64	1,29	0,99	4,00
116	1/3	0,09	0,40	0,47	0,59	1,32	0,78	3,66
117	2/3	<b>0,06</b>	<b>0,15</b>	<b>0,15</b>	<b>1,83</b>	<b>0,32</b>	<b>1,26</b>	<b>3,77</b>
118	3/3	0,10	0,46	0,49	0,61	1,17	0,94	3,76
3. Schnitt								
119	1/1	0,10	0,49	0,40	0,59	1,53	1,60	4,71
120	2/1	<b>0,06</b>	<b>0,15</b>	<b>0,11</b>	<b>1,12</b>	<b>0,24</b>	<b>2,00</b>	<b>3,69</b>
121	3/1	0,09	0,41	0,31	0,48	1,07	1,62	3,99
122	1/2	0,09	0,44	0,39	0,58	1,40	1,71	4,59
123	2/2	<b>0,06</b>	<b>0,15</b>	<b>0,13</b>	<b>1,05</b>	<b>0,26</b>	<b>2,05</b>	<b>3,72</b>
124	3/2	0,09	0,46	0,37	0,52	1,26	1,78	4,48
125	1/3	0,09	0,47	0,38	0,57	1,47	1,68	4,68
126	2/3	<b>0,07</b>	<b>0,16</b>	<b>0,14</b>	<b>1,27</b>	<b>0,27</b>	<b>2,47</b>	<b>4,37</b>

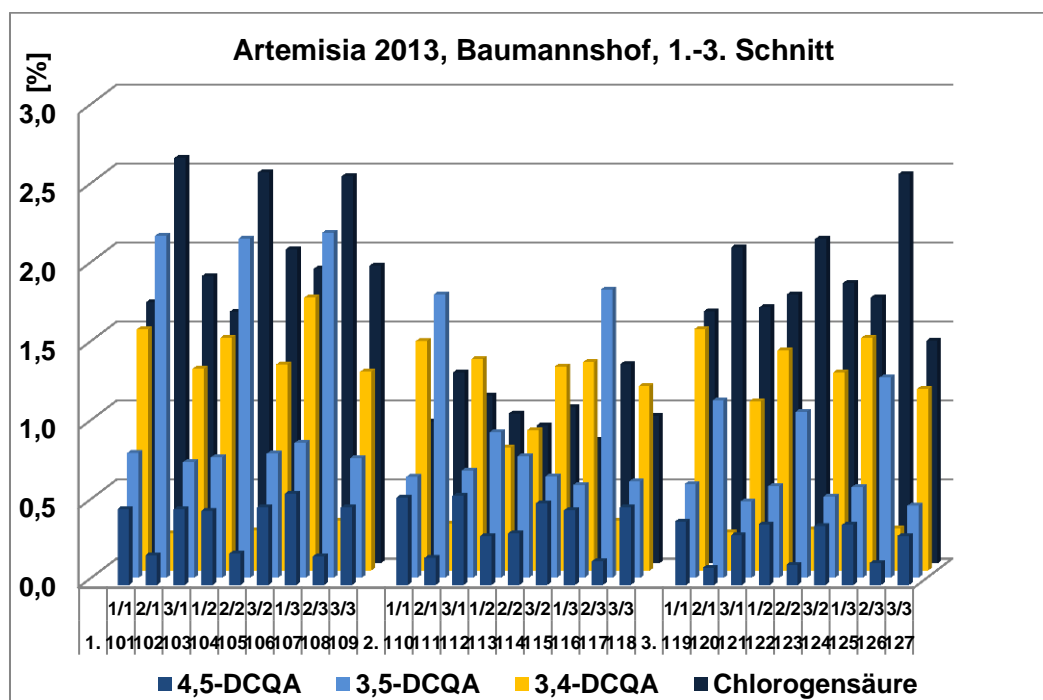


Abb. 38: Quantitative Verteilung der Chlorogensäure und der disubstituierten Chinasäuren (Angaben in % TM)

Die als „Typ 1“ bezeichnete Variante (Abbildung 36) zeigt neben der Chlorogensäure einen relativ hohen Anteil an 3,4-DCQA als zweite Hauptkomponente und einen mittleren Gehalt an 3,5-DCQA, 4,5-DCQA und 4-CQA. Demgegenüber ist im Chromatogramm vom Typ 2 (Abbildung 37 und Tabelle 10) im Bereich der disubstituierten Chinasäurederivate hauptsächlich 3,5-DCQA vorhanden, die beiden anderen disubstituierten Isomere kommen in geringen Konzentrationen vor.

Die Unterscheidung beider Chemotypen setzt sich auch im Gehalt des ätherischen Öls fort, bei dem Pflanzen vom Typ 2 durchwegs geringere Gehalte an ätherischem Öl aufweisen, als die Pflanzen vom Typ 1 (Abbildung 38). Auch in der Fähigkeit Cadmium zu akkumulieren unterscheiden sich die beiden Gruppen. So enthalten die Pflanzenproben vom Typ 2 mehr Cadmium als die Pflanzen aus der Gruppe des Typs 1.

*Tab. 11: Gehalte an Chlorogensäure, ätherischem Öl und Cadmium in Proben von Artemisia scoparia unterschiedlicher Schnittzeitpunkte. In Abhängigkeit vom Chlorogensäuregehalt wurden 2 Varietäten differenziert: Typ A (dunkelblaue Markierung) und Typ B (farblos).*

Labor-Nr.	Parzellen-Nr.	Öl [%]	Cadmium [mg/kg TM]	Chlorogensäure [% in TM]
1. Schnitt				
101	1/1	0,32	0,45	1,59
<b>102</b>	<b>2/1</b>	<b>0,16</b>	<b>0,70</b>	<b>2,45</b>
103	3/1	0,27	0,38	1,75
104	1/2	0,30	0,35	1,53
<b>105</b>	<b>2/2</b>	<b>0,20</b>	<b>0,76</b>	<b>2,36</b>
106	3/2	0,29	0,41	1,91
107	1/3	0,32	0,40	1,79
<b>108</b>	<b>2/3</b>	<b>0,13</b>	<b>0,75</b>	<b>2,34</b>
109	3/3	0,24	0,46	1,81
2. Schnitt				
110	1/1	0,40	0,47	0,87
<b>111</b>	<b>2/1</b>	<b>0,25</b>	<b>0,59</b>	<b>1,17</b>
112	3/1	0,40	0,33	1,03
113	1/2	0,38	0,46	0,92
<b>114</b>	<b>2/2</b>	<b>0,21</b>	<b>0,43</b>	<b>0,85</b>
115	3/2	0,35	0,43	0,96
116	1/3	0,34	0,42	0,77
<b>117</b>	<b>2/3</b>	<b>0,19</b>	<b>0,63</b>	<b>1,22</b>
118	3/3	0,36	0,38	0,91
3. Schnitt				
119	1/1	0,36	0,74	1,53
<b>120</b>	<b>2/1</b>	<b>0,28</b>	<b>1,00</b>	<b>1,92</b>
121	3/1	0,34	0,56	1,56
122	1/2	0,39	0,53	1,64
<b>123</b>	<b>2/2</b>	<b>0,22</b>	<b>1,13</b>	<b>1,97</b>
124	3/2	0,37	0,67	1,70
125	1/3	0,39	0,67	1,62
<b>126</b>	<b>2/3</b>	<b>0,23</b>	<b>0,96</b>	<b>2,36</b>
127	3/3	0,31	0,62	1,36

Es ergibt sich eine qualitative Charakterisierung beider Varietäten:

Typ 1: höherer Ölgehalt, niedrigere Cd-Akkumulation, drei disubstituierte Chinasäuren, Chlorogensäuregehalt (eher geringer, variiert aber stark mit den Schnitten, uneinheitlich)

Typ 2: niedriger Ölgehalt, höherer Cd-Gehalt, eine disubstituierte Chinasäure, Chlorogensäuregehalt (eher höher, variiert aber stark mit den Schnitten, uneinheitlich)

Es zeigt sich auch, dass der Gehalt der Chlorogensäure mit dem Zeitpunkt des Schnittes stark variiert, insbesondere zum Zeitpunkt des zweiten Schnittes ist der Chlorogensäuregehalt deutlich geringer als bei den beiden anderen Schnitten (Tabelle 11, Abbildung 39). Anzumerken sei, dass die Probe 114 des zweiten Schnittes von dem Verteilungsmuster der Chlorogensäuren her dem Typ 1 entspricht und aus dem aufgestellten Raster herausfällt. Das könnte darauf hindeuten, dass dies eventuell auf eine Verwechslung der Probe/Pflanze zurückzuführen ist.

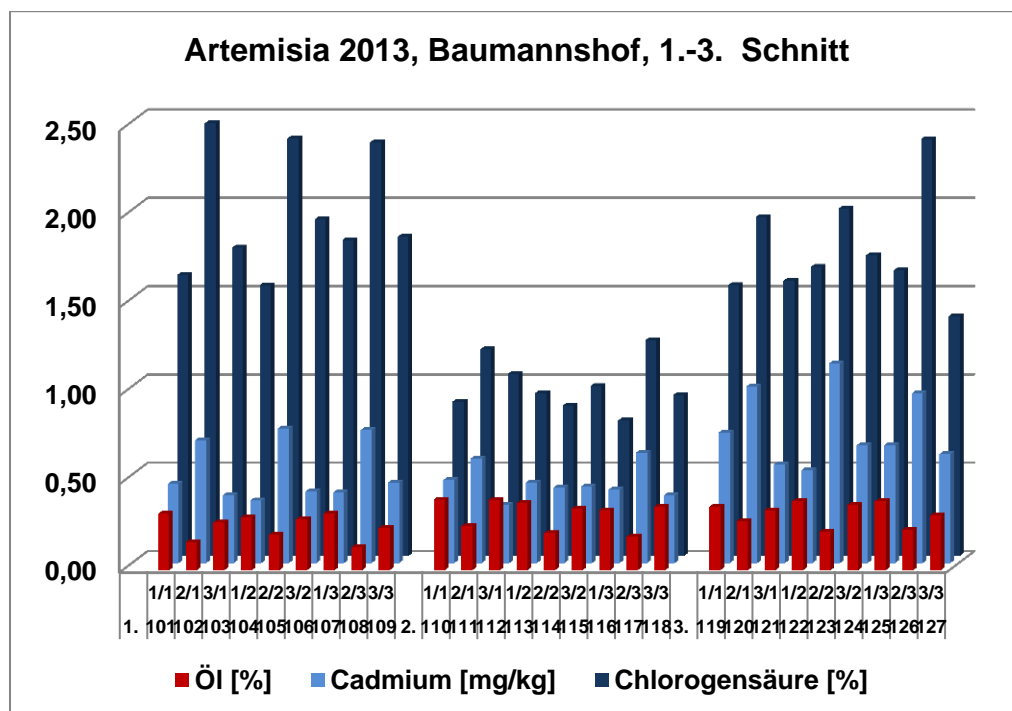


Abb. 39: Gehalte an ätherischem Öl, Cadmium und Chlorogensäure in *Artemisia scoparia*

Zusammengefasst zeigt die unterschiedliche Verteilung an Chlorogensäuren, der Gehalt an ätherischem Öl und die Fähigkeit zur Aufnahme von Cadmium sehr eindrucksvoll, dass sich damit die bislang untersuchten Pflanzen aus dem Programm der Züchtung des Besenbeifußkrautes an der LfL zwei unterschiedlichen Varietäten zuordnen lassen.

Eine Handelsprobe aus der Apotheke, die aus einem gegenüber den Proben der LfL deutlich voluminöserem, filzigerem Kraut bestand, konnte seitens des Chlorogensäuremusters dem Typ 2 zugeordnet werden.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: G. Clasen, S. Hadler, M. Gmeineder, Dr. J. Rieder  
 Kooperation: Dr. R. Seidenberger, Dr. H. Heuberger, IPZ 3d  
 Projektdauer: 2013



### 2.3.11 Inhaltsstoffe von Heilpflanzen: Malonylstragalosid I in *Astragalus mongholicus*

#### Zielsetzung

Am Institut für Pflanzenbau und Pflanzenzüchtung der LfL wird im Rahmen der Züchtung interessanter chinesischer Heilpflanzen für den heimischen Anbau unter anderem die Pflanze *Astragalus mongholicus* bearbeitet, die in der traditionellen chinesischen Medizin seit 2000 Jahren zur allgemeinen Stärkung der Abwehrkräfte gegen Krankheiten eingesetzt wird. Hauptinhaltsstoffe sind, neben Polysacchariden und Isoflavonoiden, Saponine vom Cycloartan-Typ. Diese sogenannten Astragaloside weisen herzstärkende, entzündungshemmende, antidiabetische, antivirale, Telomerase aktivierende und eine ganze Reihe weiterer Wirksamkeiten auf. Bislang sind ca. 40 dieser Astragaloside identifiziert<sup>7</sup>. Als Qualitätsparameter ist ein Gehalt von 0,04 % Astragalosid IV im Europäischen Arzneibuch vorgeschrieben, was einer Konzentration von 400 mg/kg entspricht.



Abb. 40: Handelsmuster von *Radix astragali*

Ziel dieser Projektarbeit war die Isolierung und Strukturaufklärung einer nicht identifizierten Hauptverbindung aus der Gruppe der Astragaloside.

#### Methode

Die Extraktion einer größeren Menge des Handelsmusters von *Radix astragali* (Abbildung 40) erfolgte mit Acetonitril-Wasser im Ultraschallbad. Zur Trennung des Rohextraktes wurde an Kieselgel in offener Säulenchromatographie unter Vakuumabsaugung vorgereinigt und mit präparativer Umkehrphasenchromatographie endgereinigt. Zur Darstellung eines stabilen Derivates für die Strukturaufklärung mittels Kernspinresonanzspektroskopie wurde ein Methylester der Zielverbindung synthetisiert. Einzelne Fraktionen wurden mit Dünnschichtchromatographie und Anfärbung mit Anisaldehyd-Schwefelsäurereagenz untersucht, sowie an RP-HPLC (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie) mit Lichtstreuungsdetektion analysiert. Die Identifizierung einzelner Astragaloside (AS) erfolgte über Retentionszeitvergleich käuflicher Standards. Die Referenzsubstanzen AS I – AS IV wurden von PhytoLab, Vestenbergsgreuth bezogen.

#### Ergebnis

Astragaloside sind chemisch betrachtet Glykoside (hydrophil) von Sterinen (lipophil) mit amphiphilen Eigenschaften und als solche sollten sie sich aus den Wurzeln mithilfe mitelpolarer und wässrig-alkoholischer Lösungen leicht extrahieren lassen. Umfangreiche Extraktionen eines Musters von *Radix astragali* aus dem Handel mit verschiedenen, neutralen organischen Lösungsmitteln zur Etablierung einer Analysenmethode für Astragalosid IV zeigten jedoch, dass AS IV allenfalls in Spuren vorkommt, weit unter dem gefor-

<sup>7</sup> Current Organic Chemistry, 2010, 14, 1792-1807

erten Konzentrationsbereich von 400 mg/kg. Als Hauptinhaltsstoff wurde AS I identifiziert. In den Hochdruckflüssigchromatogrammen erschien regelmäßig eine zweite Verbindung, die kurz nach AS I eluierte und vom Peakhöhenverhältnis her nahe an die Konzentration von AS I heranreichte. Die Peakhöhen dieser zunächst unbekanntes zweiten Hauptverbindung und von AS I verringerten sich jedoch nach Extraktion mit einem basischen Lösungsmittel und es konnte nun AS IV in den gewünschten Mengen detektiert werden, was darauf hindeutet, dass AS IV nicht genuin in der Wurzel vorkommt, sondern in Form von hydrolysierbaren Derivaten gespeichert wird (Abbildung 41).

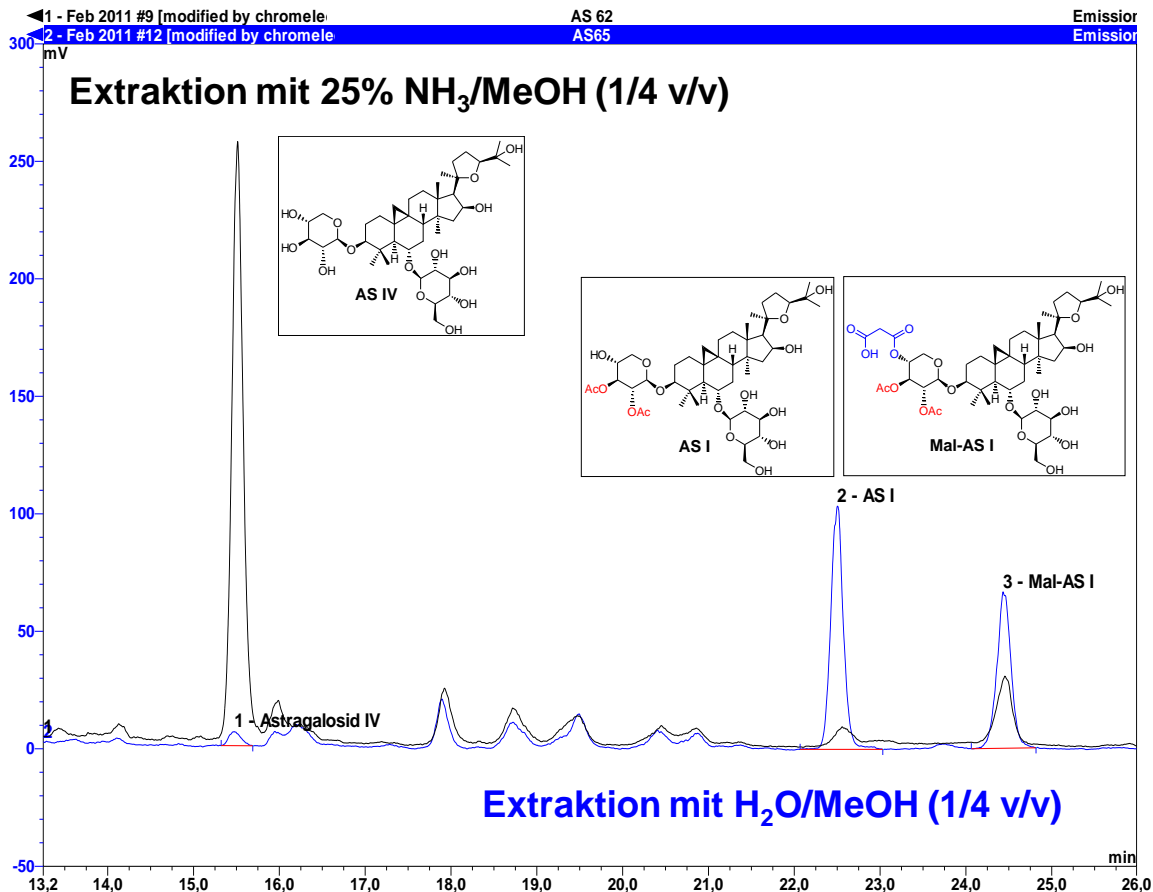


Abb. 41: Überlagerte HPLC-Chromatogramme eines neutralen (blau) und eines basischen Extraktes (schwarz) von *Radix astragali* sowie Strukturformeln ausgewählter Astragaloside

Vielfältige Versuche zur Isolierung dieser Substanz erwiesen sich als schwierig, da sich die Zielverbindung als äußerst instabil erwies und nach diversen Aufreinigungsschritten oftmals nur AS IV zu erhalten war. Aus dem Laufverhalten auf Kieselgel Dünnschichtplatten ließ sich ableiten, dass die Zielverbindung eine freie Säuregruppe enthalten könnte, was durch eine Veresterung mit Trimethylsilyldiazomethan auch bestätigt werden konnte. In Form ihres Methylesters war die Substanz nun deutlich stabiler und so ließ sich eine genügende Menge zur Aufklärung der Struktur isolieren. Bei der zweiten Hauptkomponente handelte es sich demnach um den Malonsäureester von AS I (Mal-AS I), was durch NMR-spektroskopische Messungen an der Uni Graz bestätigt wurde [1]. Die Verbindung erwies sich nicht als neuer Naturstoff, sondern wurde unlängst in China aus Ra-

dix astragali isoliert und erstmals charakterisiert<sup>8</sup>. Malonylastragalosid I wurde auch in den Pflanzen der LfL als zweiter Hauptinhaltsstoff nachgewiesen. Es konnte bislang jedoch noch keine Quantifizierung durchgeführt werden, infolge der mangelnden Stabilität der Substanz bei den umfangreichen Versuchen zur Reindarstellung der Verbindung als Standardsubstanz. Über biologische Aktivitäten von Malonylastragalosid I wurde bislang noch nichts berichtet.

[1] M. Monschein, K. Ardjomand-Woelkart, J. Rieder, I. Wolf, B. Heydel, O. Kunert, H. Heuberger, R. Bauer; Accelerated sample preparation and formation of astragaloside IV in Astragali Radix, *Pharm. Biol.*, 2014, 52(4), 403–409

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: Dr. J. Rieder  
Projektdauer: 2011-2013  
Kooperation: Dr. H. Heuberger, IPZ 3d,  
Dr. M. Monschein, Prof. R. Bauer, Uni Graz

---

<sup>8</sup> *J. Sep. Sci.*, 2010, 33, 570–81.

### 2.3.12 Analysen zur Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes 2013

#### Zielsetzung

Atrazin wurde als Herbizid bis zum Anwendungsverbot 1991 bei verschiedenen landwirtschaftlichen Kulturen in Deutschland eingesetzt, wobei es auf die Photosynthese von Pflanzen durch Unterbindung des Elektronentransports wirkt. Atrazin ist auf Organismen unterschiedlich giftig. Die Kontrolle des Atrazin-Anwendungsverbotes im Vollzug der Pflanzenschutzmittel-Anwendungsverordnung erfolgt in Zusammenarbeit mit IPS.

#### Methode

Im Jahr 2013 wurden insgesamt 98 Proben untersucht. 88 Proben stammten aus Maisanbauflächen, wovon 80 Proben aus 4 ausgewählten Verdichtungsgebieten gezogen wurden. Weitere 10 Proben wurden zufällig ausgewählt, 1 Probe war ein Verdachtsfall. 7 Betriebe mit Christbaumkulturen wurden nach Zufallsauswahl überprüft.

Die Proben wurden in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Bioanalytik der TU München zunächst einem Atrazin-spezifischen ELISA-Screening (enzyme-linked-immunosorbent-assay) unterzogen (Abbildung 42). Alle Proben wurden auch mittels HPLC-Analyse (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie) und anschließender UV-Detektion überprüft. Die Nachweisgrenze der HPLC-Methode lag bei 7 µg/kg.

#### Ergebnis

Das Screening-Ergebnis des ELISA ergab, dass keine Probe über dem Grenzwert von 100 µg/kg lag. Von zwei eingeschleusten positiven Proben wurde jedoch im ELISA nur eine als solche erkannt, daher wurden alle Proben mittels Ultraschall extrahiert und mit HPLC-UV gemessen. Atrazin wurde in einer Probe gefunden. Vielfältige Untersuchungen der positiven Probe (detaillierte Information dazu im nachfolgenden Bericht) ergaben Werte von 37 µg/kg bis 63 µg/kg, was unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Wiederfindungsraten einer Atrazinkonzentration von 49 µg/kg bis 90 µg/kg entspricht. Damit wurde die Konzentration des Grenzwertes von 100 µg/kg, ab dem von einer eindeutigen Anwendung auszugehen ist, nicht überschritten.



Abb. 42: Zur Trocknung ausgelegte Bodenprobe

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen, Dr. J. Rieder  
Kooperation: Dr. J. Huber, IPS 1b  
Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.13 Untersuchung einer Atrazin enthaltenden Bodenprobe mit unterschiedlichen Extraktionsmethoden

#### Zielsetzung

Für das Herbizid Atrazin (Abbildung 43) gilt ein Anwendungsverbot, das über ein Monitoring-Programm kontrolliert wird. Im Rahmen dieses Programms wurde eine Atrazin-positive Probe aus dem Überwachungsprogramm der LfL des Jahres 2013 mit unterschiedlichen Extraktionsmethoden und anschließender HPLC-UV-Analytik untersucht, um die Höhe der vorhandenen Atrazinbelastung abzusichern.

