

Food Defense: Rattengifte in Lebensmitteln sicher nachweisen!

Benedikt Masberg^{1,2}, Georg Menacher¹ & Paul W. Elsinghorst^{1,3}

► Einleitung

Routineuntersuchungen im Rahmen der Lebensmittelsicherheit zielen üblicherweise darauf ab, Umweltkontaminanten wie beispielsweise Dioxine oder Schwermetalle nachzuweisen. Doch obgleich diesen Untersuchungen im Rahmen des Verbraucherschutzes große Bedeutung zukommt, sind unsere Nahrungsmittel auch vor krimineller oder terroristischer Sabotage nicht gefeit.¹ So rückt das Schlagwort „Food Defense“ (Lebensmittelsabotageschutz) – auch aufgrund aktueller Ereignisse – immer häufiger in den Fokus der Lebensmittelüberwachung. Insbesondere die Soldatinnen und Soldaten der Bundeswehr sind dabei im Auslandseinsatz einem erhöhten Risiko einer Lebensmittelsabotage ausgesetzt.²

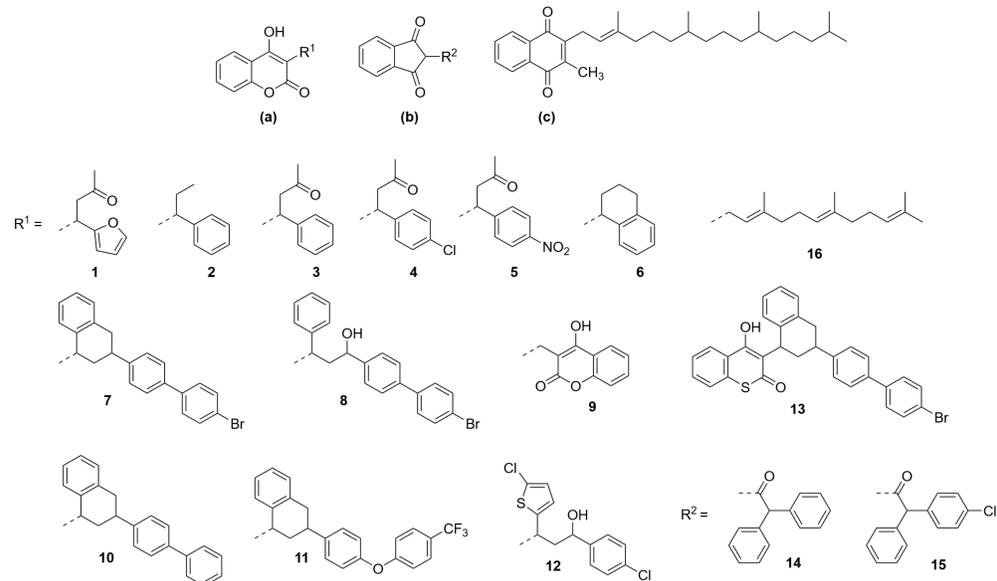
hindern die Rückgewinnung von Vitamin K, das für die Synthese der meisten Gerinnungsfaktoren benötigt wird, und stören so die Blutgerinnung von Säugetieren und Menschen. Unerkannt führt eine Vergiftung mit Antikoagulantien in der Regel zum Tod.



Blutgerinnungshemmer (Antikoagulantien), die als Rodentizide aber auch als Arzneistoffe vielfache Verwendung finden, sind in der Regel einfach zugänglich und, da geschmacksneutral, als Feststoff oder in Lösung besonders für Anschläge auf die Lebensmittelversorgung von Soldatinnen und Soldaten geeignet. Sie ver-

Dieses Poster zeigt die Entwicklung eines Untersuchungsverfahrens zum sicheren Nachweis relevanter Antikoagulantien in Lebensmitteln und Trinkwasser. Es kann auch im Auslandseinsatz angewendet werden und ermöglicht es, eine etwaige Sabotage auszuschließen oder auch bestätigen zu können.

