

Status Quo - Geruchsbestimmung



Dr. Mark Bücking

IME Bereich Angewandte Oekologie (seit 1959)



Laborbereiche / Ausstattung

- 34.000 m² Gesamtfläche
- 4.000 m² Laborfläche
- Sonderbereiche:
L2, L3, Kontrollbereich für
markierte Stoffe
- 1000 m² Umweltsimulations-
modelle
- 100 Mitarbeiter

Ökologische Chemie

Umwelt- und Lebensmittelanalytik

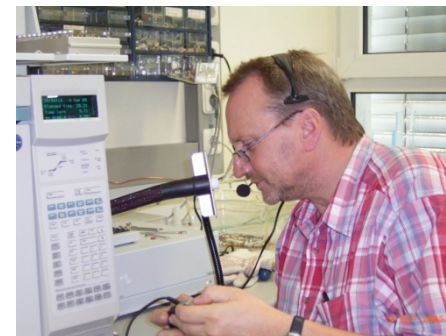
Umweltprobenbank/Elementanalytik

Ökotoxikologie

Lebens- und Futtermittelsicherheit

Forschungsprojekte

- Entwicklung von analytischen Methoden
- Analyse von organischen Verbindungen:
 - Kontaminaten
 - Rückstände
- Spurenanalytik anhand komplexer Referenzanalytik
- Off-flavours



Ebergeruch – wissenschaftliche Herausforderungen

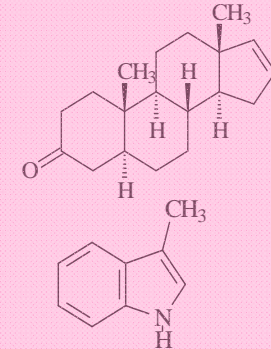
Androstenon / Skatol:

- **Schwerflüchtig** – eigentlich keine 'flüchtigen Verbindungen'
- **keine** Harmonisierung der **schwierigen** Referenzanalytik
- humansensorisch: **Unterschiedliche** Wahrnehmung
(A: 0,5 – 2,0 ppm)
- **synergistische** Effekte der Substanzen
- sind **andere** Verbindungen noch von Bedeutung ??

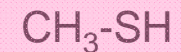
Apparativ:

Häufig:

- Einzelinitiativen, d.h. bisher kein interdisziplinärer Ansatz
- Wissenschaftliche Publikationen nicht zuverlässig
- praxisfern



Siedepunkt: > 250°C



Siedepunkt: 6,8°C



Ebergeruch – europäische Empfehlungen

EFSA, 2004:

Ein verlässlicher **on-line Test ist erforderlich**, um Produkte mit Ebergeruch zu vermeiden....**Sensorsysteme (elektronische Nase)** bieten hier das größte Potential, verschiedene Systeme werden getestet.Trotzdem sind on-line Testsysteme in der nahen Zukunft unwahrscheinlich.

Empfehlung:

- Hohe Forschungspriorität
- Harmonisierte und verlässliche on-line Tests während der Schlachtung
- **Unterstützung der Forschung bei Sensorsystemen** und ähnlichen Ansätzen (Fingerprint-Systems)

Die Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) ist im Bereich der Lebensmittel- und Futtermittelsicherheit der Grundpfeiler der Risikobewertung der Europäischen Union (EU)

Schnellanalytik - Anforderungen

sensitiv

robust und einfach

günstig

reproduzierbar



langlebig

schnell

Schnellanalytik - Anforderungen

sensitiv
→ ppb

robust und einfach
→ Schlachthof

günstig
→ kmU



reproduzierbar
→ keine aufwändige
Kalibrierung

langlebig
→ Jahre

schnell
→ 100 – 1000 Tiere / h

Ebergeruch – "Lösung Italien"



Available online at www.sciencedirect.com



Sensors and Actuators B 91 (2003) 169–174



www.elsevier.com/locate/sensorb

Thickness shear mode resonator sensors for the detection of androstenone in pork fat