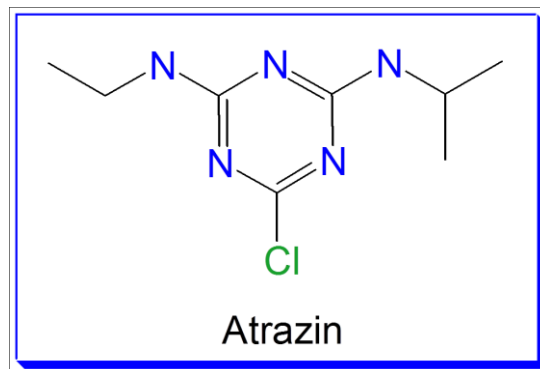


Abb. 43: Strukturformel von Atrazin

#### Methoden

Die Bodenprobe wurde von groben Steinen befreit, gesiebt und luftgetrocknet (Abbildung 42). Der trockene Boden wurde mit dem Retsch Backenbrecher BB51 vermahlen. Anschließend erfolgten verschiedene Extraktionsverfahren, um deren Einfluss auf die Quantifizierung mittels HPLC-Analytik (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie) zu bestimmen:

##### #1 Soxtherm

Diese Extraktion wird routinemäßig in AQU1b für die Atrazinmessungen mittels HPLC ausgeführt.

In die Extraktionshülse werden 10,0 g Boden eingewogen und mit 140 ml Aceton am Soxtherm extrahiert. Der Extrakt wird in einen Spitzkolben über Papierfilter filtriert, mehrfach mit Aceton nachgespült und am Rotationsverdampfer bis zur Trockene eingengt. Der Rückstand wird mit 5 ml Acetonitril/H<sub>2</sub>O 1/9 (v/v) im Ultraschallbad gelöst und ein Aliquot (ca. 1 ml) wird durch einen Nylonfilter in ein Probenglas filtriert und mittels HPLC-Analytik gemessen.

##### #2 Ultraschall (U-Bad)

Nach Literaturvorschrift: Journal of Chromatography A, 823, 1998, 3-9

In ein 100 ml Schraubglas werden 10,0 g Boden eingewogen, mit 20 ml Aceton versetzt und 15 Minuten im Ultraschallbad extrahiert. Der Extrakt wird über Faltenfilter filtriert, dreimal mit Aceton nachgespült und am Rotationsverdampfer bis zur Trockene eingengt. Der Rückstand wird mit 5 ml Acetonitril/H<sub>2</sub>O 1/9 (v/v) im Ultraschallbad gelöst und ein Aliquot (ca. 1 ml) wird durch einen Nylonfilter in ein Probenglas filtriert und mittels HPLC-Analytik gemessen.

##### #3 Schütteln

Diese Extraktion wird routinemäßig in AQU1b für das Atrazinmonitoring mittels ELISA durchgeführt.

In ein 100 ml Schraubglas werden 10,0 g Boden eingewogen, mit 50 ml Wasser (bidest.) versetzt und 16 h auf dem Horizontalschüttler extrahiert. Die Lösung wird zentrifugiert (3000 U · min<sup>-1</sup>), ein Aliquot von 30 ml mit einer Glaspipette entnommen und in einem Spitzkolben am Rotationsverdampfer bis zur Trockene eingengt. Der Rückstand wird mit

3 ml Acetonitril/H<sub>2</sub>O 1/9 (v/v) im Ultraschallbad gelöst und ein Aliquot (ca. 1 ml) wird durch einen Nylonfilter in ein Probenglas filtriert und mittels HPLC-Analytik gemessen.

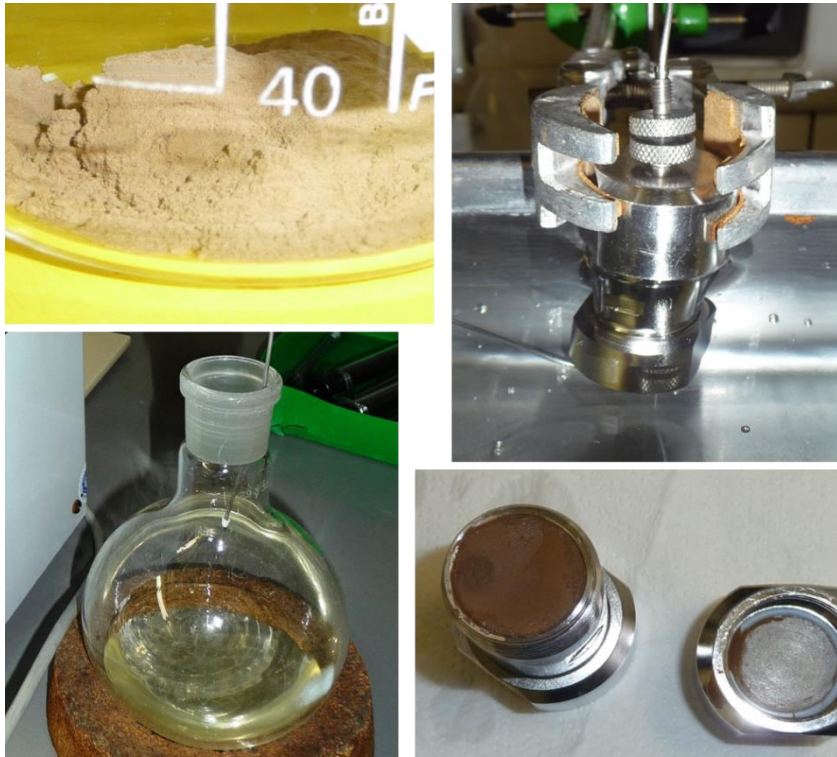


Abb. 44: Ultraschall-extraktion unter Hochdruck mittels einer HPLC-Anlage: vermahlene Bodenprobe (links oben), gefüllte Säule im Ultraschallbad (rechts oben), geöffnete Säule nach der Extraktion (rechts unten), Extrakt im Rundkolben (links unten)

#### #6 Ultraschallunterstützte HPLC (HPLC-U-Bad)

In eine leere HPLC-Säule (20 x 50 mm) mit Stahlfritten werden 10,0 g Boden eingewogen, mit der HPLC verbunden und im Ultraschallbad für 20 Minuten bei einem Fluss von 10 ml/min mit Aceton extrahiert (Abbildung 44). Der Extrakt wird bis zur Trockene eingengt, der Rückstand wird mit 5 ml Acetonitril/H<sub>2</sub>O 1/9 (v/v) im Ultraschallbad gelöst und ein Aliquot (ca. 1 ml) wird durch einen Nylonfilter in ein Probenglas filtriert und mittels HPLC-Analytik gemessen.

#### #8 QuEChERS

In ein Zentrifugenröhrchen (50 ml) werden 10,0 g Boden eingewogen und mit Wasser (6 ml) versetzt. Es wird kurz stark geschüttelt und anschließend 30 Minuten zum Quellen stehen gelassen. Darauf erfolgt Zugabe von Acetonitril (10 ml), es wird erneut intensiv durchgeschüttelt, vier Stunden auf dem Horizontalschüttler extrahiert und anschließend zentrifugiert (4 min bei 4000 U · min<sup>-1</sup>). Das Röhrchen wird anschließend 30 min im Eisbad gekühlt, und ein Aliquot (10 ml) in ein neues Zentrifugenröhrchen (50 ml) überführt, in dem Salze vorgelegt sind (4 g MgSO<sub>4</sub> + 1 g NaCl + 1 g Na<sub>3</sub>Citrat-Dihydrat + 0.5 g Na<sub>2</sub>HCitrat-Sesquihydrat, EN 15562 Methode). Es wird intensiv geschüttelt, im Eisbad gekühlt (große Hitzeentwicklung) und ein Aliquot des Überstandes (5 ml) in ein zweites mit Salz gefülltes Zentrifugenröhrchen (Volumen 15 ml mit 900 mg MgSO<sub>4</sub>, 150 mg PSA – Primäre und sekundäre Amine) gegeben und eine Minute stark geschüttelt. Die Salze werden abzentrifugiert und der Überstand (4 ml) mittels Pipette in ein Reagenzglas überführt und der flüssige Überstand mit Druckluft abgeblasen. Der Rückstand wird mit 1 ml Acetonitril/H<sub>2</sub>O 1/9 (v/v) aufgenommen und über Nylonfilter (13 mm, 0.45 µm) in ein HPLC-Probenglas filtriert.

Bestimmung der Wiederfindung bei allen Methoden (mit Ausnahme Methode #1)

Je 10.0 g Boden werden mit 100 µl Atrazin Standard (10 ng/µl) in Acetonitril versetzt und über Nacht offen im Abzug stehen gelassen. Dies entspricht einer zugegeben Menge von 100 µg Atrazin/kg Boden.

HPLC-Trennbedingungen

Säule: Kromasil C18, 5 µm, 250 x 4,6 mm mit Vorsäule; Laufmittel: Linearer Gradient von 20 % auf 80 % Acetonitril, 1 ml/min, 0,1 % TFA; Injektionsvolumen: 100 µl; Detektion: DAD 200-600 nm, 220 nm; Nachweisgrenze: 7 µg/kg

**Ergebnis**

Tab 12: Übersicht und Ergebnisse der verschiedenen Extraktionsmethoden für Atrazin aus Bodenproben

Extr. -Nr. und -Art	Zeit	LM	MW	STABW	RSD	WF	Anzahl
			[mg/kg]	[mg/kg]	%	%	n
1/Soxtherm	2 h	Aceton	0,048			(77)	
2/U-Bad	15 min	Aceton	0,037	0,002	5	77	3
3/Schütteln	16 h	Wasser	0,051	0,002	4	60	2
6/HPLC-U-Bad	20 min	Aceton	0,063	0,007	12	80	4
8/QuEChERS	4 h	Wasser/ACN	0,059	0,002	3	66	4

LM: Lösungsmittel, MW: Mittelwert, STABW: Standardabweichung, RSD: relative Standardabweichung, WF: Wiederfindung

Der im Routinebetrieb mit Methode #1 ermittelte Wert ergab 0.048 mg/kg (0,062 mg/kg unter Berücksichtigung der Wiederfindung, die in diesem Fall anhand einer anderen, unbelasteten Probe bestimmt wurde).

Die literaturbekannte Methode #2 mittels Ultraschallextraktion ergab einen leicht geringeren Wert von 0,037 mg/kg (0.049 mg/kg unter Berücksichtigung der Wiederfindung), was in der einfachen Extraktion und geringen Extraktionszeit begründet ist. Jedoch eignet sich diese Methode gut für ein schnelles Screening einer größeren Probenanzahl und es ist angedacht, zukünftig das ELISA-Screening damit zu ersetzen.

Im Zuge dieser Arbeiten wurde auch die Wasserextraktionsmethode #3 überprüft, die seit längerer Zeit Anwendung findet, um die Proben zum ELISA-Screening vorzubereiten. Diese Extraktion ergab einen Messwert von 0,051 mg/kg. Die Wiederfindung bei der Wasserextraktion lag allerdings bei niedrigen 60 %, was zu einem rechnerischen Wert von 0,085 mg/kg unter Berücksichtigung der Wiederfindung führt.

Die kontinuierliche Extraktion #6 der Probe in einer Stahlsäule mittels einer HPLC-Pumpe unter Ultraschall ergab den höchsten Wert innerhalb der Extraktionsreihe. Es wurde 0,063 mg/kg Atrazin gemessen. Auch zeigte die Wiederfindung dieser Extraktion, die zu 80 % bestimmt wurde, dass damit das schwer zu extrahierende Atrazin gut gelöst werden kann. Mit Wiederfindung ergab sich ein Wert von 0,078 mg/kg.

Die in der Pestizidanalytik mittlerweile verbreitete QuEChERS-Aufreinigung #8 ergab 0,059 mg/kg, was unter Berücksichtigung der Wiederfindung den höchsten Wert mit

0,090 mg/kg ergab, der schon nahe beim Grenzwert von 100 µg/kg liegt. Die Wiederfindung lag bei der QuEChERS-Aufreinigung jedoch mit 66% auf recht niedrigem Niveau, ähnlich der der reinen Wasserextraktion, was auf ein schlechtes Lösungsvermögen des Acetonitril-Wasser-gemisches zurück zu führen ist. Jedoch spricht die relative Standardabweichung von nur 3% für diese Methode.

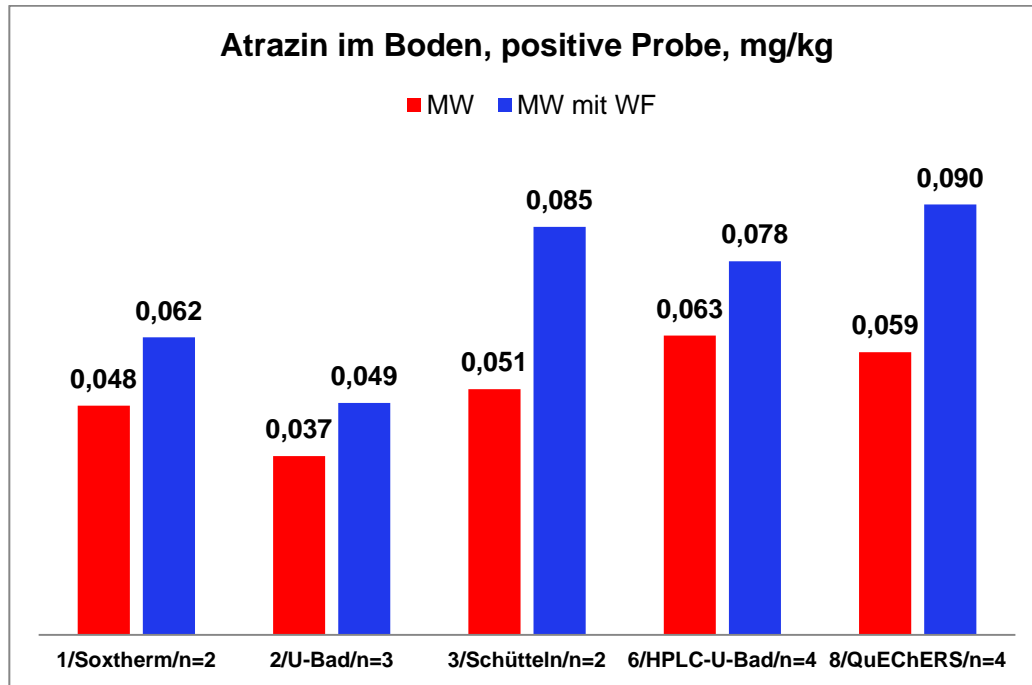


Abb.45: Graphische Darstellung der Atrazinwerte (mg/kg) einer positiven Probe (rot) mit unterschiedlichen Extraktionsmethoden und unter Berücksichtigung der Wiederfindungen (blau).

### Fazit

Die Messungen ergaben, dass Atrazin in der Probe eindeutig nachzuweisen ist und die gemessenen Werte unter Berücksichtigung der jeweiligen Wiederfindungen nahe an dem Grenzwert von 100 µg/kg liegen (Abbildung 45, Tabelle 12). Jedoch konnte mit keiner Methode ein deutlich über dem Grenzwert liegender Gehalt ermittelt werden. Eine Kontrollmessung dieser Probe mittels eines modernen LC-MS-Verfahrens in einem externen Labor ergab einen Wert von 0,07 mg/kg, was eine gute Übereinstimmung mit den hier ermittelten Werten ergibt.

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
 Projektbearbeitung: S. Hadler, G. Clasen, Dr. J. Rieder  
 Projektdauer: Daueraufgabe



### 2.3.14 Bestimmung von Typ-A Trichothecenen mit dem Verdampfungs-Lichtstreuendetektor

#### Zielsetzung

Die Gruppe der Trichothecene umfasst ca. 200 Vertreter von Sesquiterpen-Sekundärmetaboliten, die von diversen Feldpilzen, insbesondere von Fusariumarten, gebildet werden und aufgrund ihrer toxischen Eigenschaften gelegentlich Probleme in der Nahrungskette verursachen können. Während für die Gruppe der Typ-B Trichothecene Nivalenol (NIV) und Deoxynivalenol (DON) an der LfL eine Analytik auf Basis einer Nachsäulenderivatisierung mit Fluoreszenzdetektion seit langem etabliert ist<sup>9</sup>, ist der analytische Nachweis der Typ-A Trichothecene T-2 und HT-2 mit dieser Methode nicht möglich, aufgrund der strukturellen Eigenschaften der Typ-A Trichothecene, die sich in dieser Versuchsanordnung inert verhalten.



Abb. 46: Homogenisierte Maismehlprobe aus einer Laborvergleichsuntersuchung zur Bestimmung von Trichothecenen

Der Verdampfungs-Lichtstreuendetektor ist hervorragend geeignet, nicht volatile Substanzen mit fehlendem Chromophor zu analysieren, zum Beispiel Inhaltsstoffe von Heilpflanzen (siehe auch Beitrag Astragaloside in *Astragalus mongholicus*). Allerdings bewegen sich bei der Analytik von Pflanzeninhaltsstoffen die Konzentrationsbereiche im Bereich von 0,01 bis 10 % (100 mg/kg – 100 000 mg/kg), was um Größenordnungen über den geforderten Leistungskriterien der EU Empfehlung (2013/165/EU) für Typ-A Trichothecene in Lebensmitteln liegt. Diese sieht eine Bestimmungsgrenze von 5 µg/kg je Toxin bzw. 10 µg/kg je Toxin für unverarbeitetes Getreide vor. Für analytische Screening-Methoden sollte eine Nachweisgrenze von 25 µg/kg für die Summe der Toxine erreicht werden.

Ziel der durchgeführten Versuche zum Nachweis von Typ-A Trichothecenen in Getreide war es zu prüfen, inwieweit eine valide HPLC-Analytik (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie) mittels Verdampfungs-Lichtstreuendetektor im Konzentrationsbereich von 100 µg/kg durchführbar ist.

#### Methode

Eine Maismehlprobe (Abbildung 46) aus einer Laborvergleichsuntersuchung wurde mit Acetonitril-Wasser auf dem Magnetrührer extrahiert und über Papierfilter filtriert. Die Vorreinigung des Extraktes erfolgte an Aluminiumoxid-Aktivkohle in einem Festphasensäulchen und das resultierende Eluat wurde am Rotationsverdampfer zur Trockene eingengt. Der Rückstand wurde anschließend mit Methanol-Wasser aufgenommen, entsprechend der Vorschrift mit Wasser versetzt und über eine Immunoaffinitätssäule gereinigt. Die Analyten wurden mit Methanol von der Säule eluiert, das Lösungsmittel wurde abgeblasen und der Rückstand in 200 µl Laufmittel konzentriert.

<sup>9</sup> LfL Schriftenreihe, Agrarforschung hat Zukunft, 2013, 141-147

Die chromatographische Trennung wurde mittels HPLC auf einer RP-Phase mit linearer Gradientenelution erreicht, wobei die Einstellungen am Verdampfungsdetektor bei 3,5 bar Druckluft (Vordruck) und 40 °C lagen. Gemessen wurde in der höchsten Empfindlichkeitsstufe. Das Injektionsvolumen betrug 100 µl.

## Ergebnis

Aus der Kalibriergeraden, die im unteren Konzentrationsbereich erwartungsgemäß einen exponentiellen Verlauf aufweist, wird deutlich, dass sich die Nachweisgrenze bei ca. 0,25 mg/l befindet. Eine Konzentration von 0,5 mg/l, entsprechend 0,5 ng/µl, gibt eindeutig zu erkennende Peaks (Einschub in Abbildung 47). Dies war die Ausgangssituation, an die die Aufreinigungsschritte anzupassen waren, um die beiden Verbindungen zu detektieren. Für die drei zu erwartenden Konzentrationsbereiche von 10 µg/kg für niedrige Kontamination über 100 - 500 µg/kg im mittleren Kontaminationsbereich bis zu 1000 µg/kg für hohe Belastungen sind 10 g Probenmaterial für den kleinsten Bereich, 1 - 0,2 g für den mittleren und lediglich 0,1 g Probenmaterial als Grammäquivalente in den angestrebten 200 µl Endvolumen zu konzentrieren (Tabelle 13).

*Tabelle 13: Übersichtstabelle zur Abschätzung der benötigten Probenmenge, um mindestens eine Konzentration von 0,5 mg/l T-2- bzw. HT2-Toxin in der Messlösung zu erreichen*

Bestimmungsgrenze ca. 0,5 ppm = 0,5 ng/µl			
Erwartungswerte		Toxinmenge pro Gramm Probe in 200 µl	benötigte Menge Probe
kleinster	10 µg/kg	10 ng/200 µl = 0,05 ng/µl	10 g
mittel	100-500 µg/kg	100-500 ng/200 µl = 0,5 - 2,5 ng/µl	1 - 0,2 g
hoch	1000 µg/kg	1000 ng/200 µl = 5 ng/µl	0,1 g

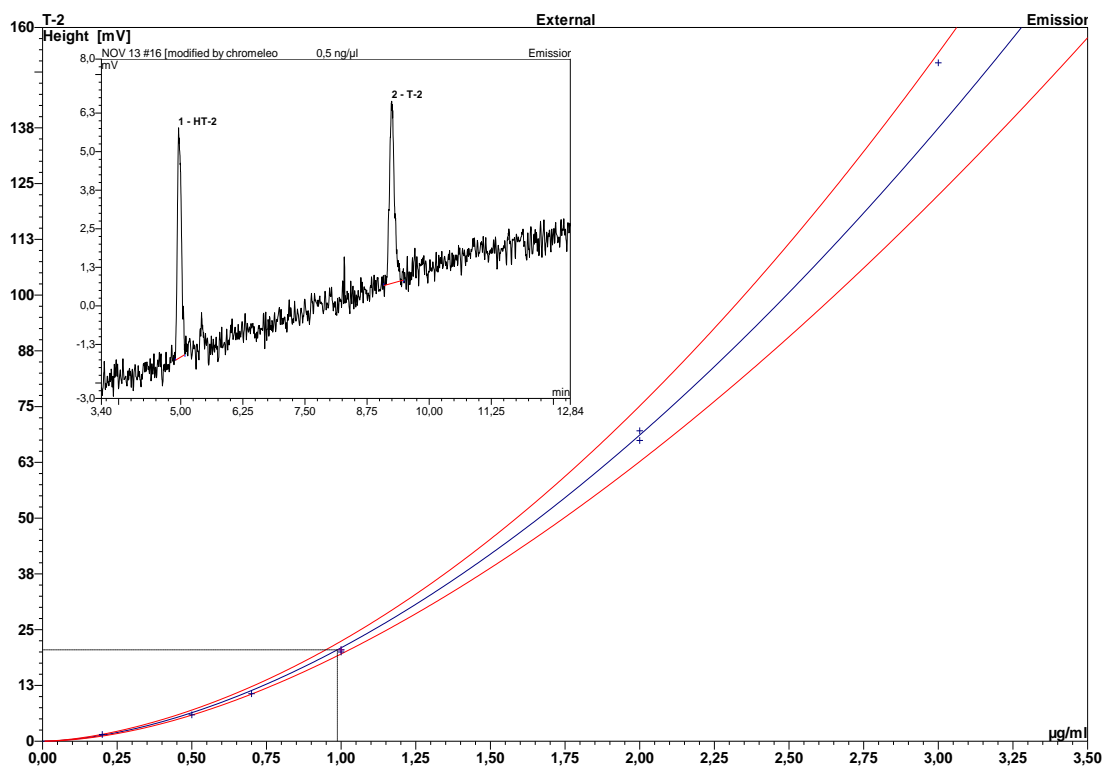


Abb. 47: Kalibriergerade von T-2-Toxin und Chromatogramm (Einschub) des 0,5 ng/µl Mischstandards

Für die Untersuchung wurde von einem Wert ausgegangen, der für jedes Toxin um oder leicht über dem diskutierten Grenzwert von 100 µg/kg liegen sollte. Entsprechend wurde die Versuchsanordnung so gewählt, dass das Äquivalent von 2 g Probenmaterial in den 200 µl Laufmittel aufgenommen wurde. Das Chromatogramm (Abbildung 48) zeigte zwei klar getrennte Peaks, die in einem Bereich eluierten, der weitgehend frei von Störpeaks erschien. Versuche zur Wiederfindung ergaben Raten von 79 % für HT-2 und 71% für T-2. Unter Berücksichtigung der Wiederfindungsraten wurden Werte von 146 mg/kg für T-2 und 190 mg/kg für HT-2 ermittelt. Damit lagen die gemessenen Werte lediglich um 10,4 % (T-2) und 14,0 % (HT-2) unter dem Mittelwert der Laborvergleichsmessung, sind also als valide zu betrachten.