► Analyten



Grundkörper der 4-Hydroxycoumarine (a) und 1,3-Indandione (b) sowie Strukturformeln von Vitamin K₁ (c) und der untersuchten Antikoagulantien 1: Coumafuryl, 2: Phenprocoumon, 3: Warfarin, 4: Coumachlor, 5: Acenocoumarol, 6: Coumatetralyl, 7: Brodifacoum, 8: Bromadiolon, 9: Dicoumarol, 10: Difenacoum, 11: Flocoumafen, 12: Tioclofumarol, 13: Difethialon, 14: Diphacinon, 15: Chlorphacinon, 16: Ferulenol

► Extraktion (QuEChERS³)

1 Probe homogenisieren und einwiegen



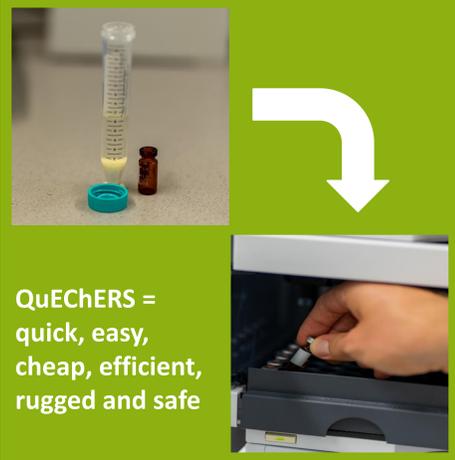
2 Zugabe von Wasser, Acetonitril, Essigsäure und Extraktionsmix; 1 min schütteln + zentrifugieren



3 Organische Phase zu Clean-Up Mix geben; erneut schütteln + zentrifugieren



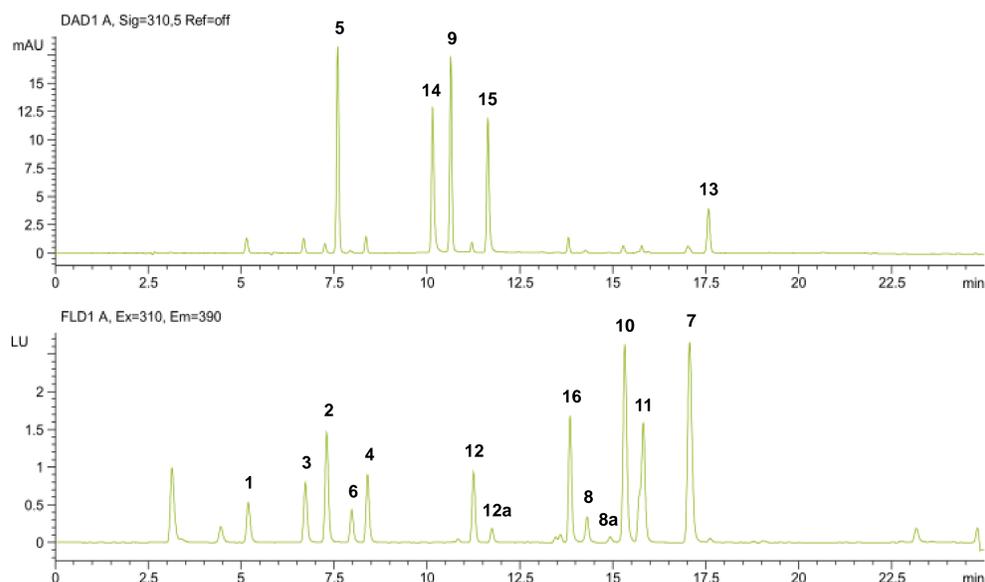
4 Obere Phase abnehmen und direkt mittels LC-DAD/FLD analysieren



