



Opvolging en evaluatie van opleidingen

Vak I : Gegevens in verband met de opleiding

Titel opleiding	International Workshop "Foods to dye for – Contaminants: sampling analysis, legal limits"					
Duur	6-7 november 2006, Limassol (Cyprus)					
Organisator	AOAC Europe					
Naam deelnemer	Vermeylen Rudi					
Dienst/labo (aankruisen)	DG labo	FLVVG	FLVVM	FLVVT	LFSAGx	LFSAL
	X					

Vak II : Informatie van Bestuur Laboratoria

(Vak voorbehouden aan administratie Bestuur Laboratorium)

Te ondernemen acties door Bestuur Laboratoria:

Informatie verspreiden aan :

Vak III : Evaluatie van de opleiding

Gelieve punten toe te kennen van 1 (onvoldoende) tot 5 (zeer goed)

	1	2	3	4	5
Beantwoord de opleiding aan uw verwachtingen ?				X	
Evaluatie van de inhoud.				X	
Evaluatie van de presentatie.					X
Evaluatie van de algemene organisatie van de opleiding					X
Opmerkingen					



Vak IV : Programma of samenvatting van de opleiding

Afkortingen

AFNOR : Frans normalisatie instituut
AFSSA : Agence Française de la Sécurité Sanitaire des Aliments
AOAC : Association of Official Agricultural Chemists
AOZ : amino-oxazolidinone
ASE : Accelerated Solvent Extraction
CART : Centre d'Analyse des Résidus en Traces
CEN : centre européen de normalisation
CIAA : Confédération des Industries Agro-Alimentaires de l'U.E.
EFSA : european food safety authority
ELISA : enzyme linked immuno sorbent assay
EPA : Environmental Protection Agency (US government)
FCPC : Food & Consumer Products of Canada
GC : gas chromatography
GPC : gel permeation chromatography
HPLC : high pressure liquid chromatography
ISO : International Organization for Standardisation
IUPAC : International Union of Pure and Applied Chemistry
JECFA : Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives
LOQ : limit of quantification
MCPD : monochloorpropaandiol
MS : massa-spectrometrie detector
NCI : negative chemical ionisation
PAK : polyaromatische koolwaterstoffen
TC : technisch comité
VWA : voedsel- en waren-authoriteit
WG : werkgroep

Agenda

Deze workshop bestond uit sessies met in totaal 15 presentaties rond betreffende (a) Risico-management, (b) Voedselcontaminanten, (c) andere contaminanten. Voorts werden ook nog een twintigtal posters voorgesteld.

In onderstaand verslag worden een aantal presentaties thematisch gegroepeerd:

1. acrylamide
2. allergenen
3. polyaromatische koolwaterstoffen
4. mycotoxines
5. residu's van diergeneesmiddelen



Verslag

1. Acrylamide

Sune Eriksson (AnalyGen, Zweden) schetst de analytische inspanningen die sinds 2001 werden geleverd om te komen tot accurate methoden voor de detectie van acrylamide in water, levensmiddelen, luchtmonsters en cosmetica. Verscheidene methoden (HPLC-MS/MS en GC-MS) zijn thans voorhanden, en standaardisatie van een LC-MS/MS methode wordt voorzien. Het doctoraal proefschrift van de auteur, waarin ondermeer het effect van de pH van de extractiesolvent op de gedetecteerde acrylamide-concentraties wordt onderzocht, is beschikbaar.

Richard Stadler (Nestlé, Zwitserland) stelt de activiteiten van de "Acrylamide Technical Expert Group" voor. Deze CIAA-expertgroep bestaat uit technische experts zowel uit het bedrijfsleven als uit de academische wereld en geeft onder andere advies aan het FCPC. Recent werd het werkgebied van de expertgroep uitgebreid tot andere belangrijke procesgerelateerde toxische componenten (MCPD, furan, ...).

In dit verband werd samen met DG SANCO verscheidene workshops op poten gezet (e.g. Update on the progress in acrylamide and furan research, 16-19 mei 2006, Brussel) en wordt fundamenteel onderzoek naar de vormingsmechanismen ondersteund. Ook werd gewezen op de ontwikkeling van de "CIAA Acrylamide Toolbox", die de producenten een leidraad biedt om hun grondstoffen en productieprocessen aan te passen teneinde de vorming van acrylamide te beperken.

Frédéric Mestdagh (U.Gent, België) presenteerde een poster over de impact van kantinevoeding op de dagelijkse inname van acrylamide. De contaminatie-data die bij dit onderzoek gebruik werden, waren aangeleverd door het FAVV. Het departement voor Voedselveiligheid en -kwaliteit zal de poster eveneens omvormen tot een wetenschappelijke publicatie en deze indienen bij een peer-reviewed tijdschrift.