Somit konnte gezeigt werden, dass durch rationale Versuchsplanung auch in dem niedrigen Messbereich von 100 µg/kg Typ-A Trichothecene in der Matrix Mais mit dem im Vergleich zu modernen LC-MS-Methoden deutlich unempfindlicheren Verdampfungs-Lichtstreuendetektor gute Analysenergebnisse zu erarbeiten sind. Weitere Versuche werden zeigen, inwieweit die Methode reproduzierbare Ergebnisse bringt, ob sie sich auch auf andere Getreidearten ausweiten lässt und insbesondere, ob sich die Typ-A Trichothecene in den Brotgetreiden Weizen und Roggen damit nachweisen lassen.

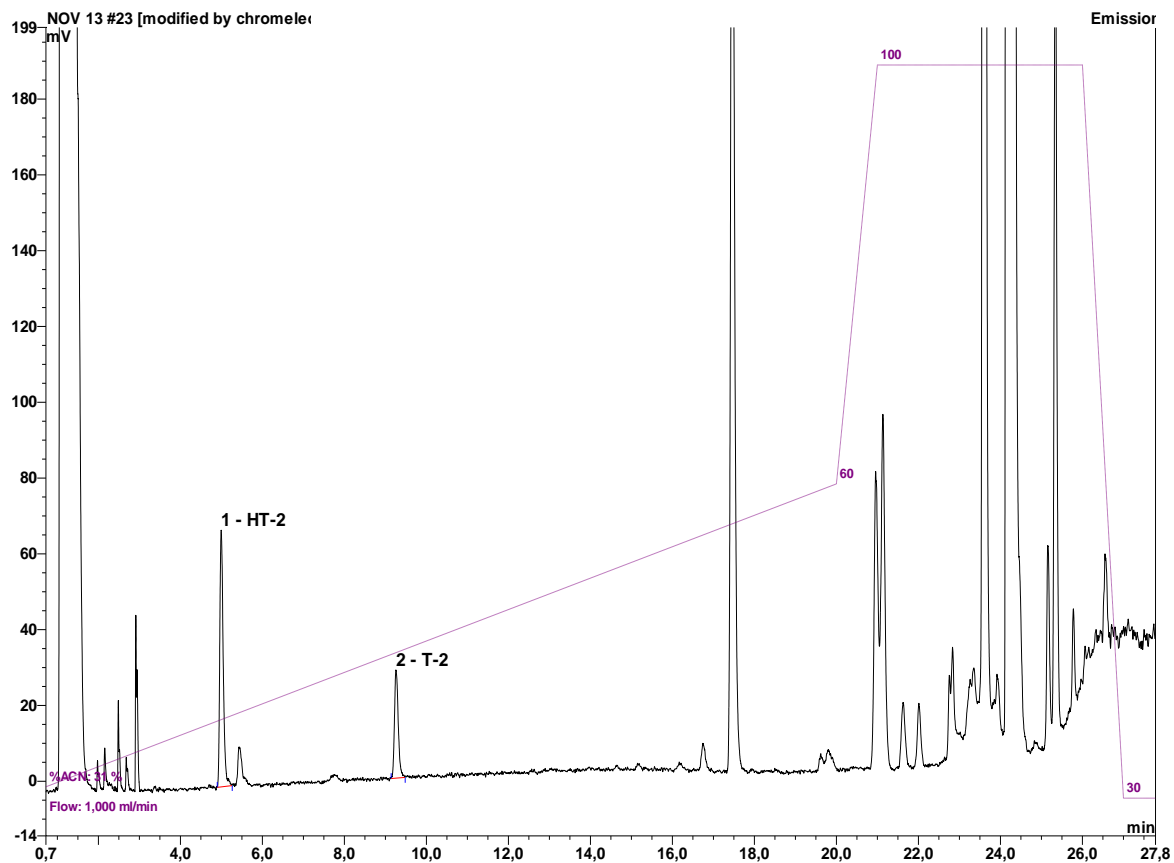


Abb. 48: HPLC-Chromatogramm der Maismehlprobe mit T-2 und HT-2 Peaks

Projektleitung: Dr. J. Rieder  
Projektbearbeitung: G. Clasen  
Projektdauer: 2013

### 2.3.15 Mikrobiologische Prozessoptimierung in der Biogastechnologie – Diagnostik der mikrobiellen Populationen und Identifizierung von Schlüsselorganismen in Biogas-Fermentern

#### Zielsetzung

Biogas kann fossile Energieträger ersetzen und dabei Treibhausgasemissionen verringern. Aktuell gibt es ca. 7.800 Biogasanlagen in Deutschland. Der größte Teil wird mit landwirtschaftlichen Substraten zur Gewinnung von Strom, Wärme und für den Bereich Mobilität betrieben (Abbildung 49).

Der Energieträger Methan im Biogas wird von methanogenen Archaeen produziert. Nur diese Organismen können nach bisheriger Kenntnis signifikante Mengen an Methan produzieren. Allerdings ist die Kultivierung methanogener Archaeen unter anaeroben Bedingungen problematisch. Sehr viel besser werden molekularbiologische Methoden für die spezifische Quantifizierung bestimmter mikrobieller Populationen und für Analysen ihrer Zusammensetzung eingesetzt. Für die Gilde der Methanogenen dient *mcrA/mrtA* (Methyl-Coenzym M-Reduktase Untereinheit A, EC:2.8.4.1) als Zielgen, das für das Schlüsselenzym der Methanogenese codiert.



Abb. 49: Biogasentwicklung aus Pflanzensubstrat

Im Rahmen des Vorhabens werden molekularbiologische Frühwarnsysteme entwickelt, die eine Prozessversäuerung schneller als konventionell eingesetzte Parameter anzeigen. Damit können Prozessstörungen früher erkannt und Gegenmaßnahmen möglicherweise rechtzeitig eingeleitet werden, um einem Prozesszusammenbruch mit unter Umständen gravierenden Konsequenzen für Ökonomie und Ökologie vorzubeugen.

#### Methode

Fermenterbetrieb und Bereitstellung von Fermenterproben aus verschiedenen Betriebsvarianten und Aktivitätszuständen obliegen dem Institut für Landtechnik und Tierhaltung ILT 2a und ILT 2c. Es werden verschiedene Biogasanlagen und unterschiedliche Prozesszustände mit für Bayern typischen Substraten untersucht. Ein Fokus liegt aktuell auf der Vergärung von Grünlandaufwuchs.

Populationsanalysen (Direkt-PCR-Klonierung) und Quantifizierung (quantitative Real-Time-PCR) des Schlüsselgens der Methanogenese (*mcrA/mrtA*) werden für die qualitativen und quantitativen Untersuchungen der methanogenen Archaeen eingesetzt. Es werden sowohl die gesamte Population (auf DNA-Ebene) als auch spezifisch die aktive Fraktion (auf mRNA- bzw. cDNA-Ebene) untersucht. Mit den Ergebnissen werden Markerorganismen (Bioindikatoren) identifiziert, „Benchmarks“ für verschiedene Prozesszustände erstellt und die molekularbiologische Analytik (Biomarker) sowie Frühwarnsysteme (Metabolischer Quotient, MQ; cDNA/DNA-Verhältnis, Abbildung 50) zur rechtzeitigen Erkennung von Prozessstörungen entwickelt.

## Ergebnisse

Die molekularbiologischen Untersuchungen ergaben für mesophile, mit Mais betriebene Fermenter einen funktionellen Zusammenhang zwischen der Methanproduktivität und der Konzentration von Methanogenen (spezifische 'Norm-Aktivität'). Dabei konnten verschiedene Prozesszustände differenziert werden. Hieraus wurde das molekularbiologische Frühwarnsystem Metabolischer Quotient (MQ) als Indikator für Stressmetabolismus entwickelt, das bis zu 1 Monat früher als z.B. der konventionelle Parameter FOS/TAC eine Versäuerung anzeigt. Ein Beispiel ist in der Abbildung 50 zu sehen.

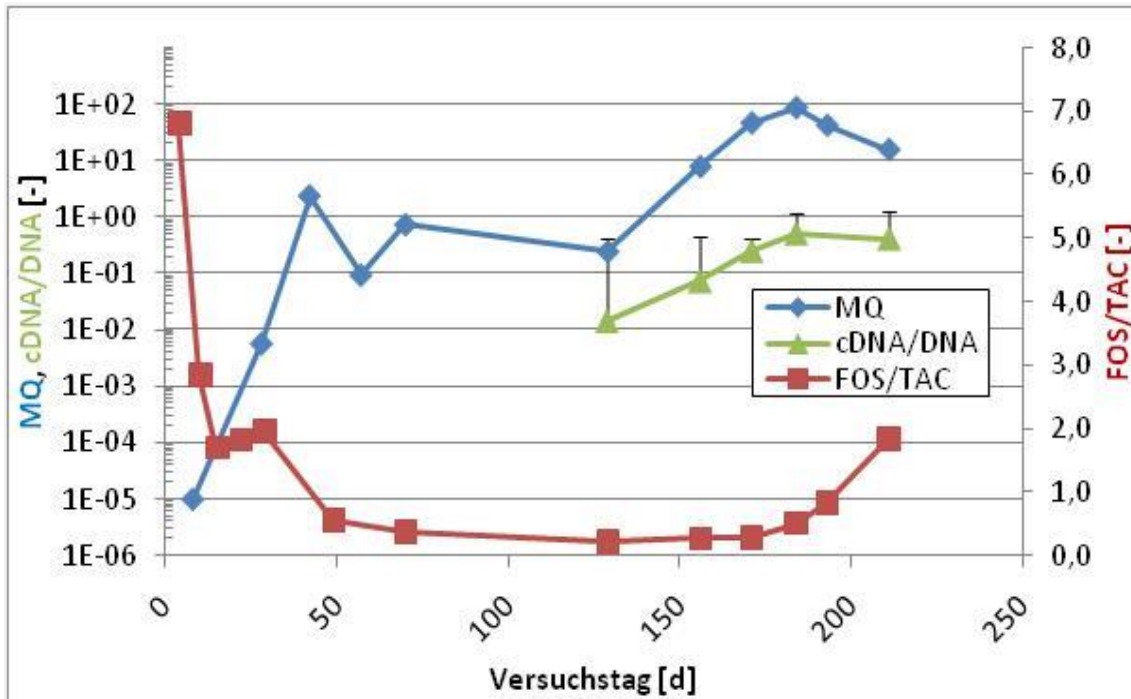


Abb. 50: Methanproduktivität, Metabolischer Quotient (MQ) und cDNA/DNA-Verhältnis in einem mit Maissilage betriebenen, an Spurenelementen verarmten Fermenter

In der an Spurenelementen verarmten Kontrolle (Kobalt und Selen) und den beiden supplementierten Varianten wurde nach anfänglicher Versäuerung, Aushungern und Regelbetrieb wurde mit steigender Raumbelastung und Versuchsdauer ein deutlicher Anstieg des MQ festgestellt, die in der Kontrolle (Abbildung 50 sogar den Wert 100 erreichte). Die kritische MQ-Schwelle von ca. 3, die Stressmetabolismus anzeigt, wurde etwa 2 Wochen bevor der FOS/TAC Wert anstieg erreicht. Aktuell wird der Parameter MQ bei unterschiedlichen Prozessbedingungen (Temperatur, Substrat) getestet und evaluiert.

Als weitere Entwicklung gibt das cDNA/DNA-Verhältnis Auskunft über die Aktivität einer betrachteten Gilde im Gärgemisch. Untersuchungen von mehreren Laborfermentern und Praxisanlagen zeigte für *mcrA/mrtA* ein Norm-Verhältnis zwischen 0,01 und 0,1. Prozesse im Hochlastbetrieb erreichen Werte um ca. 1,0. In dem an Spurenelementen verarmten Fermenter stieg das cDNA/DNA-Verhältnis mit steigender Raumbelastung von 0,01 auf ca. 1,0 an (Abbildung 50). Mit steigendem Substrateinsatz wurde also ein deutlicher Anstieg der Transkription bzw. der metabolischen Aktivität festgestellt. Bei zwei überwiegend mit Grassilage betriebenen Praxisanlagen wurden allerdings deutlich höhere

Aktivitäten mit *mcrA/mrtA* cDNA/DNA-Verhältnissen zwischen 1 und 20 gemessen. Derart hohe Werte wurden bis jetzt in mit Maissilage betriebenen Fermentern noch nicht gefunden. Den Populationsanalysen zufolge waren in den mit Grassilage betriebenen Praxisanlagen bisher noch nicht beschriebene Vertreter (genus 2) der Familie *Methanosarcinaceae* sehr aktiv (Abbildung 51).

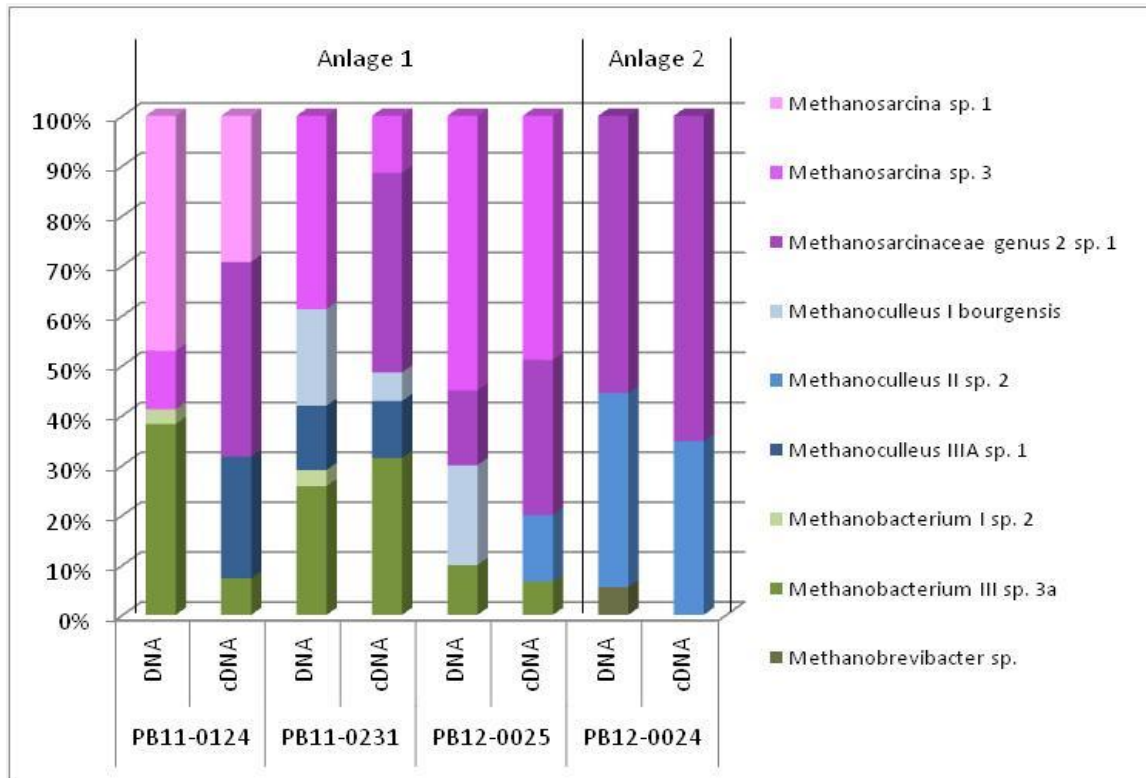


Abb. 51: Populationsanalysen (links Zeitreihe) der gesamten (DNA) und aktiven (cDNA-Ebene) methanogenen Archaeen in zwei überwiegend mit Grassilage betriebenen Praxisanlagen

Dieser methanogene Organismus ist ein möglicher Bioindikator für einen effizienten mesophilen Vergärungsprozess von Grassilage und wird in der Folge genauer untersucht.

In vergleichenden Populationsuntersuchungen zeigte sich, dass die Zusammensetzung der aktiven (cDNA-Ebene) und der gesamten Population (DNA-Ebene) bei Prozessstörungen stark verschieden sein kann. Hier kann offenbar ein kleiner Teil der Methanogenen den Großteil der Methanogenese übernehmen. Die Untersuchung der aktiven Population ist deshalb für die Bewertung des aktuellen Zustands der Biozönose besonders wichtig.

Projektleitung: Dr. M. Lebuhn  
 Projektbearbeitung: B. Munk, E. Madge-Pimentel, Dr. M. Lebuhn  
 Projektdauer: 01.01.2008 – 30.06.2014  
 Finanzierung: StMELF / StMWi

### 2.3.16 Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen

#### Zielsetzung

Dieses Vorhaben wurde im Verbund der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL-AQU), des Instituts für Landtechnik und Tierhaltung der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL-ILT) und des Bayerischen Landesamtes für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL) bearbeitet.

Ziel des Verbundvorhabens war die Verbesserung der Datenlage zum Vorkommen und Verhalten von enterohämorrhagischen *Escherichia coli* (EHEC) und pathogenen Clostridien mit Fokus auf *Clostridium botulinum* in Biogasanlagen.

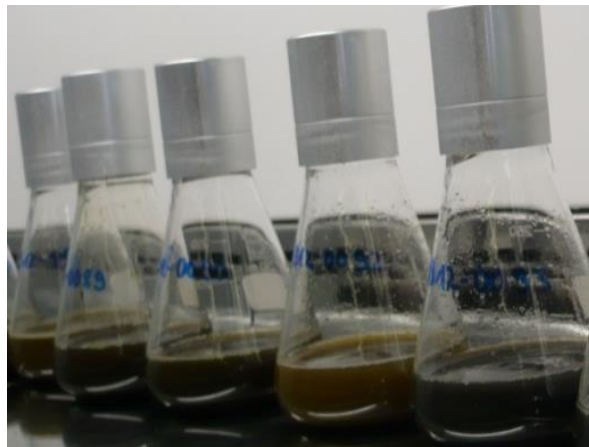


Abb. 52: Anreicherungskulturen für den Nachweis von *C. botulinum*

#### Methode

##### Screening: Vorkommen von EHEC und pathogenen Clostridien in Biogasanlagen

Einsatzstoffe, Gärgemische (Hauptgärer) und Material aus nachgeschalteten Prozessstufen (Nachgärer und Endlager) ausgewählter bayerischer Biogasanlagen wurden auf Anwesenheit von EHEC/EPEC und *C. botulinum* untersucht.

Der Nachweis der Keime erfolgte über eine kombinierte Methode aus kultureller Anreicherung und molekularbiologischem Nachweis durch quantitative Real-Time PCR (qPCR). Die kulturelle Nachweismethode wurde aus den am LGL für Stuhl- bzw. Lebensmittelproben verwendeten Verfahren entwickelt. Diese setzen sich aus 2- bis 3-stufigen Anreicherungsverfahren auch in selektiven Flüssig-Kulturmedien (Abbildung 53) und auf verschiedenen Nährböden zusammen. Die erforderlichen qPCR-Nachweissysteme für die oben genannten Keime wurden entweder von am LGL routinemäßig eingesetzten Systemen abgeleitet oder neu entwickelt, evaluiert und etabliert.

##### Keimträgerversuche: Verhalten von EHEC und pathogenen Clostridien in Biogasanlagen

Vertreter ohne Toxinbildungsvermögen von EHEC (*stx*<sup>-</sup>) und *C. botulinum* (*BoNT*) wurden in Keimträgern mit Gärgemisch in Labor-Fermenter eingebracht (Abbildung 52) und im mesophilen (38 °C) bzw. thermophilen (55 °C) Biogasprozess unterschiedlich lang exponiert. Die Expositionszeiträume betragen für den EHEC *stx*<sup>-</sup>-Stamm bei 38 °C zwischen 6 h und 72 h und bei 55 °C zwischen 30 min und 6 h. Für den *C. botulinum* *BoNT*-Stamm erstreckten sich die Untersuchungszeiträume im Biogasprozess bei 38 °C von 1 d bis 63 d und bei 55 °C von 1 d bis 10 d.

Die Keimzahl des untersuchten Organismus in den Proben wurde mittels einer Most-Probable-Number (MPN)-Analyse bestimmt. Dabei der Sporenbildner *C. botulinum* wurde in zwei parallelen Ansätzen quantifiziert. Zur Bestimmung des Sporenteils wurden

die Sporen in einem Ansatz vor der Inkubation durch Erhitzen der Probe im Medium zur Auskeimung und Vermehrung angeregt, während die vegetativen Zellen im zweiten Ansatz ohne Erhitzungsschritt kultiviert und vermehrt wurden.

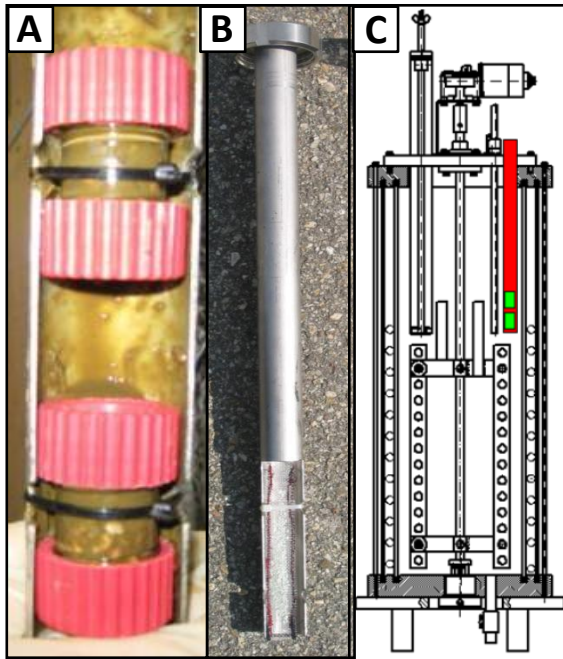


Abb. 53: Keime werden zusammen mit Gärgemisch in Keimträgern (A) fixiert im Keimträgerrohr (B) in die Fermenter eingebracht (C)

## Ergebnisse

Das Screening von insgesamt 157 Proben ergab keinen Nachweis von *C. botulinum*. Es wurden 45 pflanzliche und 17 tierische Substrate, 43 Fermenterinhalt und 52 nachgeschaltete Prozessstufen verschiedener landwirtschaftlicher Biogasanlagen untersucht. EHEC wurden in unterschiedlichem Ausmaß in den einzelnen Kompartimenten nachgewiesen. Pflanzliche Substrate wiesen dabei eine geringe Kontamination auf. Eine deutliche Nachweisquote lag dagegen bei Substraten tierischer Herkunft vor, in Gärgemischen und nachgeschalteten Prozessstufen war sie etwas geringer (Abbildung 54).