Corrado Di Natale^{a,b,*}, Giorgio Pennazza^a, Antonella Macagnano^b,
Eugenio Martinelli^a, Roberto Paolesse^{a,c}, Arnaldo D'Amico^{a,b}

^aDepartment of Electronic Engineering, University of Rome "Tor Vergata", Via del Politecnico 1, 00133 Rome, Italy

^bCNR-IMM, Via del Fosso del Cavaliere, 00133 Rome, Italy

^cDepartment of Chemical Science and Technology, University of Rome "Tor Vergata", Via della Ricerca Scientifica, 00133 Rome, Italy

Ebergeruch – "Lösung Italien"



Available online at www.sciencedirect.com

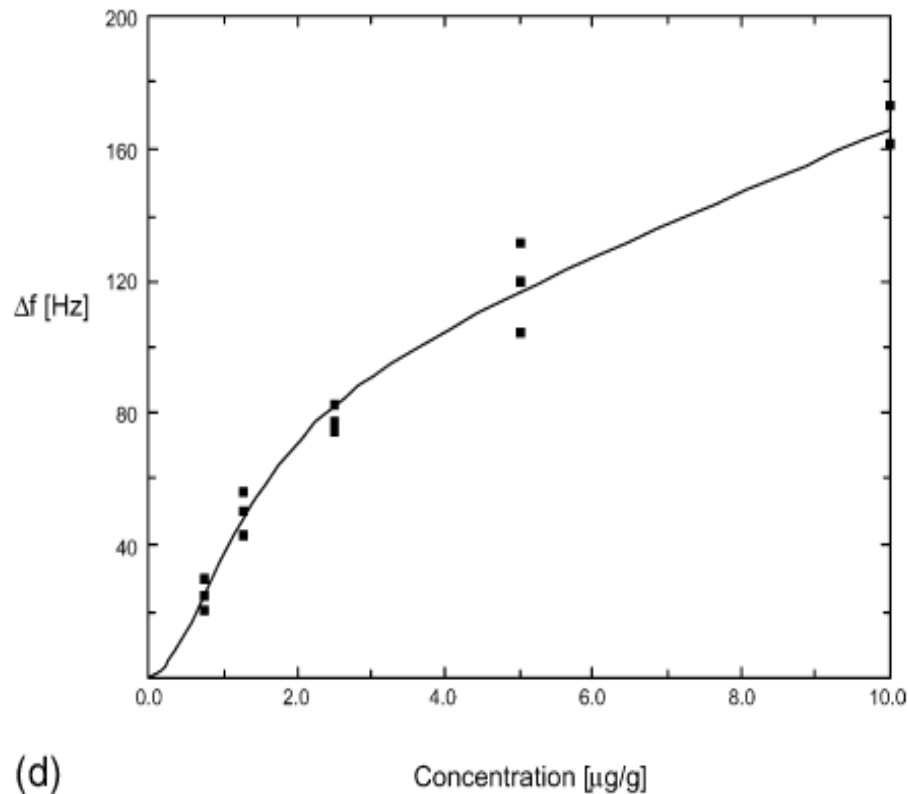
SCIENCE @ DIRECT®

Sensors and Actuators B 91 (2003) 169–174



www.elsevier.com/locate/senorb

Thickness shear mode resonator sensors for the detection of androstenone in pork fat



(d)

presence of androstenone in pork fat, the compound were added to a matrix of pure pork fat. Different quantities of androstenone have been added from 0.7 to 10 µg/g.

Samples were prepared in sealed vials, held at 35 °C in a bath with temperature control for 30 min. After that a portion of the sample headspace was extracted and flowed into the sensors chamber. Sensor signals were given as the variation of resonator frequency measured in Hz measured in equilibrium states exposing the sensor to reference air and to the sample.

4. Conclusions

Chemical sensors based on TSMR technology coated by various kinds of metalloporphyrins has been introduced as an eligible tool for rapid screening of the presence of androstenone in pork meat. Tests have been performed on pure pork fat added with different androstenone concentration up to 10 µg/g.

Ebergeruch – "Lösung Italien"

Di Natale et al.