QuEChERS = quick, easy, cheap, efficient, rugged and safe

► Chromatographie

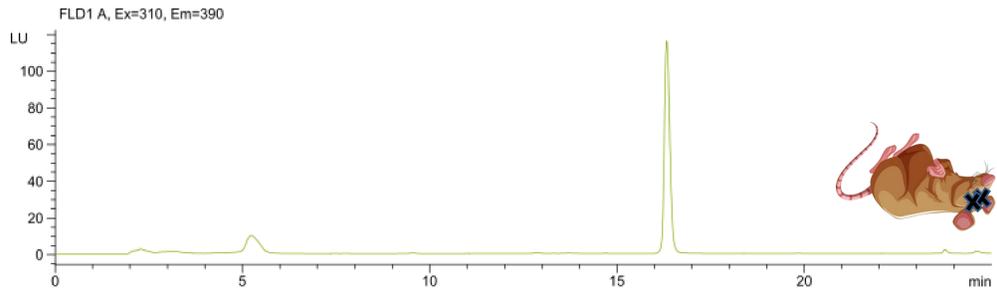
Eine erfolgreiche Trennung der 16 Analyten konnte mittels Ionenpaarchromatographie erreicht werden. Hierbei bilden die sauren Analyten mit einem zugesetzten Ionenpaarreagenz (*N,N*-Diisopropylethylamin, DIPEA) Ionenpaare, die bei neutralem pH ohne störendes Tailing mit der *reversed phased*-Chromatographiesäule interagieren. Ein alternatives Ansäuern zur Unterdrückung des Tailings schied infolge einer Fluoreszenzlöschung der Hydroxycoumarinderivate aus.



LC-DAD/FLD-Chromatogramme eines Standardmixes (1 µg/ml, Acetonitril) nach Subtraktion eines Blankchromatogramms. Bedingungen: Fließmittel A: 10 mM Essigsäure/DIPEA in Wasser; Fließmittel B: 10mM Essigsäure/DIPEA in Methanol; Injektionsvolumen: 20 µl; Säule: Kinetex Biphenyl 150 × 4,6 mm, 2,7 µm; Flussrate: 0,7 ml/min; Gradient (min/%B): 0/48, 10/78, 25/98, 30/48; Laufzeit 35 min.

► Praxistest

Um das entwickelte Untersuchungsverfahren unter Einsatzbedingungen zu testen, wurden 5 g Mehl unter Zusatz von 1 g eines Rattengifts unbekannter Zusammensetzung untersucht. Über das LC-FLD-Chromatogramm konnte zweifelsfrei die Anwesenheit von Brodifacoum nachgewiesen werden, wobei der auf den eingesetzten Köder bezogene Gehalt von 48 mg/kg im Einklang mit kommerziell erhältlichen Ködern steht, die bis zu 50 mg/kg Brodifacoum enthalten dürfen.



Die gemäß *EU Guidance Document*⁵ ermittelten Nachweis- und Bestimmungsgrenzen liefern im Hinblick auf Sabotageszenarien ausreichende Sicherheit, da auch toxikologisch unbedeutende Konzentrationen sicher erkannt werden. So kann eine hundertfach geringere Brodifacoum-Konzentration nachgewiesen werden, als für eine tödliche Vergiftung benötigt würde.

► Literatur

- [1] Pedersen *et al.*, 2016. Protecting our food: Can standard food safety analysis detect adulteration of food products with selected chemical agents? *Trends in Analytical Chemistry* (85), 42-46.
- [2] Taise S., 2018. Food Defense: Sabotage der Lebensmittel- und Trinkwasserversorgung als neue Bedrohung für die Bundeswehr? *Wehrmedizinische Monatsschrift* (4/2018), 90-96.
- [3] Anastasiades *et al.*, 2003. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and „dispersive solid-phase extraction“ for the determination of pesticide residues in produce. *Journal of AOAC International* (86), 412-431.
- [4] Max Rubner-Institut, 2008. Nationale Verzehrsstudie II - Ergebnisbericht Teil 2.
- [5] Wenzl *et al.*, 2016. Guidance document on the estimation of LOD and LOQ for measurements in the field of contaminants in feed and food. Bildquellen: Ratte (istockphoto.com), Methodenbeschreibung (Steffen Scholz)



¹ Zentrales Institut des Sanitätsdienstes der Bundeswehr München, Ingolstädter Landstraße 102, 85748 Garching, Deutschland

² Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf, Universitätsstraße 1, 40225 Düsseldorf, Deutschland

³ Universität Bonn, Institut für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften, Friedrich-Hirzebruch-Allee 5, 53115 Bonn, Deutschland