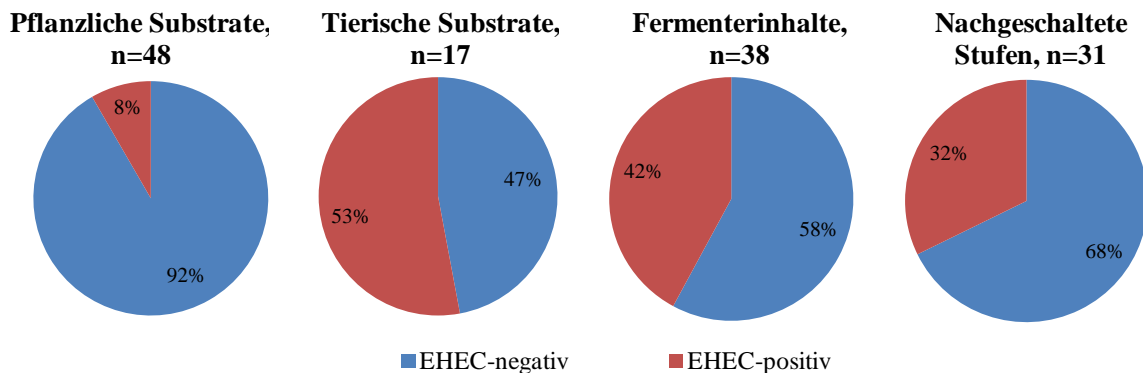


Abb. 54: Qualitativer Nachweis von EHEC in Probenmaterial von 9 Bayerischen Praxis-Biogasanlagen



In den Keimträgerversuchen wurden im mesophilen Biogasprozess sowohl EHEC/EPEC als auch der resistenterere *C. botulinum* in unterschiedlicher Intensität reduziert. Im thermophilen Prozess verlief die Inaktivierung für beide Parameter deutlich schneller.

Die Gesamtkeimzahl von *C. botulinum* (Sporen + vegetative Zellen) wurde nach 63 d bei 38 °C von anfänglich ca.  $10^4$  bis  $10^5$  MPN \* mL<sup>-1</sup> um 1,3 bzw. 2,8 Zehnerpotenzen reduziert. Dies entsprach einer Reduktion um 95,4 % bzw. 99,8 %. Im thermophilen Prozess betrug die Reduktion schon nach 3 d mindestens 99,7 %.

Der *stx*<sup>-</sup>-EHEC-Stamm wurde im mesophilen Prozess innerhalb von 23±1 h um knapp 2 bzw. bis zu 6 Zehnerpotenzen reduziert (97,6 bis 99,9999 %). Die unterschiedlich schnelle Reduktion in den mesophilen Keimträgerversuchen beruht wahrscheinlich auf der Wirkung unterschiedlicher Ammoniak-Konzentrationen in den untersuchten Gärgemischen. Hohe Ammoniak-Konzentrationen gingen mit einer schnelleren Keimzahlreduktion einher. Bei 55°C konnten schon nach 30 min Exposition von anfänglich ca.  $10^8$  MPN \* mL<sup>-1</sup> keine lebensfähigen EHEC/EPEC mehr nachgewiesen werden. Eine Reduktion um 90 % (sog. D-Wert) war damit nach maximal 3,4 min erreicht.

Projektleitung: Dr. M. Lebuhn  
Projektbearbeitung: B. Fröschle, I. Kinker, E. Madge-Pimentel  
Projektdauer: 01.11.2011 – 30.06.2014  
Finanzierung: Bayerisches Staatsministerium für Umwelt und Verbraucherschutz (Projektteil des LGL), Bayerisches Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Projektteil der LfL)

### 2.3.17 Untersuchungen zum Einfluss der Stärkezusammensetzung auf die Backqualität

Stärke gehört zur Stoffgruppe der Kohlenhydrate und kommt in der Natur weit verbreitet vor. Sie wird zu den Reservekohlenhydraten gezählt und ist neben Cellulose, mengenmäßig der bedeutendste Vertreter der Kohlenhydrate. Die Polysaccharide in der Stärke spielen in der Form von Weizen- und Kartoffelstärke, sowohl in der Ernährung des Menschen, als auch in der Industrie eine große Rolle. Amylose hat in der Stärke einen Anteil von etwa 20–30 %. Die Amylose besteht aus langen Ketten und liegt in der räumlichen Form als Helix (Spirale) im Stärkekorn vor. Amylopektin ist der Hauptbestandteil, mit etwa 70–80 %, in der pflanzlichen Stärke (Abbildung 55). Das Polysaccharid Amylopektin ist das größte existierende Biopolymer mit einer molaren Masse von 10 bis 700 Millionen  $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Die D-Glucose-Monomere sind dabei  $\alpha$ -1,4-glycosidisch miteinander verbunden. Im Abstand von 15–25 Zucker-Monomeren gibt es  $\alpha$ -1,6-glycosidisch verknüpfte Seitenketten, wodurch eine unregelmäßige netzartige dreidimensionale Struktur entsteht.

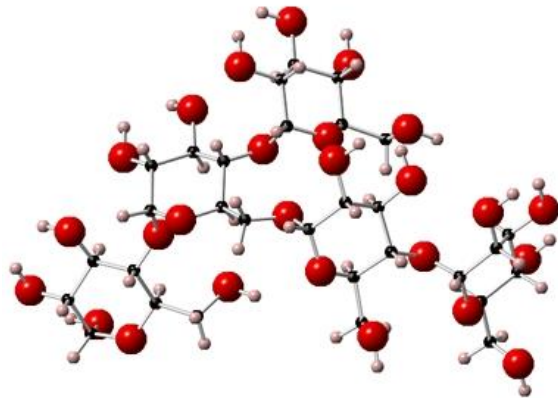


Abb. 55: Amylopektin, dreidimensionale, vernetzte Struktur in der Stärke (schwarze Kugeln sind Kohlenstoffatome, rote Kugeln Sauerstoffatome)

#### Zielsetzung

Die Stärke im Weizen ist, neben dem Eiweiß und dessen Zusammensetzung, der zweitwichtigste Einflussfaktor auf die Eigenschaften von Brot, Brötchen und anderen Backwaren. Da die Zusammensetzung der Stärke in Getreidepartien unterschiedlicher Versuche und Sorten nicht einheitlich ist, liegt die Vermutung nahe, dass das Verhältnis von Amylose und Amylopektin möglicherweise eine wichtige Rolle beim Backen spielt. In der Vergangenheit hat man den Unterschieden in der Zusammensetzung der Stärke keine große Bedeutung beigemessen. Daher wurde im Bereich der Abteilung AQU, in Zusammenarbeit mit der Hochschule Weihenstephan/Triesdorf, ein Verfahren weiterentwickelt, mit dem nun auch die Zusammensetzung der Stärkebestandteile untersucht werden kann.

#### Methode

Die Gesamtmenge Stärke wurde polarographisch nach Hydrolyse als Zuckermonomere gemessen. Die quantitative Differenzierung in Amylose und Amylopektin erfolgte enzymatisch, die Amylose-, Amylopektin Messung wurde photometrisch durchgeführt. Die Backversuche wurden entsprechend dem standardisierten Rapid-Mix-Test (RMT) durchgeführt.

#### Ergebnisse

Die Gesamtstärkemenge lag bei allen untersuchten Mehlen in einem engen Rahmen, bei etwa 70 Prozent. Betrachtet man den Gehalt von Amylose und Amylopektin in diesen Sorten, so stellt man große Unterschiede in der Stärkezusammensetzung fest (Tabelle 14).

Tab. 14: Versuchsergebnisse der Bestimmung der Stärkezusammensetzung bei Mehlen der Sorten Asano und Meister

Sorte	Amylosegehalt	Amylopektingehalt
Asano	27,6 %	72,4 %
Meister	20,8 %	79,8 %

In dem „Brötchenbackversuch“ (RMT) wurden die Teigeigenschaften und die Backqualität bei unterschiedlichen Stärkezusammensetzungen getestet (Abbildung 56).

Bei konventionell angebautem Weizen enthält das Mehl einen Amyloseanteil von 25-30 % in Bezug auf die Gesamtstärke. Die Erhöhung dieses Gehaltes durch die Zugabe vom hochamylosehaltigen Stärken führt beim Backversuch zu helleren und kleineren Brötchen, die eine gleichmäßigere Krumenstruktur aufwiesen. Die Mehle selbst sind durch den gesteigerten Amylosegehalt besser in der Lage Wasser aufzunehmen, was zu einer gesteigerten Teigausbeute und besseren Frischhaltung führt.

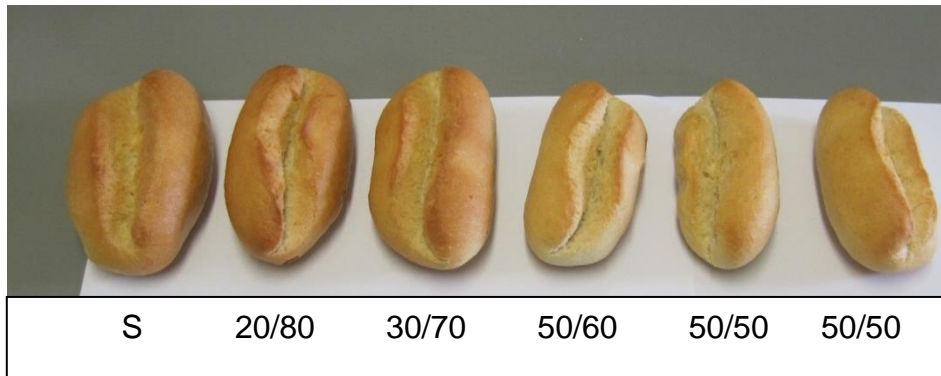


Abb: 56: Einfluss auf die Backqualität: Steigende Konzentrationen von Amylose, zugegeben zum Weizenmehl der Sorte Meister, verändern die Backeigenschaften.

Durch die erweiterten Bestimmungsmöglichkeiten der Amylose/Amylopektin-Stärke ergeben sich neue interessante Möglichkeiten einer Selektion von Getreide für bestimmte Standorte, denn die Stärkezusammensetzung ist u. a. ein Resultat von Sorte, Bodenart, der Düngung und dem vorherrschenden Klima am Anbauort.

Daher ist die Einführung einer neuen, zuverlässigen Methode zur Bestimmung der Stärkezusammensetzung, neben der Stärkemenge eine Verbesserung des Dienstleistungsangebots in unserem Hause und ein weiterer Schritt zur Verbesserung des Angebots zur Qualitätsuntersuchung von Weizen-, Dinkel- und Roggenmehlen.

Projektleitung: G. Henkelmann  
 Projektbearbeitung: C. Fuchs, J. Grameier, N. Ruhland  
 Projektdauer: Bachelorarbeit 2013  
 Kooperation: Prof. Dr. C. Kuss (Hochschule Weihenstephan Triesdorf)

### 2.3.18 Die LfL unterstützt die Freisinger Tafel

„... mei, bringt´s es wieder die leckeren Semmeln?“

So wurden die Bäcker schon vor der Tür der Freisinger Tafel von einer älteren Dame abgefangen als sie einige Kisten mit Backwaren brachten. Und die ersten, noch warmen „Versuchs-Semmeln“ wurden schon auf dem Hof an zwei weitere Damen verteilt!

Hunderte von Menschen mit Tüten und Taschen kommen und gehen, Hartz-IV-Empfänger, Menschen mit Sozialhilfe, Arme und Bedürftige treffen sich hier in Freising in der Kammergasse, um sich ein kleines Stück vom „großen Kuchen der Überflussesgesellschaft“ abzuholen.

Ein „Highlight“ dabei sind oft die „leckeren Semmeln aus der Anstalt“ wie ein Mitarbeiter der Tafel sagt.

Das sind die morgens gebackenen, frischen, noch warmen „Versuchs-Semmeln“ aus den Backqualitätsuntersuchungen der LfL, die bei den Gästen der Tafel und bei den Mitarbeitern der LfL schon fast ein Begriff sind (Abbildung 57).

Turbulent geht es jeden Mittwochvormittag bei der Freisinger Tafel zu. Zehn unermüdete Helfer der Tafel holen meist schon am Dienstag neue Ware von den Lebensmittelgeschäften, teilen, sortieren und verpacken die Waren, die dann am Vormittag an Bedürftige verteilt werden. „Nahezu fünfhundert Menschen leben von den Spenden der Freisinger Tafel und werden jede Woche mit Lebensmitteln versorgt“, sagt ein Tafelmitarbeiter.

Fleißige Hände rund um den Organisator Prof. Graßmann drücken dann den „Kunden“ eine Kiste mit Lebensmitteln für die kommende Woche in die Hände. Bei dem einen oder anderen huscht ein Lächeln übers dankbare Gesicht, wenn wieder etwas Schönes aus der Kiste „herausspitzt“.

Oft sind es Waren am Verfallsdatum, Dosen, Überschussware oder unverkäufliche Frischprodukte mit ein paar braunen Stellen, Obst mit Dellen und Bananen mit kleinen Flecken, aber alles appetitlich und sauber. „Zwanzig Prozent der Lebensmittel sind Abfall und beim Handel einkalkuliert. Und wir holen nur einen Bruchteil der Waren, die sonst im Abfall landen“, sagt Klaus König, ein Tafelmitarbeiter. Diese Worte klingen noch lange in uns nach und sollten uns alle anregen über unseren Umgang mit Lebensmitteln einmal nachzudenken.

Die Freisinger Tafel ist nun im siebten Jahr ihrer Gründung. Und das Bäckerteam (Herr Grameier und Herr Ruhland) um den Sachgebietsleiter AQU 2, Herrn Henkelmann, ist ebenfalls von Anfang an dabei. Nahezu jede Woche werden ein paar hundert Semmeln aus den Versuchen an die Freisinger Tafel weitergegeben.

Denn die Getreidesorten aus den Versuchen der Landesanstalt werden an der Lange Point bei AQU in einer eigenen Müllerei vermahlen, das Mehl untersucht und auf seine Teigeigenschaften getestet. Ausgewählte Sorten werden dann nach einem einheitlichen Verfah-



Abb. 57: Mitarbeiter des Sachgebiets Rohstoffqualität und Bioenergie (AQU 2) in der „Freisinger Tafel“. Von links Herr K. König, N. Ruhland, G. Henkelmann, J. Grameier, R. König

ren verarbeitet und zu Semmeln verbacken. Dieses Testverfahren nennt sich „Rapid-Mix-Test (RMT)“ und zeigt die Eigenschaften von Mehl und Teig beim Backen mit unterschiedlichen Weizensorten auf. Er ist eine gute Hilfe bei der Beurteilung der Weizenqualität und ein wichtiges Kriterium für die Zulassung von Weizensorten. Denn nicht nur die Menge an „Inhaltsstoffen“, wie z.B. Protein, Stärke und Mineralien sind für die Backqualität in der Praxis entscheidend, sondern auch die Zusammensetzung der Eiweißstoffe, das Verhältnis unterschiedlicher Stärkekomponenten, die Kleberzusammensetzung, die Wasseraufnahme und ob ein Teig klebrig ist oder nicht. Mit diesen Ergebnissen trennen sich für einen Züchter die guten von den schlechten Sorten.

Aber geschmacklich sind die „Versuchs-Semmeln“ alle immer gut. Meist nur im Aussehen und der Größe gibt es da den einen oder anderen Unterschied. Aber das ist den Bedürftigen an der Freisinger Tafel egal. Hauptsache die Semmeln sind frisch und rösch, haben einen guten Geschmack und bringen so ein bisschen Sonnenschein auf den Frühstückstisch, bei denen, die sich das sonst nicht leisten können.

Und eigentlich kommen diese Menschen, die vom Schicksal nicht immer bevorzugt wurden, hier in den Genuss von Semmeln, die man so nicht kaufen kann. Es sind die „bestuntersuchten Backwaren“ in ganz Süddeutschland, extrem frisch und von einer Sortenreinheit, die auf dem Markt gar nicht angeboten wird. So genießen sie mit den LfL-Semmeln ein Produkt, das noch nicht einmal die Sternelokale in Deutschland anbieten können - die Welt ist doch gerecht!

Der Leiter der Logistik, Herr Klaus König sagt, „dass die Unterstützung durch die Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft eine echte Hilfe ist, die dankbar angenommen wird. Es geht bei der Tafel nicht unbedingt um Geld und große Spenden, sondern auch darum, dass hier Lebensmittel, die sonst verderben würden, noch sinnvoll und effektiv verwendet werden“.

Und dabei helfen wir gerne mit!

Autor: G. Henkelmann, AQU 2

### 2.3.19 Qualitätssteigerung von Laboruntersuchungen durch Ringversuche

#### Einleitung

Die Energieerzeugung mittels nachwachsender Rohstoffe und Biogas spielt im Energiemix der Zukunft eine wichtige Rolle. Jedoch zwingt der Markt durch steigende Rohstoffpreise die Landwirte und die Betreiber von Anlagen zu besserer Auslastung, höheren Biogaserträgen und umfangreichen wirtschaftlichen Betrachtungen.

Der komplexe Prozess der Biogasproduktion wird dabei erheblich von Faktoren beeinflusst, wie z. B. die Qualität und Dosierung der Einsatzstoffe (Substrate), die Menge an Spurenelementen im Fermenter (Abbildung 58) oder auch Inhibitoren, die die Gasproduktion limitieren können. Daher sind Laboranalysen für die Beurteilung der chemischen, biologischen und physikalischen Prozessparameter von entscheidender Bedeutung für die Wirtschaftlichkeit und Nachhaltigkeit von Biogasanlagen.

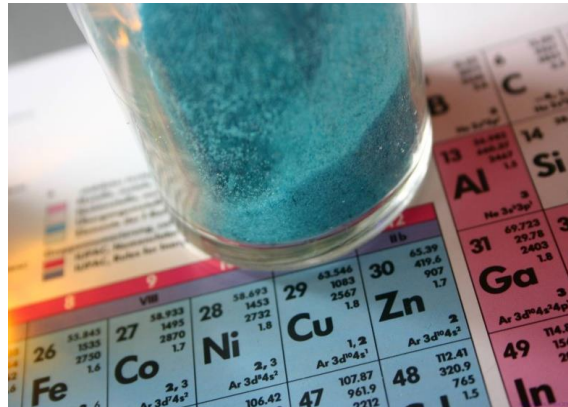


Abb. 58: Gerade Spurenelemente wie Kobalt und Nickel spielen bei der Methanbildung eine große Rolle.

#### Zielsetzung

Je größer und komplexer eine Anlage betrieben wird und je anspruchsvoller die Ziele des Betreibers sind, desto häufiger sollte eine Anlage beprobt werden, um die Effektivität und die Qualität einer Biogasanlage zu erhalten und zu verbessern (Abbildung 59).

Durch die unabhängigen Ringversuche an der LfL zum Thema Laboranalytik von Bioenergieproben besteht für die Labordienstleister die Möglichkeit der regelmäßigen Selbstkontrolle. Damit verbunden sind eine kontinuierliche Steigerung der laborinternen Analysenqualität und damit eine Verbesserung der Transparenz der Analysenwerte für die Biogasanlagenbetreiber. Gleichzeitig profitieren Anlagenbetreiber und auch Berater durch die verbesserte Vergleichbarkeit und Bewertungsmöglichkeit der Analysenergebnisse.

#### Qualität der Laboranalytik

Die Qualität beim Betrieb einer Biogasanlage ist nicht nur durch die Qualität der Laboranalyse bestimmt, sondern auch durch die Qualität und die Präzision, mit der die folgenden Vorarbeiten bis zur Laboranalyse durchgeführt werden.

- Probenahme
- Umgang mit den Proben und Lagerung der Proben vor dem Versand
- Transport zum Untersuchungslabor
- Probenvorbereitung

Die Qualität lässt sich daher nicht an der dargestellten Anzahl der Nachkommastellen im Labor bemessen, sondern an der Repräsentativität der Probe sowie der Genauigkeit, mit der die Proben vorher gezogen und verarbeitet werden.

Die Analyseergebnisse sind auf Grund verschiedener Faktoren mit gewissen Unsicherheiten behaftet. Der Probennahmefehler liegt nicht selten bei 100 %, der Fehler bei der weiteren Probenbehandlung bei 10 % und der eigentliche Laborfehler in etwa bei 1 %. So ist beispielsweise nicht jedes Ergebnis mit der gleichen Sicherheit wiederholbar, sowohl innerhalb eines Labors als auch im Vergleich zwischen mehreren Laboren. Außerdem hat jede Methode ihre eigene Nachweis- und Bestimmungsgrenze, von der es abhängt, wie klein die Konzentration des Analyten sein kann, damit er noch nachgewiesen werden kann.



Abb. 59: Biogasanlage mit NaWaRo-Verwertung

Hinzu kommt, dass es für viele der zur Beurteilung des Fermentationsprozesses relevanten Messgrößen keine allgemein anerkannten Methoden oder DIN-Normen gibt. Somit sind Laborwerte nur bedingt vergleichbar, was deren Wert für Betreiber und Berater deutlich einschränkt. Daher werden im Rahmen eines Projekts zur *Entwicklung und Umsetzung eines Qualitätsmanagement-Systems für die Biogasproduktion in Bayern* in der Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen an der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL) seit 2009 Ringversuche durchgeführt, die die Vergleichbarkeit der Laboruntersuchungen verbessern sollen.

### **Methode**

Im Rahmen der LfL-Biogas-Ringversuche wird homogenisiertes Probenmaterial wie z.B. Fermenterinhalt und Gärrest an die teilnehmenden Labordienstleister verschickt und die Analyseergebnisse einer großen Auswahl an Untersuchungsparametern miteinander verglichen (Abbildung 60). Die Labordienstleister untersuchen diverse Parameter und schicken die Ergebniswerte an die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen der LfL zurück. In einem vom Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA) zur Auswertung von Ringversuchen validierten Verfahren werden je Analyseparameter ein Mittelwert und die dazugehörige Vergleichsstandardabweichung ermittelt. Damit können Aussagen über die Zuverlässigkeit und Aussagekraft der Ergebnisse getroffen werden.

### **Ergebnis**

Im Verlauf der Ringversuche seit 2009 hat sich herausgestellt, dass es Parameter gibt, deren Laborergebnisse als sehr zuverlässig eingestuft werden können und wiederum andere, die wegen fehlender Normung oder unterschiedlicher Methoden von Labor zu Labor abweichen.

Für zuverlässige und vergleichbare Ergebnisse stehen z. B. die Trockenmasse (TM) oder auch die organische Trockenmasse (oTM). Zu hohe Trockenmassegehalte im Fermenterinhalt können zu Problemen beim Pump- und Rührverhalten führen. Sehr niedrige Gehalte weisen darauf hin, dass sich sehr viel Wasser im Fermenter befindet, welches nicht zur Gasausbeute beiträgt und damit das Ertragspotential reduziert.

Anders sieht es aus für Stoffe wie Ammonium, Carbonsäuren oder Pufferkapazitäten, wobei die unterschiedlichsten Methoden aus der Abwasser-, Lebensmittel- und Futtermitteluntersuchung sowie aus der Pharmakologie genutzt werden. Dabei gibt es Unterschiede bei Probenvorbereitung, Nachweisgrenzen und auch Matrices. Dies führt dazu, dass Parameter, die zur Beurteilung des Fermentationsprozesses dienen sollen, stark streuende Ergebnisse zeigen. Die Essigsäure stellt beispielsweise einen enorm wichtigen Schlüsselparameter in der Beurteilung der Prozessbiologie dar. Steigende Werte können z. B. ein Indiz für eine Prozesshemmung oder eine „Überfütterung“ sein. Jedoch sind die Untersuchungen auf die Konzentration dieser flüchtigen Carbonsäuren wegen sehr unterschiedlicher Methoden für den Betreiber einer Biogasanlage häufig nicht zuverlässig genug.



*Abb. 60: Glasflaschen mit versandfertigen Ringversuchsproben*

Mit der Etablierung von einheitlichen geeigneten Analysemethoden und Vorgehensweisen im Labor verfolgen die Ringversuche ein weiteres Ziel, das sich sowohl für Labordienstleister als auch für Anlagenbetreiber nur positiv auswirken kann.