2. Allergenen

Bert Popping (Eurofins, Duitsland) wijst op een aantal problemen die zich stellen bij de thans gecommercialiseerde allergenen-kits.

Een eerste probleem is de aanzienlijke lot tot lot variabiliteit bij (niet nader genoemde) commerciële kits. Thans zijn ook nog geen (gecertificeerde) referentiematerialen voorhanden, waardoor de precisie van de (diverse) kits niet objectief geëvalueerd kan worden. Andere problemen kunnen zich stellen wat betreft de specificiteit van de gebruikte antilichamen (het is niet mogelijk om voor de commercialisering van kits deze te valideren voor alle types matrices, bijgevolg kan kruisreactiviteit met andere proteïnen niet uitgesloten worden). Zo bleek een kit bedoeld voor de detectie van hazelnoot-allergenen ook positief te reageren op lijnzaad. Ten gevolge van bovenstaande problemen kunnen verschillende kits sterk uiteenlopende resultaten geven. Vooral bij gluten en hazelnoten stellen zich problemen. De auteur stelt voor dat producenten een tweeledig, maar universeel validatieschema volgen. Op basis van een beperkte validatie zouden kits een tijdelijke 'erkenning' kunnen krijgen (typisch voor één jaar). Tijdens deze periode zou dan het volledige AOAC-IUPAC protocol gevolgd dienen te worden. Dit tweede validatieniveau zou kunnen leiden tot een internationaal erkende standaard (ISO, CEN).

Bij de validatie zou het ook noodzakelijk zijn dat de kruisreactiviteit steeds voor een voorafgaandelijk vastgelegde lijst van matrices wordt bepaald. Informatie over kruisreactiviteit zou door de producenten ook verplicht doorgegeven dienen te worden aan een



gecentraliseerd orgaan (vb. AOAC). Aangezien de auteur een voornaam lid is van CEN TC 275 (WG 12, algemene bepalingen betreffende methoden voor bepaling van allergenen) en tevens voorzitter van AOAC Europe zijn de hierboven weergegeven suggesties mogelijk richtinggevend voor de toekomstige evolutie.

Jacqueline van der Wielen (VWA, Nederland) geeft een overzicht van de mogelijkheden om LC-MS te gebruiken voor de detectie van allergenen in levensmiddelen. De auteur is in hetzelfde veld ook actief in CEN TC 275. LC-MS kan gebruikt worden voor de detectie van proteïnen (of peptiden na protease digestie). Voorbeelden van allergenen die tot op heden met deze techniek aangetoond kunnen worden zijn: gluten (gliadine), melk allergenen en pindanoten. De presentatie bevat een korte lijst van relevante wetenschappelijke publicaties.

Eliann Egaas (National Veterinary Institute, Noorwegen) rapporteert gegevens omtrent het monitoren van levensmiddelen gelabeld als 'may contain traces of peanut / milk'. Slechts 3 stalen op 591 vlees- en leverproducten bleken caseïne te bevatten (gemeten met rocket immunoelectrophoresis; LOQ 2,5 mg/kg). Een beperkte studie met ELISA (LOQ 1,0 mg/kg) toonde echter aan dat ongeveer de helft van de 50 stalen caseïne bevatte in concentraties van 1,0-2,5 mg/kg.

3. Polyaromatische Koolwaterstoffen (PAK's)

Albrecht Seidel (Biochemical Institute for Environmental Carcinogens, Duitsland) geeft een technische presentatie over de PAK's-analyses in levensmiddelen.

De auteur wijst eerst op het bestaan van de EPA-lijst met 16 PAK's die de meest voorkomende PAK's bevat. Op basis van carcinogeniciteit legde EFSA een lijst van 15 PAK's vast. Aangevuld met een 16^e component (JECFA), maakt deze lijst thans onderwerp uit van een Europees monitoringprogramma.

Tijdens de presentatie worden enige extractie- en clean-up procedures vermeld: (1) extractie met cyclohexaan, gevolgd door verscheidene vloeistof-vloeistof extracties, (2) ASE extractie met n-hexaan, gevolgd door GPC-opzuivering, (3) een Eurofins-methode met cafeïne-complexatie en GPC-opzuivering.

Zowel HPLC als GC methoden kunnen aangewend worden bij PAK's analyses.