Projektleitung:	G. Henkelmann
Projektbearbeitung:	K. Fischer-Kaiser
Projektdauer:	2013-2016
Kooperation	Biogas Forum Bayern



### 2.3.20 Futtermittelanalytik für das Versuchswesen

Im Laborbereich von AQU 3a werden Futtermittelanalysen für die Institute für Tierernährung und Futterwirtschaft (ITE), Landtechnik und Tierhaltung (ILT) sowie Tierzucht (ITZ) durchgeführt (Abbildung 61). Vorrangig stammen die Proben aus Fütterungs- und Stoffwechselversuchen sowie aus Versuchsanstellungen zur Konservierung von Futtermitteln. Es werden jedoch auch die standardisierten Futtermittel für die Leistungsprüfungen Schwein und Lamm regelmäßig geprüft. Das Institut für Landtechnik und Tierhaltung forderte insbesondere Analysen im Rahmen von Projektanstellungen zur automatischen Fütterung an. Außerdem werden routinemäßig unterschiedlichste Qualitätserhebungen von ausgewählten Futtermitteln für die Institute analytisch begleitet. Dieses Datenmaterial dient der Aktualisierung von Futterwerttabellen und Beratungsunterlagen.



Abb. 61: Laborgebäude von AQU3 in Grub

Ausführliche Auswertungen zu den dargestellten Versuchen sind im Jahresbericht des Institutes für Tierernährung und Futterwirtschaft nachzulesen.

#### 2.3.20.1 Mitwirkung bei Monitoring-Untersuchungen

##### Untersuchungen zum Aufwuchsverlauf von bayerischen Grünlandbeständen

Wiesengras, Klee-, Klee- und Luzernepflanzenproben von Grünlandflächen aus sechs Regierungsbezirken Bayerns wurden wöchentlich bis zum 2. Schnitt auf ihren Ertrag, die Nährstoffzusammensetzung und zum Teil auf Nitrat und Mengen- und Spurenelementgehalte analysiert. Daraus abgeleitet wurden die optimalen Schnittzeitpunkte für die unterschiedlichen Regionen von Nordbayern bis hin zum Allgäu. Die Ergebnisse wurden zeitnah in der Fachpresse publiziert und diskutiert.

Probenumfang: 409 Proben; 7300 Einzelparameter

##### Sojaqualität 2013: Sojaextraktionsschrot - Monitoring

Von den Ringassistenten des LKV (Landeskuratorium der Erzeugerringe für tierische Veredelung in Bayern e.V.) wurden 162 Sojaextraktionsschrotproben gezogen und zur Analyse auf Rohnährstoffe, Aminosäuren und Mineralstoffe in das Labor übermittelt. Insgesamt wurden 5000 Einzelparameter ausgewiesen.

##### Rapsfuttermittelmonitoring 2013

Ebenfalls über die LKV-Ringassistenten wurden 55 Rapsextraktionsschrotproben und 12 Rapskuchenproben gezogen. Der Analysenumfang erstreckte sich auf Rohnährstoffe, Aminosäuren (AminoNIR) und Mineralstoffe. 1675 Einzelwerte wurden analysiert und daraus sowohl die umsetzbare Energie (Metabolische Energie) ME Rind als auch ME Schwein errechnet.

### **Qualitätserhebungen zu CornCobMix (CCM), Ganzkornsilagen (GKS) und Maiskornsilagen (MKS)**

Aus schweinehaltenden Betrieben wurden 72 Proben nasschemisch auf Nährstoffe einschließlich Zucker und Stärke, Mineralstoffe, Aminosäuren und Silierparameter wie Milch-, Essig-, Propion- und Buttersäure, pH-Wert, Ammoniak und Alkohol untersucht. Im Ausgangsmaterial erfolgten zudem Analysen hinsichtlich Pufferkapazität (Abbildung 62).



*Abb. 62: Maiskörner aus der Silierung*

Es wurden 1800 Einzelwerte nasschemisch analysiert. Die Daten dienen als Basis für Beratungsaussagen und zur Überprüfung und Aktualisierung von Futterwerttabellen. Speziell im Hinblick auf die Rohfasergehalte sollte eine praxisgerechte Abgrenzung zwischen Maiskorn- und Ganzkornsilagen ermöglicht werden.

### **Screening von Futtermitteln und Nebenprodukten registrierter Futtermittelhersteller**

Von registrierten Futtermittelherstellern wie Molkereien, Käsereien, Brauereien, Bäckereien und Betreiber von Trocknungsanlagen wurden eiweißbetonte Futterproben gezogen und auf Nährstoffe, Mineralstoffe und Aminosäuren analysiert. Auf der Basis dieser Ergebnisse erstellte das Institut für Tierernährung Futtermitteldatenblätter, die neben den Analyseergebnissen auch Einsatzempfehlungen und Rationsanteile beinhalten.

Für das Labor waren diese Proben eine analytische Herausforderung. Die Probenkonsistenz reichte von dünn von wässrig über cremig, pastös zu fest und die Streubreite der Inhaltsstoffe zeigte sich ebenso vielfältig. Beispielsweise wurden verschiedene Speiseeissubstrate, Molken, teilweise mit Käsestückchen, Spülmilchvariationen, Kuchen- und Gebäckstückchen, Törtchen von Mager- bis Vollfettstufe, Nudeln etc. eingeschickt. Die Probenvorbereitung gestaltete sich sehr anspruchsvoll, unter anderem mittels Gefrier-trocknung. Die Mineralstoffuntersuchung verlief deshalb sehr aufwändig, da keinerlei Anhaltspunkte über die Gehalte der Mineralien und der notwendigen elementspezifische Verdünnungen vorlagen.

In die Analyse gingen 170 Proben, in denen ca. 3500 Einzelparameter analysiert wurden.

### **2.3.20.2 Mitwirkung bei Versuchsanstellungen des Institutes für Tierernährung und Futterwirtschaft**

#### **Untersuchungen von hochwasserbeeinflussten Silagen**

Die starken Regenfälle im Frühjahr 2013 führten vielerorts zu Hochwasser, das auch zu Überflutungen von Silostöcken führte. Um die Auswirkungen dieser Hochwasser auf die Silagequalität besser einschätzen zu können, wurden kurzfristig Gras- und Maissilagen zu verschiedenen Zeitpunkten nach Hochwasserabzug aus den Notstandsgebieten gezogen und zur Untersuchung gebracht. Zusätzlich zu den Nährstoffuntersuchungen bei AQU führte der Tiergesundheitsdienst Bayern e.V. (TGD) in Grub auch mikrobiologische Untersuchungen durch.

Insgesamt wurden 24 Gras- und Maissilagen untersucht. Hinsichtlich der Nährstoffzusammensetzung waren keine gravierenden Verschlechterungen festzustellen. Die vom Hochwasser durchnässten Silagen zeigten zunächst sehr niedrige Säurekonzentrationen (Milch- und Essigsäure). In der darauffolgenden Zeit stiegen die Gärensäurekonzentrationen jedoch wieder an und zu einem erneuten Abfall des pH-Wertes führten.

In den 24 Proben wurden 350 Parameter analysiert.

### **Anbau und Konservierung von Esparsette**

Als trockenheitsverträgliche Pflanze nimmt die Bedeutung der Esparsette zu, die früher als Pferdefutter sehr beliebt und verbreitet war. 26 Proben (Frischpflanzen, Silagen, Heu und Cobs) wurden nasschemisch auf ihren Futterwert analysiert. Im Ausgangsmaterial vor der Silierung wurden die Pufferkapazität und der wasserlösliche Zuckergehalt analysiert. In den Silagen wurden dann der pH-Wert, die flüchtigen Fettsäuren (Milch-, Essig-, Propion- und Buttersäure) sowie der Ammoniakgehalt bestimmt.

### **Untersuchungen zur Silierfähigkeit von Sojabohnenganzpflanzen**

Mit dem zunehmenden heimischen Anbau von Sojabohnen wurde der Frage nachgegangen, inwieweit Sojabohnenganzpflanzen siliert werden können.

Zu diesem Zweck wurden an drei Ernteterminen Sojabohnenganzpflanzen zur Nährstoffuntersuchung in das Labor gegeben (Abbildung 63). Im Rahmen von Silierversuchen wurden zusätzlich die Vergärbarkeitskoeffizienten und die Silierparameter analysiert.



*Abb. 63: Sojapflanzenanbau in Süddeutschland*

### **2.3.20.3 Fütterungs- und Verdauungsversuche in der Schweinemast**

Im Rahmen dieser Versuche standen Fragestellungen aus der Bayerischen Eiweißinitiative im Vordergrund.

Es wurden bei den Versuchsanstellungen Schwein im Labor ca. 950 Proben auf etwa 19.000 Parameter analysiert.

Im Folgenden werden einige exemplarische Versuchsanstellungen von ITE aufgeführt, die vom Labor analytisch begleitet wurden:

### **Rapsextraktionsschrot in der Schweinemast, in der Ferkelaufzucht und im Futter von Zuchtsauen**

In verschiedenen Fütterungsversuchen wurden die Auswirkungen der unterschiedlichen Futtermischungen auf Mastzunahmen und Schlachtkörperqualität untersucht sowie ökonomische Fragestellungen bearbeitet. Allen Versuchsanstellungen gemeinsam war der teilweise bis vollständige Ersatz von Sojaextraktionsschrot mit Rapsschrot. Im Labor erfolgten die Nährstoffanalysen einschließlich der Aminosäure- und Mineralstoffanalytik.

### **Ferkelaufzucht mit Donau- oder Import - HP- Soja**

Neben den üblichen Versuchsparametern wie Tageszunahmen und Schlachtkörperqualität standen bei diesem Fütterungsversuch ökonomische Betrachtungen im Vordergrund.

### **Mastversuche mit normal- und überhitztem Sojaextraktionsschrot**

Bei der Aufbereitung von Sojabohnen müssen enthaltene Trypsininhibitoren durch thermische oder hydrothermische Behandlung deaktiviert werden. Trypsininhibitoren sind spezifische Eiweiße, die das Verdauungssystem hemmen können. Bei der Proteinverdauung von Monogastriern hemmen sie das körpereigene Enzym Trypsin, das Proteinverbindungen in Aminosäuren aufspaltet. Werden die Trypsininhibitoren nicht zerstört, dann können die Proteine vom tierischen Organismus nur unzureichend verwertet werden.

Werden die Sojabohnen jedoch zu intensiv mit Hitze behandelt, kommt es zu Schädigungen der Aminosäuren und zu einer schlechteren ernährungsphysiologischen Verwertbarkeit, was ebenfalls vermieden werden soll. Von AQU 3 wurden durch Verwendung von NIR-Verfahren Analysendaten zum Aminosäuregehalt bestimmt.

Im Fütterungsversuch wurden beide Sojaschrotvarianten geprüft.

### **Qualitative und quantitative Optimierung der Eiweiß- und Aminosäureversorgung in der Schweinemast**

Verschiedene Fütterungs- und Verdauungsversuche zur bedarfsgerechten und eiweißsparenden Aminosäureversorgung und Eiweißfutterbewertung wurden analytisch begleitet. Hervorzuheben ist der Aufbau einer Aminosäureschnellanalytik auf der Basis von NahInfrarot – Messungen und Auswertung der Spektren nach einer webbasierten Rohdatenübermittlung im AminoNIR-Server der Firma Evonik.

Es wurden ca. 1200 Futtermittelanalysen durchgeführt, wobei auch verschiedene Nährstoffkalibrierungen auf dem Bruker NIR-Gerät entwickelt wurden.

Von den eingehenden, lufttrockenen Proben wurden repräsentative Teilproben in einer Spezialmühle vermahlen. Durch den Zyklonausscheider wurden eine Erwärmung des Mahlgutes und eine Veränderung der Trockenmasse vermieden.

Unter diesen Bedingungen lassen sich das komplette Nährstoffprofil, Stärke und Zucker sowie ein umfangreiches Aminosäurespektrum innerhalb weniger Stunden einschließlich der Trockenmasse analysieren.

Dieses Analysenangebot von AQU ist deutschlandweit einmalig und wird von Schweinefleischerzeugern zunehmend über die LKV- Futtermittelanalytik in Anspruch genommen.

#### 2.3.20.4 Fütterungsversuche Rind

Im Gegensatz zu Fütterungsversuchen beim Schwein laufen die Versuche beim Rind bis zu drei Jahre. In der Versuchsperiode werden wöchentlich Einzelkomponenten und Mischungen beprobt und mittels Schnellanalytik voruntersucht. Aus diesen vermahlenden Sammelproben werden nach Institutsvorgabe Analysenproben für nasschemische Untersuchungen zusammengemischt (Abbildung 64).

Aus diesem Arbeitsbereich wurden einschließlich der Sammelproben knapp 2000 Proben im Labor registriert. Ca. 26.000 Einzelparameter wurden analysiert und an die Auftraggeber berichtet.



Abb. 64: Bei AQU werden unterschiedlichste Proben aus Fütterungsversuchen analysiert

#### Einsatz von Trocken-TMR in der Fresseraufzucht

Auf Grund stetig steigender Preise für Maissilage wird eine Mischung aus Heu, Stroh und Kraftfutter (Trocken-TMR) im Fütterungsversuch hinsichtlich Futteraufnahmen und Zuwachseleistungen geprüft. Im Zentrallabor AQU3 in Grub wurden die notwendigen Nährstoff- und Mineralstoffanalysen durchgeführt.

#### Rohproteinbedarf von Mastbullen in der Mittelmast von Mastbullen und in der Endmast von Fleckviehfärsen

Eine gestaffelte Rohproteinversorgung ab einem Lebendgewicht von ca. 360 kg soll Rückschlüsse auf den tatsächlichen Rohproteinbedarf im höheren Gewichtsbereich ermöglichen.

Neben den Proteinbestimmungen in den Futterrationen wurden zahlreiche weitere Parameter analysiert, um die Energiebewertung in den Futterrationen zu berechnen.

#### Einsatz von Grascobs in der Milchviehfütterung

Mit der Zielstellung, importierte Proteinkonzentrate zu reduzieren oder völlig zu vermeiden, wurden Grascobs (Abbildung 65) in hohen Rationsanteilen zu Grassilage betonten Grundrationen eingemischt und die Milchleistung und Milchinhaltsstoffe untersucht.

In der Versuchsaussage wurden auch ökonomische Gesichtspunkte bei der Futtertrocknung berücksichtigt.

Die Nährstoffuntersuchungen in den wöchentlichen Sammelproben mittels Schnellanalytik und die nasschemischen Untersuchungen in den Mischproben erfolgten in AQU 3.



Abb. 65: Grascobs vor der Laboranalyse

#### 2.3.20.5 Qualitätssicherung im Zentrallabor Grub

Das Sachgebiet AQU 3 (Zentrallabor Grub) ist seit 2012 durch die deutsche Akkreditierungsstelle (DAKKS) akkreditiert. Diese Akkreditierung beinhaltet 85% der Analysenverfahren aus der Futtermittelanalytik.

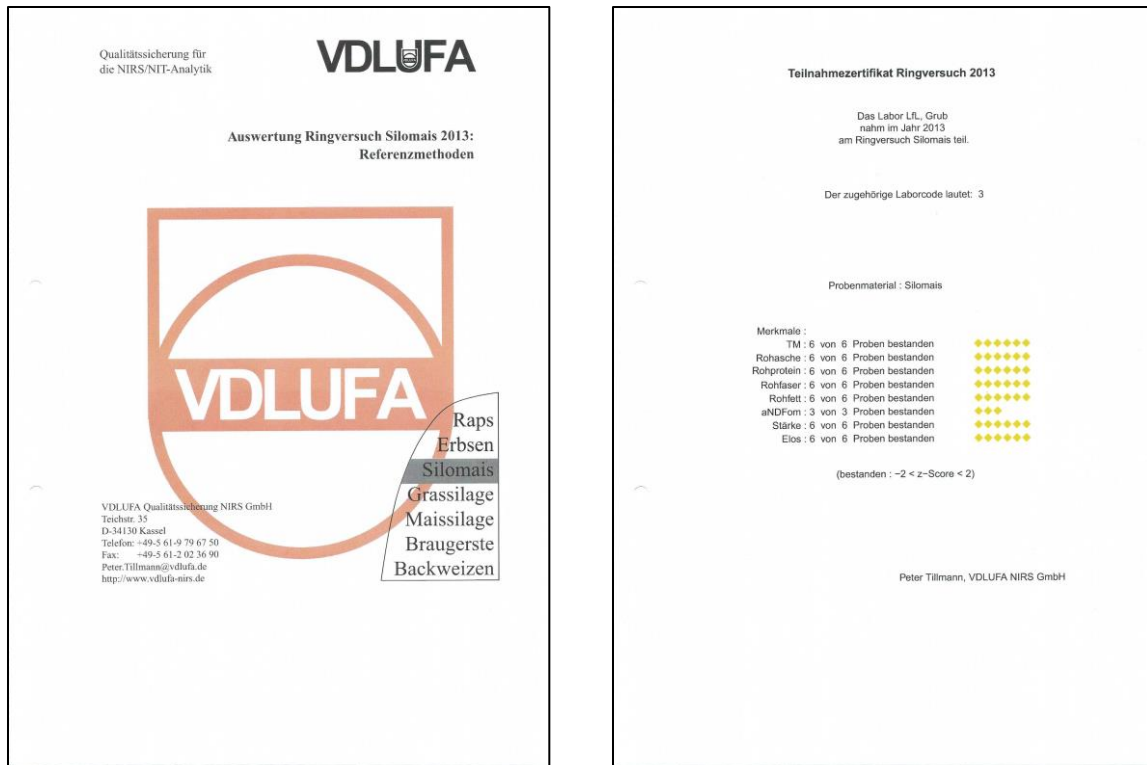


Abb. 66: Teilnahmebescheinigung des AQU-Labors in Grub am VDLUFA-Ringversuch sowie Auswertung der Silomais-Referenzanalytik

Ein fester Bestandteil dieser Akkreditierung ist der Nachweis von bestandenen Laborvergleichsuntersuchungen. In diesen Laborvergleichsuntersuchungen (auch bekannt als Ringuntersuchungen) werden von einer zentralen Stelle geeignete Futterproben hergestellt, auf Homogenität geprüft und an interessierte Laboratorien zur Untersuchung verschickt. Die Vergleichsuntersuchungen beinhalten z.B. die Analytik von Nährstoffen, Mineralstoffen, Aminosäuren und verschiedenen Zusatzstoffen. Je Probe können das bis zu 50 Parameter sein, die jeweils in vierfacher Bestimmung anzugeben sind. Durchschnittlich werden pro Ringuntersuchung 160 Einzelergebnisse abgegeben. In der Regel nimmt AQU 3 an fünf Ringuntersuchungen pro Jahr teil. Veranstalter sind der VDLUFA, Fachgruppe Futtermittelanalytik (Abbildung 66), die International Analytical Group (IAG), die sächsische Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft (BFUL), die Qualitätssicherungs-GmbH des VDLUFA und verschiedene kleine Einrichtungen wie beispielsweise die LUFA Rostock.

In den Laborvergleichsuntersuchungen wird nach verwendeten Analysenmethoden unterschieden, d.h. es werden beispielsweise bei Nährstoffen nasschemische Verfahren und Schnellmethoden wie die NIRS -Technik geprüft. Bei der Elementanalytik erstrecken sich die Ringuntersuchungen sowohl auf die spektroskopischen Methoden nach Druckaufschluss als auch auf den Einsatz der Röntgenfluoreszenzanalytik. Neuerdings müssen diese Ringuntersuchungen für alle im Labor zur Untersuchung kommenden Futtermittelgruppen durchgeführt werden. Für AQU 3 bedeutet dies eine Differenzierung zwischen Grund-, Kraft- und Mineralfuttermitteln.

Nach Durchlaufen verschiedener Ausreißertests werden neben der laborinternen Streuung die Laborvergleichbarkeiten ausgewertet. Diese sind auch die Basis für die zulässigen Analysentoleranzen und für die noch zulässigen Abweichungen der Messwerte vom Toleranzwert auf den Kontrollkarten für die Analysenparameter und Produkte. Die Abbildung 67 zeigt eine Auswertung eines Ringversuches am Beispiel der Fettbestimmung in Grassi-

lage. Auf der horizontalen Achse sind die teilnehmenden Labore (n=41) aufgeführt. Die Grafik enthält eine Linie für den Fett-Mittelwert sowie eine untere und eine obere Toleranzlinie. In den Randbereichen sieht man die Labore, die außerhalb der Toleranzgrenzen liegen und nicht in der Auswertung berücksichtigt werden können (E Ausreißer). Für jedes Labor wird die laborinterne Streuung der 4 abzuliefernden Einzelwerte in Form der „boxplots“ dargestellt. Im Falle, dass die interne Streuung der Ergebnisse zu groß ist, wird das Gesamtergebn ebenfalls nicht gewertet. Es handelt sich um C-Ausreißer. Im Übrigen ist die charakteristische S-förmige Anordnung der Laborergebnisse um die Mittelwertlinie zu beobachten.

Die Erfolgsquote bestandener Ringuntersuchungen in AQU 3 liegt im Mittel bei 94,8 Prozent. Der unterste, noch positiv beurteilte Grenzbereich liegt bei 80 Prozent.

Das spiegelt die hohe Analysenqualität im Sachgebiet AQU 3 (Zentrallabor Grub) wieder. Die akkreditierten Verfahren werden auch dem LKV-Labor in Grub zur Verfügung gestellt.

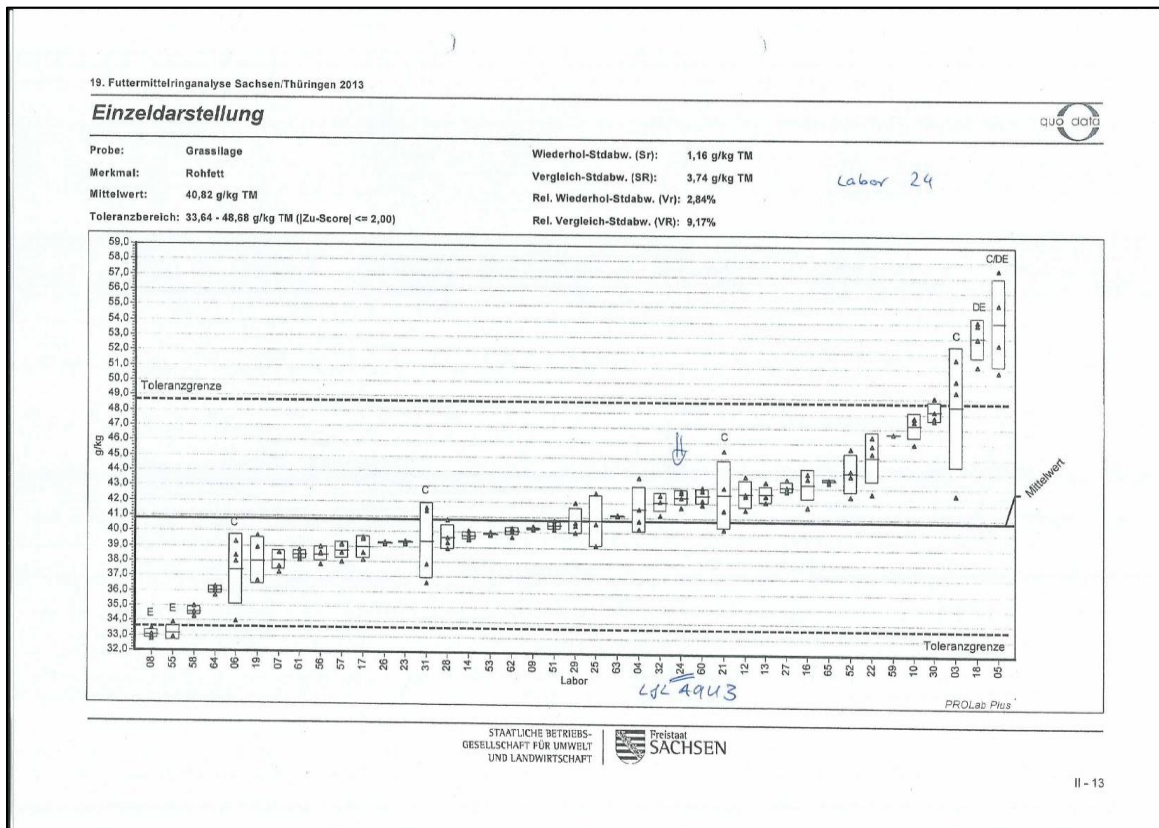


Abb. 67: Auswertung eines Ringversuches am Beispiel der Fettbestimmung. Teilnehmernummer AQU 3: 24

### 2.3.21 Untersuchungen zur Qualität tierischer Produkte

Bei diesen Untersuchungen bei AQU3 stand - wie schon in den Vorjahren - die Bestimmung des intramuskulären Fettes (IMF) und des Tropfsaftverlustes (TSV) im Vordergrund.

Das intramuskuläre Fett ist wie der Name bereits sagt, im Muskelfleisch eingelagert. Landläufig spricht man von der Marmorierung des Fleisches. Mit dem intramuskulären Fett korrelieren viele positive Fleischqualitätsparameter wie beispielsweise Zartheit, Aroma und Schmackhaftigkeit. (Abbildung 68).

Im Untersuchungsjahr wurden im Rahmen der Leistungsprüfung Grub 2556

IMF-Analysen und für die Leistungsprüfanstalt (LPA) Schwarzenau 2460 Untersuchungen durchgeführt (Tabelle 15). Die Zeitvorgaben für die Analytik sind sehr eng gefasst: Die Proben kommen am Dienstag aus dem Gruber Schlachthaus bzw. am Mittwoch per Kurier aus dem Schwarzenauer Schlachtbetrieb in das Gruber Labor und bereits am Donnerstagabend werden die Berechnungen für die Zuchtwertschätzung durchgeführt, so dass als Analysenverfahren nur die schnelle und hinreichend genaue Nahinfrarot-Reflexionsspektrometrie für die Untersuchungen in Frage kommt.

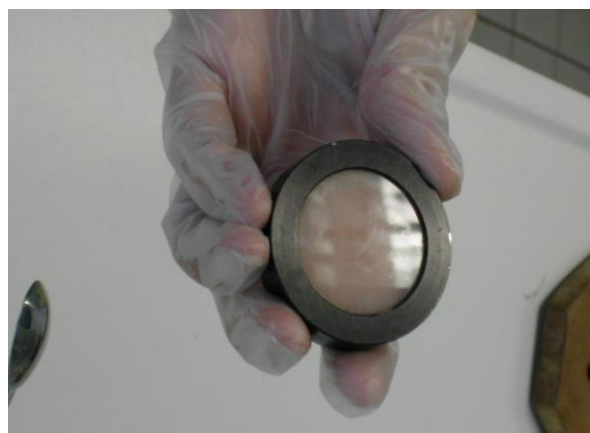
Dazu werden definierte Koteletts vom Knochen und Auflagenfett befreit und das Muskelfleisch in einem Labormixer ebenfalls unter standardisierten Bedingungen püriert. Die Fleischpaste wird am nächsten Tag blasenfrei in die Messzellen eingestrichen und am NIR-Gerät analysiert (Abbildung 69).

Die verwendeten NIR-Kalibrierungen werden seit vielen Jahren gepflegt und basieren mittlerweile auf 800 bis 1000 Einzelproben. Zur Absicherung der NIR-Ergebnisse werden 10% der Proben zusätzlich nasschemisch untersucht und diese Proben ebenfalls in die Kalibrierungen eingearbeitet. Die mittlere Abweichung vom chemisch ermittelten IMF-Gehalt zum NIR-Wert liegt bei Schweinefleisch unter 0,1 % absolut. Für Rindfleisch liegt die Streuung in der gleichen Größenordnung.

Zur Bestimmung des Tropfsaftverlustes wird eine weitere standardisierte Rippe vom Knochen gelöst und ein exakt 2 cm dickes Fleischstück in die Kunststoffschalen eingewogen. Diese Schalen werden im Standsiegelgerät mit Schutzgas befüllt und mit Folie versiegelt. Diese Vorgehensweise entspricht dem bei Discountern üblichen Verfahren und ist demnach sehr verbraucherorientiert. Die Lagerung der eingeschweißten Proben erfolgt im Umluftkühlschrank bei 4 °C. Nach 48 Stunden werden die Proben zurückgewogen. Die Gewichtsänderung wird ermittelt und unter Berücksichtigung der Einwaage der



*Abb. 68: Der IMF-Gehalt hat wesentlichen Einfluss auf die Qualität von Fleisch und fleischprodukten*



*Abb. 69: NIR-Messzelle mit püriertem Fleisch zur Bestimmung des IMF-Gehaltes*



prozentuale Tropfsaftverlust ermittelt.

Ausführliche Auswertungen sind im „Jahresbericht 2013 über Leistungsprüfungen und Zuchtwertschätzung beim Schwein“ auf der Homepage des Instituts für Tierzucht der LfL veröffentlicht.

Neben den Arbeiten im Hoheitsvollzug erfolgten Fleischqualitätsuntersuchungen im Rahmen verschiedener Versuchsanstellungen der Institute für Tierzucht sowie Tierernährung und Futterwirtschaft.

Umfangreiche Analysen wurden bei Kreuzungsversuchen mit Kobe-Rindern durchgeführt. Dabei handelt es sich um eine qualitativ hochwertige Fleischrasse, die auch unter dem Sammelbegriff Wagyu bekannt ist. Das Fleisch dieser Rinder hat eine besonders mürbe Struktur, eine exzellente Marmorierung mit feinen Fettäderchen (Abbildung 70) und ist das am stärksten marmorierte aller Rinderrassen. IMF-Gehalte zwischen 15 und 20 % werden analysiert. Außerdem hat das Fleisch den höchsten Anteil an einfach und mehrfach ungesättigten Fettsäuren, die ernährungsphysiologisch besonders wertvoll sind.



Abb. 70: Muskelfleisch mit eingelagerten Fettsträngen beim Wagyu-Rind

Neben dem Gehalt an intramuskulärem Fett wurden Zartheitsbestimmungen, Lager- und Grillverluste und die Fleischfarbe bestimmt. Aufschlussreich waren die Analysen zur Fettzusammensetzung. Die gaschromatographische Bestimmung der Fettsäuren (Abbildung 71) ergab einen sehr hohen Anteil an einfach- und mehrfach ungesättigten Fettsäuren sowie einen überdurchschnittlichen Gehalt an konjugierten Fettsäuren. Diese Fettsäuren gelten als ernährungsphysiologisch besonders wertvoll.

Neben dem Gehalt an intramuskulärem Fett wurden Zartheitsbestimmungen, Lager- und Grillverluste und die Fleischfarbe bestimmt. Aufschlussreich waren die Analysen zur Fettzusammensetzung. Die gaschromatographische Bestimmung der Fettsäuren (Abbildung 71) ergab einen sehr hohen Anteil an einfach- und mehrfach ungesättigten Fettsäuren sowie einen überdurchschnittlichen Gehalt an konjugierten Fettsäuren. Diese Fettsäuren gelten als ernährungsphysiologisch besonders wertvoll.

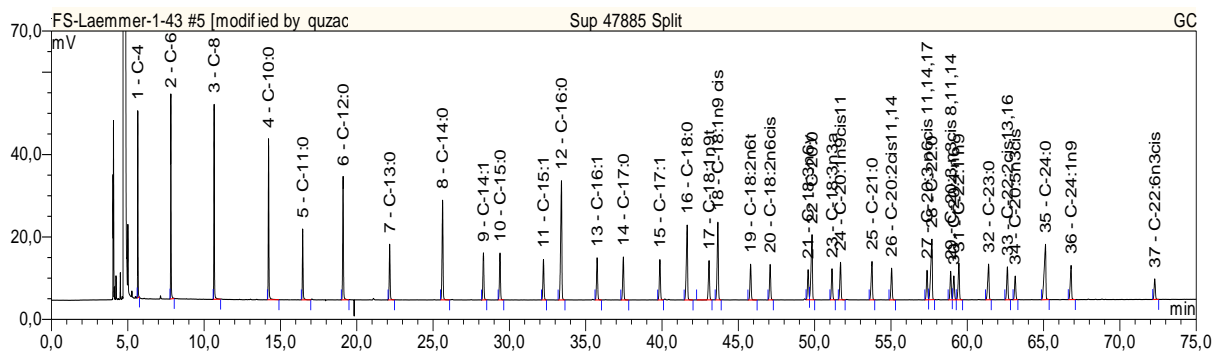


Abb. 71: Typisches Chromatogramm aus der Gaschromatographie zur Erfassung und Quantifizierung der Fettsäuren im intramuskulären Fett

Ausführliche Versuchsergebnisse sind im Jahresbericht 2013 des Institutes für Tierzucht (ITZ) veröffentlicht.

Die Fleischqualitätserhebungen für das Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft (ITE) beschränkten sich im Wesentlichen beim Rind auf Versuchsanstellungen zur Proteinversorgung von Mastrindern und Fleckviehbullen. Neben der Bestimmung des intramuskulären Fetts und Bestimmungen zur Fettzusammensetzung wurden Zartheitsuntersuchungen (Scherkraft-Analysen), Grill- und Lagerverluste sowie die Fleischfarbe ermittelt (Tabelle 15).

Bei Schweinefleisch wurden Fettuntersuchungen im Rahmen von Versuchen zur Minderung der Ebergeruchsstoffe Androstenon, Indol und Skathol durchgeführt.

Für das Lehr-, Versuchs und Fachzentrum (LVFZ) Kitzingen wurden Fettbestimmungen bei Hühnerlebern durchgeführt und in Zusammenarbeit mit der Hochschule Weihenstephan-Triesdorf (HSWT) Farbmessungen beim Schweinefleisch und bei Hühnereiern.

*Tab. 15: Anzahl der Untersuchungen zur Fleischqualität bei AQU 3 (IMF: Intramuskulärer Fettgehalt, NIR: Nah-Infra-Rot-Spektroskopie, CHE: nasschemische Analyse, TSV: Trockensubstanzverlust)*

Herkünfte	IMF NIR	IMF CHE	Fettsäure- muster	TSV	pH	Zart- heits- bestim- mungen	Lager/ Grill- verlust	Farbe
Schwein	5672	584		2893				
Rind	246	73	122		248	369	738	354

Insgesamt wurden bei AQU 3 in 2013 ca. 16.700 Einzelparameter ermittelt.

### 2.3.22 Untersuchungen im LKV-Futtermittellabor - Grundlagen für die Fütterungsberatung in Bayern

Das LKV-Futtermittellabor ist in das Sachgebiet AQU 3 (Zentrallabor Grub) der LfL integriert.

Das Untersuchungsangebot kann von landwirtschaftlichen Betrieben aus ganz Bayern in Anspruch genommen werden. Hinsichtlich Futterart und Herkunft gibt es keinerlei Einschränkungen. Für alle gängigen Futterarten liegen validierte NIR Kalibrierungen vor, die vorzugsweise in den Untersuchungen zur Anwendung kommen. Futtermittel oder Mischungen von Futtermitteln, für die keine NIRS-Kalibrierungen vorgehalten werden, werden referenzanalytisch untersucht (Abbildung 72).



*Abb. 72: Getrocknete Probe einer Maissilage vor der Weiterverarbeitung im Labor*

Die Nährstoff-Untersuchungspakete sind so zusammengestellt, dass alle für die energetische Bewertung notwendigen Parameter erfasst werden. Je nach Produktionsrichtung der Betriebe werden für Wiederkäuer die umsetzbare Energie Rind (MJ ME), die Netto-Energie-Laktation (MJ NEL) sowie die nutzbare Proteinfraction (nXP) und die ruminale N-Bilanz (RNB) und für Schweine die umsetzbare Energie Schwein (MJ ME) ausgewiesen. Diese Größen werden auf der Basis der Rohnährstoffgehalte berechnet.

Mineralstoffbestimmungen werden in getrockneten und feinvermahlenden Proben mittels Röntgenfluoreszenzanalytik durchgeführt.

Das Paket 1 enthält die Mengenelemente Natrium, Kalium, Calcium, Magnesium, Phosphor und die Spurenelemente Kupfer und Zink. Im Paket 2 sind die Spurenelemente Eisen und Mangan sowie die Elemente Schwefel und Chlor enthalten. Für Flüssig- und Mineralfuttermitteln werden nur die Elemente des Paketes 1 angeboten. Die Bestimmung in diesen Matrices erfolgt mittels Druckaufschluss der Proben und Messung der Elemente am Atomabsorptionsspektrometer (AAS) bzw. am Photometer.

Insbesondere für schweinehaltende Betriebe werden zusätzlich verschiedene Aminosäurepakete angeboten. Die Probeneinsender können zwischen Lysin und den vier essentiellen Aminosäuren Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan wählen. Für ausgewählte Futtermittel wie Gerste, Roggen, Weizen, Weizenkleie, Triticale sowie für Soja- und Rapsprodukte, Körnermais und Erbsen steht das AminoNIR-Verfahren der Fa. Evonik zur Verfügung. Über eine Webanwendung werden die vom Bruker MPA-Spektrometer aufgenommenen Spektren an den Auswerteserver von Evonik gesendet. Die seitens Evonik ausgewerteten Aminosäuredaten können in Form einer Exceldatei vom Server abgerufen werden.

Nachdem mittlerweile auch schon einige Nährstoffkalibrierungen auf dem Bruker NIR-Gerät auf der Basis lufttrockener Proben entwickelt wurden, steht damit eine äußerst schnelle, hinreichend genaue und preisgünstige Methode zur Verfügung, für ausgewählte Futterarten umfassende Analysenwerte von Rohnährstoffen bis hin zu Aminosäuren zu

erhalten. In allen anderen Futtermitteln (Mischfutter, Mineralfutter etc.) werden die Aminosäuren nach amtlichen oder validierten hauseigenen Methoden untersucht.

Dies gilt auch für die Parameter der Gärqualitätsuntersuchungen, welche die flüchtigen Fettsäuren, Ammoniak und den pH Wert beinhalten.

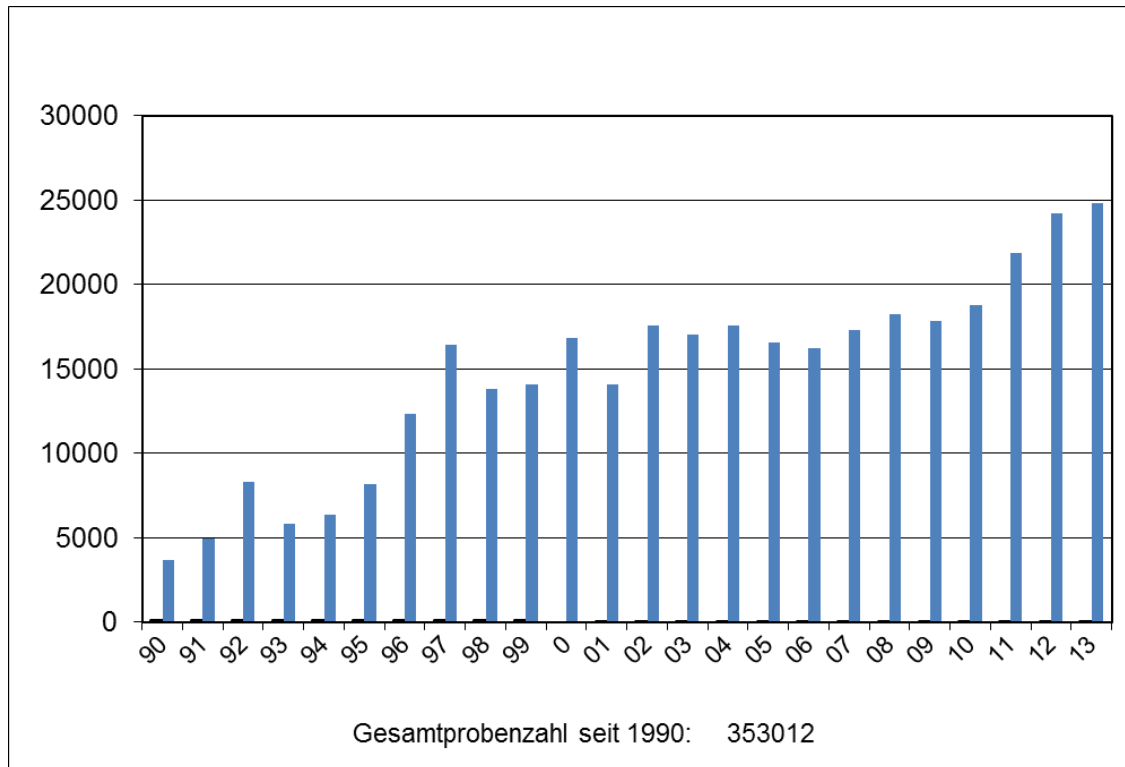


Abb. 73: Entwicklung der Analysenzahlen der untersuchten LKV-Futterproben im Zeitraum von 1990 bis 2013

Alle zur Verwendung kommenden Analysenverfahren sind seit Dezember 2012 nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005 akkreditiert.

Die Proben- und Untersuchungszahlen im LKV Futtermittellabor sind seit Jahren stetig steigend (Abbildung 73). In 2013 wurden 24.846 Proben zur Untersuchung eingesandt, in denen ca. 320.000 Einzelparameter ermittelt und an Landwirte sowie Berater zurückgemeldet wurden.

Die meisten Proben erreichten das Futtermittellabor mit dem bayernweiten Kurierdienst des LKV. Per Post zugeschickt bzw. persönlich durch den Auftraggeber angeliefert wurden 6140 Proben.

Der Probeneingang war auch im Untersuchungsjahr 2013 stark saisonal geprägt (Abbildung 74). Während von Juli bis September ein nahezu konstantes Probenaufkommen zu beobachten war, nahmen die Probenzahlen im Oktober und November stark zu. Zur Bearbeitung der 5384 Proben im November mussten zusätzliche Aushilfskräfte zur Probenvorbereitung, Vermahlung und NIR-Messung eingestellt werden.

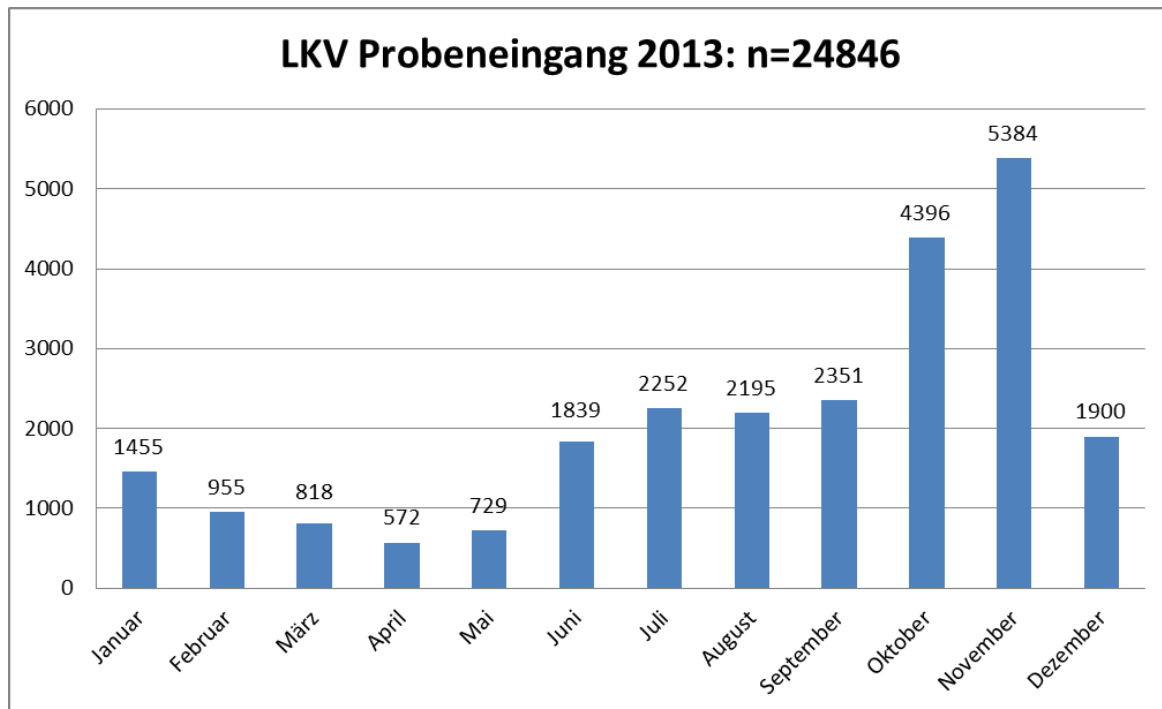


Abb. 74: Übersicht über die monatlichen Probeneingangszahlen des LKV-Labors im Jahr 2013

Die Probenbearbeitung wurde insofern erleichtert, als dass ein Teil der Proben bereits extern im webFulab System datentechnisch vorregistriert wurde. Diese Proben konnten sofort in die Bearbeitung genommen werden, während die laborinterne Registratur doch mit zusätzlichem Zeitaufwand verbunden ist. Aktuelle Auswertungen zeigen, dass knapp die Hälfte der Proben vorangemeldet wird. Es ist wünschenswert, dass eine steigende Zahl von Landwirten und Beratern die Vorteile der internetgestützten Anmeldung nutzen und von der Möglichkeit Gebrauch machen, Teilergebnisse einzusehen sowie eigene Auswertungen durchzuführen.

Die jährliche Steigerung des Probenaufkommens der letzten drei Jahre liegt bei knapp 15%. Auffällig ist, dass insbesondere bei den Grassilagen eine deutliche Zunahme der Untersuchungen zu sehen ist (Tabelle 16). Nachdem bei Grassilagen die Streubreite der Inhaltsstoffe sehr breit variieren kann, ist dies eine sinnvolle Entwicklung.

Auch die Zahl der Futterproben nahm zu, die vornehmlich nasschemisch untersucht werden müssen. Für die neuen Energieschätzformeln reichen die Parameter Feuchte, Protein, Faser, Fett und Asche nicht mehr aus. Arbeitsintensive Bestimmungen der Neutral- und Säuredetergenzfaser, der Gasbildung sowie der Parameter Zucker und Stärke sind notwendig (Abbildung 75).

Im Vergleich zum Vorjahr stieg die Zahl der nasschemischen Einzelanalysen um 55 %. Diese Steigerung stellt hohe Anforderungen an das Personal und erfordert eine adäquate Mitarbeiterqualifikation.

Verschärft wurde die Situation durch zahlreiche Analysenaufträge hinsichtlich des Säurebindungsvermögens bei Mineral- und Schweinekraftfutter sowie durch die Mineralstoffbestimmung bei diesen Proben, die einen Druckaufschluss mit anschließender Messung am Atomabsorptions- bzw. Spektralphotometer notwendig machen. Diese aufwändigen Analysenverfahren schlagen sich auch in einer längeren Bearbeitungszeit nieder. Im Laborbereich von AQU sowie des LKV haben qualitativ hochwertige und abgesicherte Ergebnisse absolute Priorität, auch wenn sich die Bearbeitungszeit dadurch verlängert.



*Abb. 75: Analysengerät zur Bestimmung des Fasergehalts in Futtermitteln*

Bemerkenswert ist die steigende Anzahl von 2.382 Biogassubstratproben (Tabelle 17), bei denen ausschließlich eine Trockenmassebestimmung erfolgte (Steigerung zum Vorjahr um 26 %), wobei bei 813 Substratproben zusätzlich der Methangasertrag auf der Basis der Rohnährstoffe ausgewiesen wurde (68 %).