Volgens de auteur worden de beste HPLC-scheidingen van de EFSA-PAK's bekomen met VYDAC 291TP5451. De scheiding werk bewerkstelligd door het aanleggen van een water-acetonitril gradiënt. Wat betreft de detectie is fluorescentie bruikbaar, met uitzondering voor cyclopenta[cd]pyreen dat geen fluorescerende eigenschappen heeft. De gebruikte kolom moet daarom deze component met een voldoende resolutie scheiden van de andere moleculen om detectie met UV mogelijk te maken.

GC-MS/MS met on-column injectie wordt door de auteur echter als de referentiemethode beschouwd. Wegens de grotere stabiliteit zijn ¹³C gelabelde interne standaarden te prefereren boven ³H gelabelde. De voorgestelde profielen werden bekomen met een Varian VF-17ms kolom en een goede scheiding van de Benzo-fluorantheen isomeren werd aangetoond. Ook voor de in de EFSA-lijst opgenomen Dibenzopyreen isomeren was het scheidingsvermogen van de kolom voldoende. (aangezien de ionfragmenten van de talrijke dibenzopyreen moleculen door eenzelfde m/z gekenmerkt worden, is het scheidend vermogen van de kolom wel degelijk van belang).

Bronislaw Glod (Meat and Fat research institute, Polen) stelt in een poster een HPLC-fluorescentie methode voor waarmee 8 PAK's moleculen uit de EPA lijst kunnen bepaald



worden. Preparatieve GPC werd gebruikt voor staalopzuivering.

Ook Guy Maghuin-Rogister (CART) stelde over dit onderwerp een poster voor. Het gepresenteerde onderzoek zal verder gezet worden, aangezien de FOD een onderzoeksproject hieromtrent goedgekeurd zou hebben.

4. Mycotoxinen

Jean-Marc Frémy (AFSSA, Frankrijk) geeft een algemeen overzicht over factoren die de betrouwbaarheid en kwaliteit van mycotoxine-analyses beïnvloeden. Hij onderkent daarbij de volgende aspecten (1) analytische methodologie, (2) het analytisch laboratorium, en (3) de wijze waarop de resultaten worden uitgedrukt.

De kwaliteit van de analytische methodologie wordt bepaald door de beschikbaarheid van referentiemateriaal, de validatiestatus van analytische methoden en de performantiecriteria die aan deze methoden worden vastgelegd. Van het analytisch laboratorium wordt verwacht dat het geaccrediteerd is volgens norm ISO 17025, wat veronderstelt dat gevalideerde methoden worden gebruikt, dat een intern kwaliteitssysteem operationeel is en dat bevredigende resultaten worden gehaald bij proficiency tests. Volgens Europese Verordeningen dienen analytische resultaten gecorrigeerd te worden voor het terugvindingspercentage en dient ook de analytische onzekerheid in rekening gebracht te worden. In dit verband verwijst de auteur naar een document van AFNOR waarin de uitgebreide meetonzekerheid, naargelang de aanwezige data, wordt uitgedrukt (a) op basis van de reproduceerbaarheid bekomen bij de interlaboratorium validatie, (b) als de intra-laboratorium reproduceerbaarheid, (c) op basis van proficiency test-resultaten, of (d) op basis van de Horwitz waarde.

5. Diergeneesmiddelen

Glenn Kenedy (Agri-Food & Biosciences Institute, U.K.) gaf enige achtergrond bij de furazolidone incident dat Noord-Ierland midden 2004 opschrikte. In pluimvee werden toen residu's teruggevonden van AOZ (amino-oxazolidinone), alhoewel het moedermolecule furazolidone al sinds het midden van de jaren negentig verboden is in de EU. De verklaring werd gevonden in het gebruiken van een nieuwe methode om de drinkwatertanks van de stallen te reinigen: tot in het eerste helft van de jaren negentig werd furazolidone aan het drinkwater van pluimvee toegevoegd. Het product, dat slechts beperkt wateroplosbaar is, vormde dan ook een onoplosbare film op de boden van de waterbekkens. Deze film bleef een decennium lang onaangeroerd, totdat in mei 2004 een nieuw, bruisend ontsmettend middel in gebruik werd genomen. Hierdoor werd de furazolidone-film verstoord en kwam het product bij de dieren terecht. Als correctieve maatregel werden alle oude drinkwaterbakken vervangen.

Popi Kanari (State General Laboratory, Cyprus) stelde een GC-MS/NCI methode voor die gevalideerd is voor de bepaling van nitroimidazolen in melk. Bij de staalvoorbereiding wordt de vetlaag na centrifugatie verwijderd, terwijl protease wordt ingezet om de melkeiwitten te hydrolyseren.

Vak V : Praktische toepassingsmogelijkheden

De behandelde presentaties worden verspreid naar de betrokken FAVV-laboratoria.