Im Bereich der Aminosäureanalytik (Tabelle 18) wurden 203 Proben auf Lysin (Aminosäuren 1) und 205 Proben auf die 4 essentiellen Aminosäuren Lysin, Methionin, Threonin und Tryptophan untersucht (Aminosäuren 4). Die Analytik dieser Aminosäuren gestaltet sich ebenfalls sehr aufwändig, da drei unabhängige Probenvorbehandlungsschritte und drei chromatographische Trennungsgänge pro Probe notwendig sind.

Die Aminosäureanalytik mittels AminoNIR wurde 1122-mal nachgefragt (Steigerung zum Vorjahr um 22 %). Sie ist für ausgewählte Futterarten möglich und wird von der Fa. Evonik, Hanau betreut. Die NIR-Spektren werden über ein web-Portal an einen Auswerteserver der Fa. Evonik geschickt. Nach spektraler Prüfung und Auswertung der Spektren erfolgt die Ergebnismeldung ebenfalls über eine web-Anwendung in Form einer Excel-datei. Möglich ist diese Untersuchung für Getreide (Gerste, Weizen, Triticale), Mais, Soja- und Rapsprodukte sowie Ackerbohnen.

In Handelsprodukten wird zunehmend statt Methionin die kostengünstigere strukturanaloge Substanz Methionin-Hydroxy-Analog (MHA; DL-2-Hydroxy-4-methyl-mercaptobuttersäure) zugesetzt. Über den Wirkungsgrad dieser Verbindung im Vergleich zu Methionin wird vielfach diskutiert. Eine Analysenmethode für MHA ist bereits als amtliche Methode im VDLUFA Methodenbuch beschrieben. Um dem steigenden Analysenbedarf gerecht zu werden, wird diese Methode bei AQU 3 (Zentrallabor Grub) etabliert. Es handelt sich um einen flüssig-chromatographischen Nachweis nach Extraktion mit einem Acetonitril-Wasser-Gemisch.

Tab. 16: Übersicht zu Probenarten im LKV-Labor in den Jahren 2010 / 2011/ 2012/2013

Probenart	Probenzahl			
	2010	2011	2012	2013
Grünfutter	1.952	2.024	2.335	2.179
Gärfutter	14.490	15.481	16.827	17.039
davon				
Grassilage	9.066	9.962	10.402	11.156
Maissilage	4.639	5.519	5.602	5.510
Heu	261	266	370	456
Cobs	253	272	264	267
Körnerfrüchte	741	777	1.130	1.256
Eiweißfuttermittel	170	238	335	316
Rinderfuttermittel	138	48	74	71
Allein- und Ergänzungsfuttermittel für Schweine	421	395	627	549
Gesamtmischrationen	102	105	162	190
Sonstige Futtermittel	326	1085	175	141
Biogassubstrate	690	1.176	1.895	2.382
<b>gesamt</b>	<b>19.544</b>	<b>21.867</b>	<b>24.194</b>	<b>24.846</b>

Bei den Mineralstoffuntersuchungen (Tabelle 18) bestand das größte Interesse am Block Mineralstoffe 1 mit den Mengenelementen einschließlich Kupfer und Zink (2392) gefolgt vom Block Mineralstoffe 2, der zusätzlich die Anionen Schwefel und Chlor sowie die Spurenelemente Mangan und Eisen beinhaltet (372). Insgesamt ist die Zahl der Mineralstoffuntersuchungen im Vergleich zum Vorjahr um 18 % auf 2764 angestiegen. Bei Gras und Grassilagen liegt die Zahl im Bereich des Vorjahres (1914 Anforderungen).

Den Landwirten wird dringend empfohlen, gerade bei diesen Futtermitteln eine Untersuchung auf die Elemente des Mineralstoffblockes M durchführen zu lassen, da die Streubreite der Mineral- und Spurenelementgehalte vergleichsweise groß ist. Die Analytik erfolgt mittels Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie.

Zur Selenbestimmung wurden 131 Proben an das Labor des Tiergesundheitsdienstes Bayern e.V. (TGD) in Grub im Unterauftrag vergeben.

Im Hinblick auf Qualitätssicherung der Untersuchungsverfahren und Ergebnissicherheit wird im Futtermittellabor von AQU ein hoher Aufwand betrieben:

Die NIR Kalibrierungen für Gras, Grassilagen und Maissilagen (ca. 80 % aller eingehenden Proben) werden jährlich in zwei umfassenden Ringversuchen geprüft, die sich auf 12 bis 14 Untersuchungsparameter beziehen. Darüber hinaus wird von der VDLUFA Qualitätssicherung GmbH einmal jährlich die Standardisierung der NIR Geräte an Hand eines definierten Probenkollektivs geprüft, um die Qualität der Ergebnisse aus dem NIR-Netzwerk zu gewährleisten. Zusätzlich nimmt das AQU-Labor an NIR-Ringuntersuchungen des VDLUFA bei Gras- und Maissilagen erfolgreich teil.

Tab. 17: Probenarten und Nährstoffparameter der LKV-Futtermitteluntersuchung 2013

Produkt	Parameter												
	Weender			nur TS	Stärke	Zucker	ADFo	NDFo	Gas- bildung	Silier- kennw.	Am- moniak	Biogas	Nitrat
	gesamt	NIR	CHEM										
<b>Grünfütter</b>													
Wiesen/Weidegras	1481	1435	46	326			18		26	1		70	43
Getreide grün	71	8	63	49	3	3						45	
Grünmais	541	531	10	1123	24			24				73	1
Klee/Kleegrass	62	53	9	8			5		5			10	3
Luzerne/Luzernegrass	13	0	13	0									1
Sonstige Grünfütter	11	0	11	13								1	
<b>Gärfuttermittel</b>													
Grassilagen	10714	10613	104	41		61	108		66	200	23	210	204
Klee-/Kleegrassilagen	301	260	41	1		9	14		15	9	1	34	35
Luzerne- und Luzernegrassilagen	141	128	12				5		10	4	1	3	9
Maissilagen	5351	5339	12	605	56			81		56	5	244	57
CCM, MKS, LKS	159	73	86	1	27	27				6	1	5	
Ganzpflanzensilagen	355	330	25	194	10	21	10			3	1	80	3
Sonstige Silagen	18					8				1		6	1
<b>Heu</b>													
Wiesengras Heu	380	360	20	2		7	11		11	1		2	2
Klgr-/LuzHeu, LBGem + Mix	76		76			12	12		12			1	1
Cobs	267	194	73	2			26		13			3	1
Stroh	5		5										
<b>Getreide</b>													
Getreidekörner	1203	1114	89		80	50						5	
Maiskörner	51		51	11									
<b>Nebenprodukte</b>													
Rüben	28		28		6	6				2		1	
Müllerei	16		16		1	1						3	
Molkerei	29		29	1		5							
Brauerei	42		42		6	6				1		1	
Sonstige Nebenprodukte	13		13			0							
<b>Eiweißfuttermittel</b>													
Erbsen/Ackerbohnen	77		77		36	36						1	
Sojabohnen/Lupinen	45	32	11		16	16						1	
Extraktionsschrot	182	154	28		12	11							
Ölkuchen	12		12										
<b>Krafftütter</b>													
Krafftütter Rind	64		64		6	7			5				
Krafftütter Schwein	468	350	118	3	73	66						2	
<b>Mineralfütter</b>													
Minfütter Rind	7		7										
Minfütter Schwein	81		81										
sonstige Mischungen	3		3										
TMR	190	174	16	2	6	6			6	2	1	11	2
Gülle	7		7									1	
gesamt	22464	21148	1298	2382	362	358	209	105	169	286	33	813	363

Die Röntgenfluoreszenzspektrometrie bzw. Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) zur Mineralstoffbestimmung wird ebenfalls jährlich in zwei Laborvergleichsuntersuchungen geprüft. In der Regel werden Gras, Grascobs und Silageproben analysiert. Diese werden „laborüblich“ vermahlen und am RFA-Gerät in vierfacher Wiederholung vermessen. Selbstverständlich werden auch alle nasschemischen Verfahren auf diese Weise geprüft. Ergänzend zu den NIR- und RFA-Parametern werden auch Aminosäuren, flüchtige Fettsäuren, Nitrat und weitere Parameter abgefragt. Insgesamt können dies bis zu 45 Inhaltsstoffe sein.

Interessante Größen sind die Mittelwerte der Inhaltsstoffe, die laborinterne Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit der Mittelwerte zwischen den teilnehmenden Laboren.

Die „Erfolgsquote“ des Labors bei den Teilnahmen an Ringversuchen liegt bei 96 %.

Umfangreiche Auswertungen der LKV-Untersuchungen sind im Anhang des Jahresberichts 2013 des Instituts für Tierernährung enthalten. (<http://www.lfl.bayern.de/ite/>). Neben den Rohnährstoff- und Energiegehalten verschiedener Grobfuttermittel sind Auswertungen zu Nitrat, Gärqualität und Aminosäuren dargestellt.



Tab. 18: Probenarten und Mineralstoff- bzw. Aminosäureanalysen im Rahmen der LKV-Futtermitteluntersuchung 2013

Produkt	Mineralstoffe 1	Mineralstoffe 2	Selen	Aminosäuren 1	Aminosäuren 2	Aminosäuren NIR
<b>Grünfütter</b>						
Wiesen/Weidegras	163	104	3		1	
Getreide grün	1					
Grünmais	15	0	0			
Klee/Kleegras	4	0	0			
Luzerne/Luzernegras	2					
<b>Gärfuttermittel</b>						
Grassilagen	1277	192	72	1	6	
Klee-/Kleegrassilagen	71	7	2			
Luzerne-/Luzernegrassilagen	54		1			
Maissilagen	331	23	17			
CCM, MKS, LKS	5			35	6	
Ganzpflanzensilagen	20	2				
Sonstige Silagen	1	1				
<b>Heu</b>						
Wiesengrasheu	55	18	2			
Klgr-/LuzHeu, u.a.	4	1				
<b>Cobs</b>						
	10				1	
<b>Stroh</b>						
				1		
<b>Getreide</b>						
Getreidekörner	13			3		959
Maiskörner	2	1		1	2	26
<b>Nebenprodukte</b>						
Rüben- Nebenprodukte	5			1	2	
Müllerei	1			1	1	
Molkerei	4			12	4	
Brauerei	2			2		
Sonstige Nebenprodukte	2			2	1	
<b>Eiweißfuttermittel</b>						
Erbsen/Ackerbohnen	10			3	3	15
Sojabohnen/Lupinen	2			5	3	34
Extraktionsschrote	5			2		83
Ölkuchen	6			0	0	5
<b>Krafffutter</b>						
Krafffutter Rind	5		1	2		
Krafffutter Schwein	158	7	2	128	99	
<b>Mineralfutter</b>						
Minfutter Rind	7		1			
Minfutter Schwein	75	1		3	76	
<b>sonstige Mischungen</b>						
<b>TMR</b>	2	1	1	1		
<b>Gülle</b>	78	12	29			
<b>Gülle</b>	2	2				
<b>gesamt</b>	<b>2392</b>	<b>372</b>	<b>131</b>	<b>203</b>	<b>205</b>	<b>1122</b>

Projektleitung: Dr. M. Schuster  
 Projektbearbeitung: LfL- und LKV-Mitarbeiter bei AQU  
 Projektdauer: Daueraufgabe

### 2.3.23 Aufbau einer online Futtermittel- und Substratdatenbank zur Sicherung einer nachhaltigen Tierproduktion und Landnutzung in Bayern (Teilprojekte Praefekt Rohdatenmanagementsystem und NeoFulab Datenbank mit webbasierter Probenanmeldung)

Im Rahmen eines gemeinsamen Projektes von AQU 3 und ITE wurde die nicht mehr zeitgemäße Probenbearbeitung im Zentrallabor Grub durch ein neues, innovatives System ersetzt. Kernstück ist eine zentrale Datenbank, die über den Labor-Applikationsserver mit Untersuchungsergebnissen gefüllt wird. Das Projekt wurde vom Bayerischen Staatsministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten gefördert.

Der Aufbau eines neuen Datenbanksystems mit der Option, Futterproben extern über das Internet anzumelden, war die Aufgabe des Projektpartners ITE. Eine ausführliche Beschreibung dieses Moduls ist im Jahresbericht des Institutes für Tierernährung nachzulesen.

Innerhalb des Labors wurde das Rohdatenmanagementsystem Praefekt der Fa. Pragmatis, Neufahrn, installiert und die individuellen Arbeitsabläufe im System abgebildet (Abbildung 81). Vorrangiges Ziel war dabei das Datenverarbeitung und die Datensicherheit zu verbessern sowie den Automatisierungsgrad aller Analysenschritte bei AQU 3 zu erhöhen. Der Einsatz von Barcodeetiketten auf Proben- und Analysengefäßen stand im Vordergrund, um manuelle Eingaben weitestgehend zu vermeiden (Abbildungen 76-79).



Abb. 76: Probeneingang bei AQU 3 mit etikettierten Probenbeutel und Begleitzettel



Abb. 77: Etikettendruck mit Labornummer, Produkt und externer Nummer bei AQU 3



Abb. 78: Gefäßzuordnung bei d Fettextraktion in AQU 3



Abb. 79: Asche- und Rohfasertiegel mit Barcodeidentifizierungen für Probenerfassung im Labor

Alle Wiegeschritte sind in Form von Workflows (Abbildung 80) abgebildet. Bei den Wiegeschritten zur Probentrocknung gibt das System Hinweise auf Trockentemperatur (Aminosäureanalytik) oder zusätzliche Analysen aus der Frischprobe, soweit diese vom Einsender angefordert wurden. Ebenso sind Taraschritte der Wiegeprozesse implementiert und Plausibilitätsprüfungen geben der Laborkraft Hinweise auf mögliche Fehler beim Wiegeprozess. An dieser Stelle erfolgt auch der Etikettendruck für Teilproben, die nach der Vermahlung abgefüllt und mit der Labornummer gekennzeichnet werden.

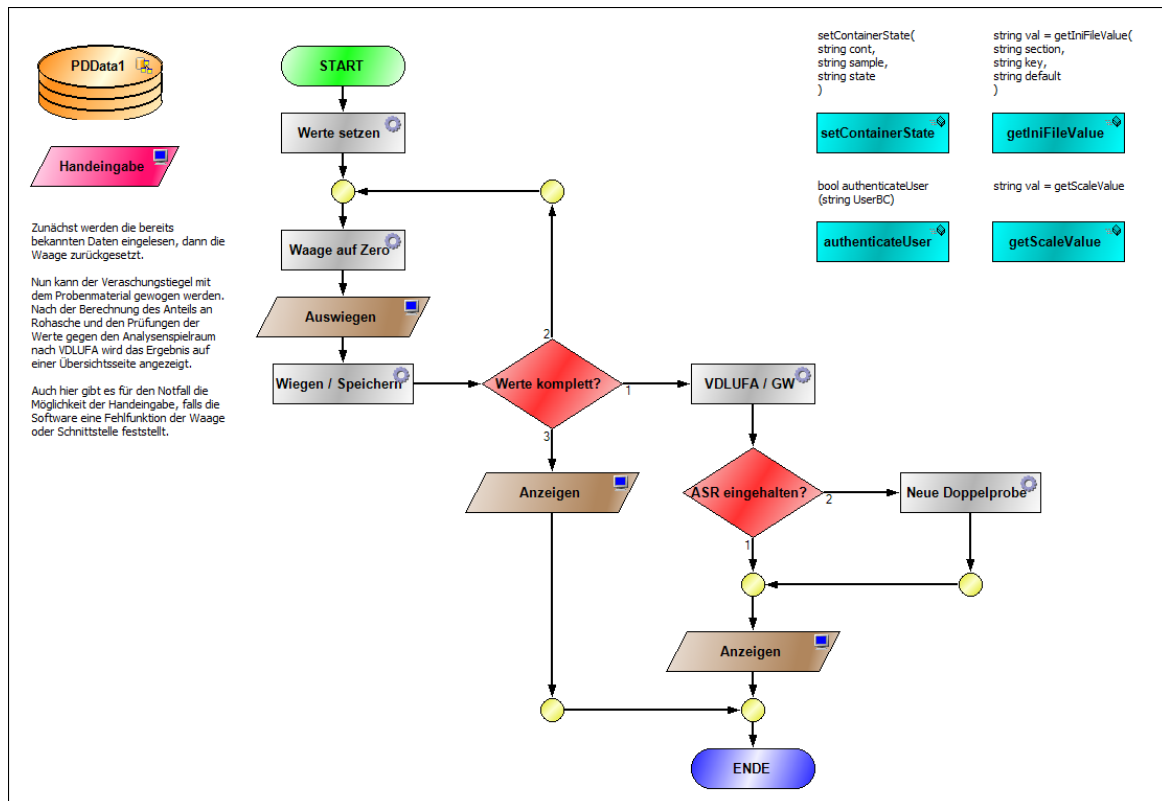


Abb. 80: Workflow eines Wiegeprozesses mit Prüfung auf Mittelfähigkeit an Hand des Analysenspielraumes (ASR)

Ergebnisse aus Chromatographiesystemen werden über Dateischnittstellen, Ergebnisse aus der Elementaranalyse werden direkt aus der Gerätesoftware in den Applikationsserver gesendet. Alle Analyseergebnisse durchlaufen eine Plausibilitätsprüfung. Grundlage hierfür sind die in den Gruber Futterwerttabellen gelisteten Inhaltsstoffe der Standardfuttermittel.

Weitere Vorteile bietet das System bei der Auswertung von Daten. Über einfache Abfragen können umfangreiche Analyseninformationen abgerufen werden. So sind Probenstatistiken bis auf die Projekt- oder Versuchsebene möglich und nach dem Einpflegen von Kosten für Verbrauchsmaterial und/oder Laborpersonal sind schnelle Aussagen über die Untersuchungskosten für Versuche, Projekte und Beratungsproben des LKV möglich.

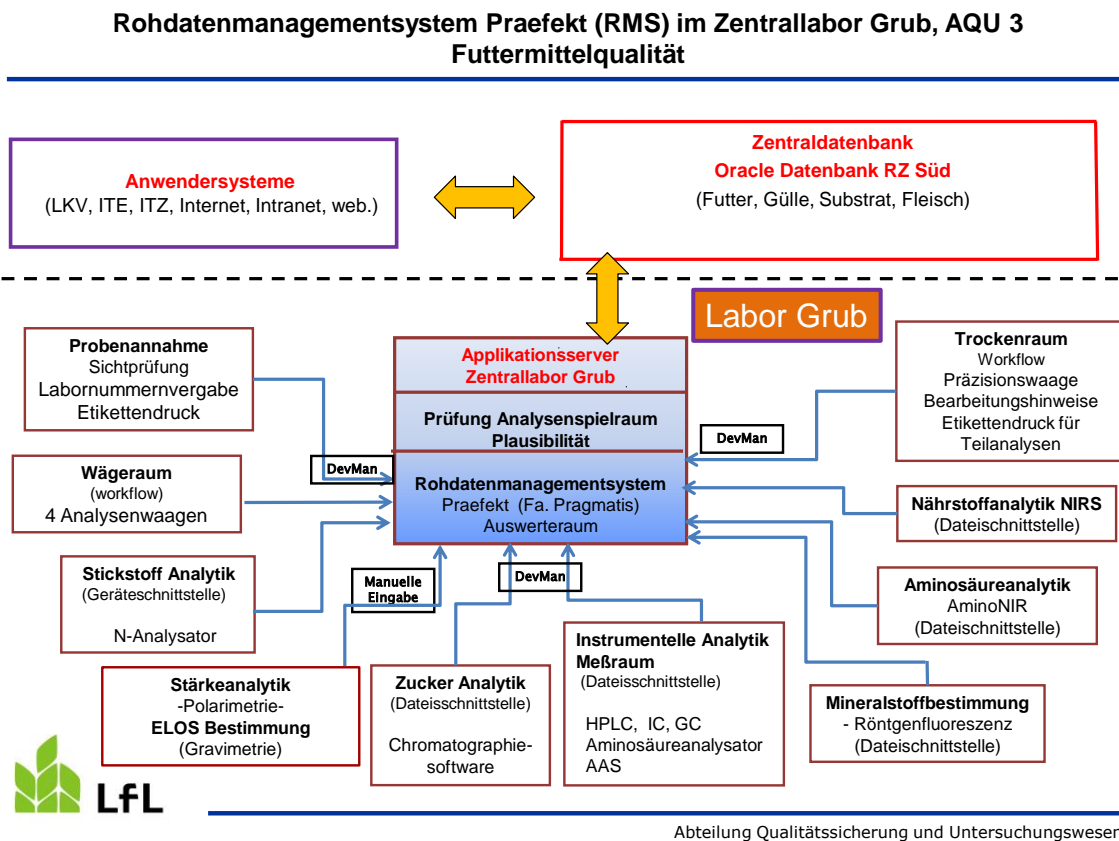


Abb. 81 : Konzeption des Labordatensystems im Bereich Futtermittelanalytik bei AQU 3 einschließlich der Schnittstellen zur webFulab-Zentraldatenbank und externer Datenbanken

Der Probeneinsender sieht in der Datenbank den Bearbeitungsstand seiner Probe. Ebenso sieht er Teilergebnisse wie die Trockenmasse, Nährstoffe, Mineralstoffe und Aminosäuren. Die gesamte Untersuchung wird transparent: Anhand des Zeitpunktes des Probeneinganges (Labornummernvergabe) sowie des vollständigen Probenabschlusses (Futtermittelprobe vollständig untersucht und übertragen) kann die Bearbeitungsdauer schnell ausgewertet werden.

In 2013 wurden die Analysenanforderungen für die LKV-Untersuchung und für Proben aus Versuchsanstellungen der LfL-Institute umgesetzt. In 2014 wird der Arbeitsbereich „Qualität tierischer Produkte“ integriert: Dann kommunizieren 22 PCs, die wiederum Waagen oder Analysengeräte steuern, mit dem Applikationsserver.

Projektleitung: Dr. H. Lindermayer, Dr. M. Schuster  
 Projektbearbeitung: S. Fuhrmann, R. Streng, G. Probstmeier, S. Neumüller  
 Projektdauer: 10/2010 – 12/2013

### 3 Ausbildung in AQU

#### 3.1 Chemielaborant/in - ein Lehrberuf an der LfL

Die Bedeutung der Analytik hat in einer naturwissenschaftlich und ökonomisch geprägten Gesellschaft ständig an Bedeutung gewonnen. Analysergebnisse sind die Basis jeglicher Bewertungs- und Entscheidungsprozesse, wobei die zugrundeliegende – teilweise enorm anspruchsvolle – Datenerhebung und -gewinnung trotz der immensen Bedeutung oftmals kaum wahrgenommen wird.

Die analytische Basis in chemischen Bereichen ist dabei von je her geprägt von einer ständigen Weiterentwicklung, modernen Analysengeräten, leistungsfähigen Methoden, innovativen Analysenparametern und steigendem Probendurchsatz. Zur Bewältigung dieser Herausforderungen im analytischen Labor ist eine hohe Qualifikation der Labormitarbeiter unabdingbar und dementsprechend übernimmt die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen durch die Ausbildung eine wichtige Aufgabe innerhalb der LfL.

In AQU werden Auszubildende (Azubis) für den Laborberuf einer(s) Chemielaborantin/-en ausgebildet und die fachlichen, praktischen Fähigkeiten vermittelt, die sie im späteren Berufsalltag benötigen (Abbildung 76).

Wesentliche Kriterien bzw. Voraussetzungen für eine Ausbildungsstelle bei AQU sind, neben einem guten Schulabschluss insbesondere in den naturwissenschaftlichen Fächern, auch gute IT- und Englisch-Kenntnisse, manuelle Geschicklichkeit und die Fähigkeit zur Teamarbeit.

Die Ausbildung dauert, je nach Schulabschluss zwischen 3 und 3 1/2 Jahren und setzt sich aus der beruflichen Ausbildung im Labor sowie der schulischen Ausbildung in der Berufsschule zusammen. Die Grundausbildung und Einführung in elementare Verfahren erfolgt für die Auszubildenden in den ersten Monaten bei AQU. Die Auszubildenden führen unter Anleitung Analysen und Qualitätskontrollen, Synthesen und messtechnische Aufgaben selbstständig durch, gestalten den praktischen Arbeitsablauf mit, protokollieren die Arbeiten und werten die Laborergebnisse aus. Sie erhalten an der LfL eine breit angelegte naturwissenschaftliche, praktische Ausbildung, die es ihnen ermöglicht, in vielen unterschiedlichen Bereichen naturwissenschaftlich-technisch zu arbeiten.



*Abb. 76: Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC). Die Bedienung komplexer Analysengeräte gehört zum Ausbildungsziel.*

Auf dem Gebiet der betrieblichen Ausbildung arbeiten die Auszubildenden an der Bayerischen Landesanstalt (LfL) in enger Kooperation mit den Mitarbeitern der Sachgebiete von AQU zusammen und ergänzen Ihr Wissen zusätzlich in den Forschungs- und Entwicklungslabors der Institute (Abbildung 77). Ein Wechsel der Auszubildenden in AQU innerhalb der Sachgebiete erfolgt nach etwa 3 bis 4 Monaten. Im zweiten Lehrjahr sind die Auszubildenden meist außerhalb von AQU tätig. Das dritte Lehrjahr in AQU, dient im Wesentlichen der Vertiefung der Ausbildungsinhalte sowie der Vorbereitung der Prüfung vor der Industrie und Handelskammer.



Abb. 77: Laborgebäude I von AQU in Freising

Die schulische Ausbildung findet an der Berufsschule in München statt. Nach etwa vier Wochen im Labor wird ein Block mit 14 Tagen Schule eingeschoben.

In gesonderten Praktika an der Technischen Universität München in Garching und an der GSF werden Stoffgemische und organische bzw. anorganische Präparate hergestellt sowie praktische Verfahren für den Laboralltag eingeübt. Zudem werden chromatographische, spektroskopische sowie weitere grundlegende analytische Verfahren der instrumentellen Analytik vermittelt.

Im Rahmen der Ausbildung werden die Auszubildenden in wesentliche Vorschriften und Regelungen zur Arbeitssicherheit, zum Gesundheitsschutz, zum Umweltschutz sowie zur Qualitätssicherung eingeführt.

Nach erfolgreicher Ausbildung eröffnet sich den Chemielaboranten eine interessante berufliche Perspektive an der LfL, im öffentlichen Dienst oder der Industrie im Bereich der Umwelt-, Lebensmittel- oder Futteranalytik, der Lebensmittelkontrolle, der Medikamentenentwicklung oder der Qualitätsprüfung von Produkten. Dabei kommt ihnen die breit angelegte Ausbildung an der LfL zugute.

Für qualifizierte Laboranten aus dem AQU-Ausbildungsprogramm bietet sich auch die Möglichkeit, in einer verantwortungsvollen Tätigkeit in Forschungsprojekten oder in einer Festanstellung zu übernommen zu werden.

Projektleitung: Dr. R. Füglein, Dr. G. Strauß  
 Projektbearbeitung: B. Rauer  
 Projektdauer: Daueraufgabe 2013-2016  
 Kooperation: Mitarbeiter der LfL  
 AuTUM  
 GSF

## 4 Veröffentlichungen und Fachinformationen

### 4.1 Veröffentlichungen

**Dollhofer, V. and Lebuhn, M. (2013):** Enhancing the biogas process with lignocellulose: anaerobic rumen fungi of the chamois *Rupicapra rupicapra* as a solution? In: Proc. 8<sup>th</sup> International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM8), Innsbruck, Austria, June 12-15, eds.: H. Insam, S.M. Podmirseg and A.O. Wagner, p. 108, ISBN 9778-3.902936-03-5.

**Fischer-Kaiser, K., Henkelmann, G. (2013):** Poster zur 22. BIOGAS Jahrestagung und Fachmesse vom 29.- 31.01.2013 in Leipzig, „Analysequalität von Steuerungsparametern im Biogasprozess“.

**Fischer-Kaiser, K., Gaul, Th. (2013):** Joule, „Die Unterschiede werden kleiner – Ergebnisse der Biogas-Ringversuche nähern sich weiter an“, Joule Heft 4 2013 (Juli/August 2013).

**Fuchs, C. (2013):** Bachelorarbeit zum Thema: „Einfluss der Stärke auf die Backeigenschaften“, Betreuung: Frau Prof. Kuss, (Hochschule Weihenstephan-Triesdorf (HSWT), Fachbereich Lebensmitteltechnologie), G. Henkelmann (Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft, AQU).

**Garcés-Sanchez, G., Wilderer, P.A., Horn, H., Munch, J.C. and Lebuhn, M. (2013):** Assessment of the viability of *Cryptosporidium parvum* oocysts with the induction ratio of *hsp70* mRNA production in manure. J. Microbiol. Meth. 94, 280-289; DOI:10.1016/j.mimet.2013.05.011.

**Hartl, L., Nickl, U., Henkelmann, G. (2013)** Vortrag auf der 26. Getreide-Tagung 2013 der Arbeitsgemeinschaft Getreideforschung; „Prüfung auf Auswuchs und Fallzahlstabilität bei Winterweizen“, veröffentlicht im Tagungsband, Cereal Technology, [Getreidetechnologie], Heft 1/2013, Seite 48-63, ISSN 1869-2303.

**Henkelmann, G. (2013):** LfL-intern, Das Mitarbeiter-Magazin, Heft 1/2013, Seite 11, „Die LfL unterstützt die Freisinger Tafel“.

**Henkelmann G. (2013):** Zusatz und Hilfsstoffe, Neuauflage 1/2013

**Henkelmann G (2013):** Vorträge zum Thema Probenahme, Laboranalytik, Analysenparameter im Biogasprozess am 05.02.2013 in Bayreuth, am 26.02.2013 in Triesdorf und am 20.03.2012 in Landshut, Beiträge veröffentlicht in den Schulungsunterlagen des Biogas Forums Bayern (2013).

**Henkelmann, G. (2013)** Vortrag an der Hochschule Weihenstephan Triesdorf am 14.05.12 in Weihenstephan vor Studenten der HSWT, „Qualität von Laboruntersuchungen - das Kompetenzzentrum für Analytik stellt sich vor“.

**Henkelmann, G. (2013):** Praxisnaher Workshop zu Labor- und Analytikparametern am Beispiel von FOS/TAC, pH und TM am 05.02.2013 in Bayreuth, am 26.02.2013 in Triesdorf und am 20.03.2012 in Landshut; Beiträge veröffentlicht in den Schulungsunterlagen des Biogas Forums Bayern (2013).

**Lebuhn, M. and Marín Pérez, C. (2013):** Towards molecular biomarkers for biogas production from lignocellulose-rich substrates. In: Proc. 8<sup>th</sup> International Symposium on

Anaerobic Microbiology (ISAM8), Innsbruck, Austria, June 12-15, eds.: H. Insam, S.M. Podmirseg and A.O. Wagner, p. 30, ISBN 9778-3.902936-03-5.

**Lebuhn, M. (2013):** Verhältnis von Wirkung zu Aufwand muss sich rechnen. top-agrar ENERGIE magazin 3, 16-17.

**Lebuhn, M., Munk, B., Dollhofer, V. und Fröschle, B. (2013):** Mikrobiologische Prozesse steuern und nutzen. In: Agrarforschung hat Zukunft, LfL-Schriftenreihe 4 (2013), 105-114, ISSN 1611-4159.

**Lebuhn, M. und Munk, B. (2013):** Molekularbiologische Frühwarnsysteme vor Prozessstörungen. In: Welche gemeinsame Zukunft haben Biogas und Mais? Fachtagung des DMK, 4.12.2013, Leipheim, pp. 22,

[http://www.maiskomitee.de/web/intranet/documentInfo.aspx?doc\\_guid=cda4c36e-e455-4944-be5e-199b1a029318](http://www.maiskomitee.de/web/intranet/documentInfo.aspx?doc_guid=cda4c36e-e455-4944-be5e-199b1a029318)

**Müller, H., Mikolajewski, S. (2013):** Ergebnisbericht zum Ringversuch DSN 1.

**Müller, H., Mikolajewski, S. (2013):** Ergebnisbericht zum Ringversuch DSN 2.

**Müller, H., Mikolajewski, S. (2013):** LÜRVA Klärschlamm 2013 - Länderübergreifender Ringversuch nach Fachmodul Abfall für den Bereich Klärschlamm-Anorganik, LfL-Information.

**Müller, H., Klemisch, M., Mikolajewski, S. (2013):** Bericht zum Ringversuch 2013 – Standard-Bodenuntersuchung, Gruppe 1: Hauptnährstoffe, Gruppe 2: Spurennährstoffe.

**Munk, B. and Lebuhn, M (2013):** Process diagnosis using methanogenic *Archaea* in maize-fed, trace element depleted fermenters. In: Proc. 8<sup>th</sup> International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM8), Innsbruck, Austria, June 12-15, eds.: H. Insam, S.M. Podmirseg and A.O. Wagner, p. 108, ISBN 9778-3.902936-03-5.

**Rieder J. (2013):** Vorkommen und Analyse von Mykotoxinen in pflanzlichen Erzeugnissen, Agrarforschung hat Zukunft, Schriftenreihe der LfL, ISSN 1611-4159, S. 141-147.

**Stanik, K., Henkelmann, G., (2013)** „Ist eine Neubewertung der Verarbeitungsparameter des Rapid-Mix-Test notwendig?“ Mühle und Mischfutter; 150ter Jahrgang; Heft 4, 28. Februar 2013, Moritz Schäfer Verlag, ISSN 0027-2949.

**Stanik, K., Henkelmann, G. (2013),** Einfluss der Knetzeit auf das Backvolumen im „Rapid-Mix-Test“, Cereal Technology, [Getreidetechnologie], ISSN 1869-2303, Heft 1/2013, Seite 6-13.

**Stanik, K (HSWT, Bachelorarbeit), Henkelmann, G., Grameier, J., Ruhland, N. (2013):** Überprüfung der Verarbeitungsparameter des „Rapid-Mix-Tests“ zur besseren Einschätzung der Backqualität von Weizen; LfL Jahresbericht 2012, erschienen 2013, S 93-94, ES-Druck Freising, LfL, ISSN 1861-1788.

**Stanik, K., Henkelmann, G., H. Grameier, J., Ruhland, N. (2013):** Jahresbericht der Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen AQU, 2012, Thema: Einfluss der Knetzeit auf das Backvolumen im „Rapid-Mix-Test“.

**Stanik, K., Henkelmann, G. (2013):** Einfluss der Knetzeit auf das Backvolumen im „Rapid-Mix-Test“, Cereal Technology, [Getreidetechnologie], ISSN 1869-2303, Heft 1/2013, Seite 6-13.



## 4.2 Veranstaltungen, Tagungen, Vorträge und Kooperationen

### 4.2.1 Tagungen

Thema	Teilnehmer	Datum
Frühjahrssitzung der VDLUFA-Fachgruppe III: Düngemitteluntersuchung	25 Personen: Mitglieder der Fachgruppe III, VDLUFA-Präsident, VDLUFA-Geschäftsführung, AG Verkehrs- und Betriebskontrollen	14.-16.05.13

### 4.2.2 Vorträge

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Dollhofer, V.	Verbesserung der Effizienz von Biogasanlagen durch anaerobe Pansenpilze (EW/12/17)	StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien,	München 10.12.2013
Berndt, M.	Präsentation des Qualitätsmanagementsystems der LfL	Julius-Kühn-Institut (JKI)	Braunschweig, 15.03.2013
Berndt, M.	Einführung in die Dokumentenlenkungssoftware roXtra	AQU	Triesdorf, 13.12.2013
Berndt, M.	Akkreditierung der Virustestung (Vortrag vor dem Testgremium für Pflanzkartoffeln)	IPZ 3a	Freising, 28.06.2014
Berndt, M.	EU-Twinning Projekt zum Thema Akkreditierung in der Pflanzengesundheit (Seminar/Vortrag für Mitarbeiter des State Veterinary and Phytosanitary Service of Ukraine)▼	EU/JKI	Kiew, 14.-18.10.2013
Fischer-Kaiser, K.	Fischer-Kaiser, Plenum „Qualität von Laboruntersuchungen“	Biogas Forum Bayern	Freising 23.10.2013
Fröschle, B.	Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen (N/11/30)	Verbundprojekt-Treffen (StMUG Bayern, LfL-AQU1c, LGL)	Freising 20.06.2013

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Fröschle, B.	Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen (N/11/30)	Verbundprojekt-Treffen (StMELF Bayern, StMUG Bayern, LfL-AQU1c, LGL)	München 09.12.2013
Fröschle, B.	Entwicklung eines Schnell-screenings auf Pathogene in landwirtschaftlich relevanten Substraten (K/11/08)	StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien,	München 10.12.2013
Fröschle, B.	Verhalten von EHEC und krankheitserregenden Clostridien in Biogasanlagen (N/11/30)	StMELF Bayern Statusseminar	München 10.12.2013
G. Henkelmann	Dr. Reents mit 15 Studenten „Backqualität“	AQU 2	Freising 04.07.2013
G. Henkelmann	VDLUFA, Tagung Berlin „Die Qualität von Faseranalysen“	VDLUFA	Berlin 19.09.2013
Henkelmann, G.	Schulung Bayreuth „Probenahme am Silo und Fermenter“ „Laboranalytik im Bereich der Biogasproduktion“	Biogas Forum Bayern/ AELF	Bayreuth 05.02.2013
Henkelmann, G.	Schulung Triesdorf „Probenahme am Silo und Fermenter, „Laboranalytik im Bereich der Biogasproduktion“	Biogas Forum Bayern/ AELF	Triesdorf 26.02.2013
Henkelmann, G.	Schulung Landshut „Probenahme am Silo und Fermenter“, „Laboranalytik im Bereich der Biogasproduktion“	Biogas Forum Bayern/ AELF	Landshut 20.02.2013
Henkelmann, G.	Vortrag zum Schülerpraktikum „Die Analytik am Kompetenzzentrum der LfL“	Biogas Forum Bayern/ AELF	Freising 25.03.2013

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Henkelmann, G.	AS Mykotoxine „Mykotoxinuntersuchungen und Wirkungen auf Laborparameter“	AG Mykotoxine	Freising 10.04.2013
Henkelmann, G.	Referendare „Die Abteilung AQU – Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen“	LfL	Freising 24.04.2013
Henkelmann, G.	Einführung, HSWT „Die Abteilung Qualitätswesen und Untersuchungswesen der LfL“	Hochschule Freising Triesdorf (HSWT)	Freising/ Weihenstephan 14.05.2013
Henkelmann, G., Fischer-Kaiser, K.	Poster Energiestand, Tag der offenen Tür 1. Ringversuche an der LfL 2. Zusatz- und Hilfsstoffe im Fermenter 3. Analysequalität von Steuerparameter	AQU 2	Freising 23.06.2013
Henkelmann, G., Fischer-Kaiser, K.	Sicherheitsbesprechung „Bildschirmarbeitsplätze und Rückenschule“	AQU 2	Freising 03.12.2013
Lebuhn, M.	Bakterien und Archaeen / Mikrobiologie im Fermenter, Thermodynamik und Störungen	Biogas Forum Bayern M2, Landwirtschaftliche Lehranstalten Bayreuth	Bayreuth 04.02.2013
Lebuhn, M.	Bakterien und Archaeen / Mikrobiologie im Fermenter, Thermodynamik und Störungen	Biogas Forum Bayern M2, Landmaschinenthule Triesdorf	Triesdorf 25.02.2013
Lebuhn, M.	Towards molecular biomarkers for biogas production from lignocellulose-rich substrates	8th International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM8)	Innsbruck 12.- 15.06.2013 14.06.13

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Lebuhn, M.	Mikrobiologische Prozesse steuern und nutzen	LfL-Wissenschaftstagung „Agrarforschung hat Zukunft“	München 04.07.2013
Lebuhn, M.	Mikrobiologie in der landwirtschaftlichen Biogasproduktion	TUM-HZ-Reihe „Ökologische Mikrobiologie in der Praxis“,	Freising 17.07.2013
Lebuhn, M.	Bedarfsgerechte Energiebereitstellung durch Mikrobiologische Methanisierung	Symposium "Ressourcenschonende Biotechnologie in Bayern - BayBiotec"	FAU Erlangen 08.11.2013
Lebuhn, M.	Molekularbiologische Frühwarnsysteme	10. Sitzung des DLG-Ausschusses für Biogas	LfL Freising 18.11.2013
Lebuhn, M.	Mikrobiologie im Fermenter – was die kleinen Wesen so alles können	Bayer. Bauernverband Og. Landau	Mamming 20.11.2013
Lebuhn, M.	Molekularbiologische Frühwarnsysteme vor Prozessstörungen	DMK Fachveranstaltung „Welche gemeinsame Zukunft haben Biogas und Mais?“	Leipheim 04.12.2013
Lebuhn, M.	Prozessfassung Mikrobiologie	StMELF Bayern, Statusseminar AS Regenerative Energien	München 10.12.2013
Lebuhn, M.	... was machen die da eigentlich?	2. Statusseminar Schimmelsubstrat	Freising, AQU1c 16.12.2013
Mikolajewski, S.	Länderübergreifender Ringversuch nach Fachmodul Abfall: LÜR-V-A Klärschlamm 2013	LANUV	Düsseldorf 04.12.2013

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Munk, B.	Process diagnosis using methanogenic Archaea in maize-fed, trace element depleted fermenters	8th International Symposium on Anaerobic Microbiology (ISAM8),	Innsbruck, Austria 12.-15.06.2013 14.06.2013
Munk, B.	Modul 2: Prozessbiologie und Analytik	Biogas Forum Bayern, Modul 2, Landmaschinen-schule Lands-hut-Schönbrunn,	Landshut 19.03.2013
Munk, B.	Biogas-Marker Teilprojekt 2: Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen	1. Statusseminar des BMBF-Verbundvorhabens Biogas-Marker,	Potsdam 09.04.2013
Munk, B.	Biogas-Marker Teilprojekt 2: Mikrobielle Gemeinschaften in einphasigen Systemen	Biogas Crops Network Verbundtreffen,	Frankfurt 25.09.2013
Munk, B.	Einfluss von verschimmelter Grassilage auf den Biogasprozess in Laborfermentern	1. Statusseminar Schimmelsubstrat	Freising, TUM, LS f. Tierhygiene 14.10.2013
Munk, B.	Einfluss von verschimmelter Grassilage auf den Biogasprozess in Laborfermentern	2. Statusseminar Schimmelsubstrat	Freising, AQU1c 16.12.2013
Richter, T., Henkelmann, G.	Herr Richter „Entwicklung einer neuen Methode zur Mykotoxinuntersuchung von Getreide“	Technische Universität München (TUM)	Freising/ Weihenstephan 18.04.2013
Rieder, J.	Fusarientoxine	Pflanzenbau-liches Kolloquium der LfL	Freising 12.03.2013
Rieder, J.	Bioaktive Sekundärmetaboliten aus Pflanzen	BASF	Ludwigshafen 10.04.2013

Name	Thema/Titel	Veranstalter	Ort, Datum
Rieder, J.	Vorkommen und Analyse von Mykotoxinen in pflanzlichen Erzeugnissen	Wissenschafts-tagung der LfL	München 04.07.2013
Rieder, J.	Vor-Nacherntemonitoring DON 2013	IPS 3a	Freising 12.11.2013
Rieder, J.	Astragalosid IV Schnellmethode	IPZ 3d	Freising 06.12.2013
Stanik, K., Henkelmann, G.	Müllerei, Fachtagung, „Einfluss der Knetzeit auf das Backvolumen“	Bayerischer Müllerbund	Volkach am Main 24.10.2013

#### 4.2.3 Führungen

Gruppe	Anzahl Personen	Datum	Sachgebiet
AG Pflanzenbausysteme Heil- und Gewürzpflanzen (IPZ 3d) und Probenehmer für N <sub>min</sub> -Bodenuntersuchung	7	28.02.13	AQU 1a
Referendare Fachrichtung: Pflanzenbau	5	03.05.13	AQU 1a/b
Girls Day (Gymnasiastinnen)	2	25.04.13	AQU 1c
Tag der offenen Tür, Führungen	26	23.06.13	AQU 1c
TUM-HZ-Reihe „Ökologische Mikrobiologie in der Praxis“	15	17.07.13	AQU 1c
Studenten	5	31.07.13	AQU 1c
Mitarbeiter TUM	1	06.02.13	AQU 2
Mitarbeiter Fa. Retsch	1	16.04.13	AQU 2
Bachelor-Studentin	1	15.03.13	AQU 2
Wissenschaftler TUM	1	18.04.13	AQU 2
Referendare	5	03.05.13	AQU 2
Wissenschaftler, Studenten TUM	12	10.06.13	AQU 2
Wissenschaftlicher Beirat der Getreideforschung	20	15.07.13	AQU 2
Herr Neumeier, FOS	1	07.08.13	AQU 2
Wissenschaftler, Mitarbeiter HSWT	3	14.10.13	AQU 2

Gruppe	Anzahl Personen	Datum	Sachgebiet
Scandinavian Analytics, Mitarbeiter	1	11.11.13	AQU 2
Ringassistenten LKV Mühldorf	19	05.02.13	AQU 3a/b
LKV – Ausbildungskurs LOP	20	15.04.13	AQU 3a/b
Fleischerzeugerring Coburg Führung und anschl. Diskussion	8	20.11.13	AQU 3

#### 4.2.4 Diplomarbeiten und Dissertationen

Name	Thema/Titel Dissertation /Diplomarbeit	Betreuer, Zusammenarbeit
Gabriela Garcés Sanchez	Quantification of <i>Cryptosporidium parvum</i> and enteroviruses by quantitative Real-Time PCR (qPCR) in environmental samples - Methodological developments for monitoring anaerobic systems	Prof. Dr. J. Bauer, Prof. Dr. J.-C. Munch, Prof. Dr. H. Horn, Dr. M. Lebuhn

#### 4.2.5 Aus- und Fortbildung

Veranstalter	Zeitraum	Personenkreis und Thema der Aus- und Fortbildungsmaßnahme	Anzahl
AQU 1a	07.01.-18.01.13 12.09.-20.09.13 04.11.-22.11.13	Ausbildungsabschnitte: Ausbildung zum Agrartechnischen Assistenten (ATA)	3
AQU 1a	Daueraufgabe	Ausbildungsabschnitte: Ausbildung zum Chemielaboranten	3
AQU 1b	21.01.-01.02.13 23.09.-04.10.13 18.11.-06.12.13	Ausbildungsabschnitte: Ausbildung zum Agrartechnischen Assistenten (ATA)	3
AQU 1c	01.08.-18.12.13 05.08.-13.10.13	Studenten/Studentinnen der Fachhochschule Weihenstephan-Triesdorf, Universität Heidelberg (Praxissemester im Biotechnologie-Studium)	2
AQU 2	07.10.-11.10.13 14.10.-18.10.13 21.10.-25.10.13	Ausbildungsabschnitte: Ausbildung zum Agrartechnischen Assistenten (ATA)	1
AQU 3	07.01.-28.06.13	Ausbildungsabschnitt: Ausbildung zum Agrartechnischen Assistenten (ATA)	1
AQU 3	04.02.-15.02.13	Studenten/Studentinnen der Hochschule Mannheim	1

---

<b>Veranstalter</b>	<b>Zeitraum</b>	<b>Personenkreis und Thema der Aus- und Fortbildungsmaßnahme</b>	<b>Anzahl</b>
AQU 3	13.05.-31.05.13 22.10.-15.11.13	Ausbildungsabschnitte: Ausbildung zum Biologielaboranten	2
AQU 3	22.07.-26.07.13 27.08.-30.08.13 02.09.-30.09.13 28.10.-31.10.13	Schüler/Studenten freiwilliges, berufsorientierendes Praktikum	4