- Empfindlichkeit 700 ppb
- 30 min Vorbereitung + messen
- Schwellenwert: 500 ppb
- Zeitaufwand

⇒ Fettoxidation während Messung

⇒ Zunahme z.B. Hexanal
(ppb/ppm)

⇒ **Messung der Fettoxidation**



Ebergeruch – "Lösung Schweiz"



Silvia Ampuero Kragten, Sébastien Dubois, Guiseppa Bee, *Forschungsanstalt Agroscope Liebefeld Posieux ALP*; **Michael Amrhein**, *Online Control GmbH*

Die elektronische Nase zur Erkennung des Ebergeruchs

Ebergeruch ist sehr schwierig zu erfassen. Er wird hauptsächlich durch Androstenon, Skatol und Indol verursacht. Weitere, heute unbekannte Stoffe, spielen ebenfalls eine Rolle. Die ALP hat eine elektronische Nase zur Bestimmung von Ebergeruch entwickelt, die etwa 95 % der belasteten Proben nachweist. Zur Weiterentwicklung dieses Laborgeräts für den Betrieb im Schlachthof sind weitere technische Anpassungen erforderlich.

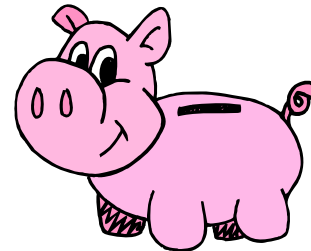
Ebergeruch – "Lösung Schweiz"

2006: Forschungsanstalt Agroscope Liebefeld-Posieux ALP

MS electronic nose (Smart Nose 151, LDZ)

automatic-sampler pyrolyser (CDS pyroprobe AS2500 APLUS)

→ Teuer / Laboreinheit



2008:

Evaluierung der Möglichkeiten:

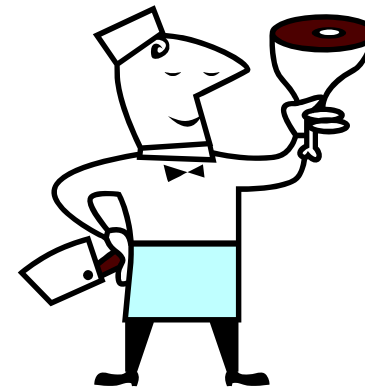
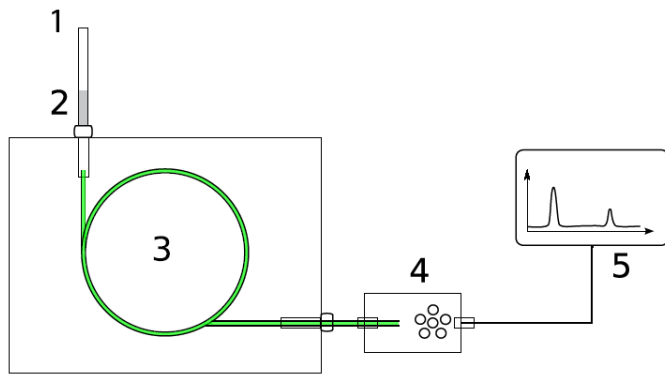
- Immunokastration
- Kastration mittels Isufloran
- Ebermast (Nischenmarkt) mit frühem Schlachtdatum

→ Forschung durch C. Pauly (SCA) und G. Bee (Agroscope Liebefeld-Posieux Research Station ALP) deutet an, dass Immunokastration mittels Improvac, Pfizer, am besten ist

(Quelle: pig progress Volume 24, No. 8 2008)

Erkennung 'Ebergeruch' am Schlachtband

Lösungsansatz Fraunhofer IME



Erkennung 'Ebergeruch' - Forschungsansatz Fraunhofer

Ansatz 'Erkennung des Ebergeruchs' → flüchtige Verbindungen

→ Testmethode : Headspace - Gaschromatographie – Massenspektrometrie

→ Parallel: - Proben referenzanalytisch auf Androstenon und Skatol untersuchen

→ Die Ergebnisse werden bezüglich ihrer Korrelation beurteilt

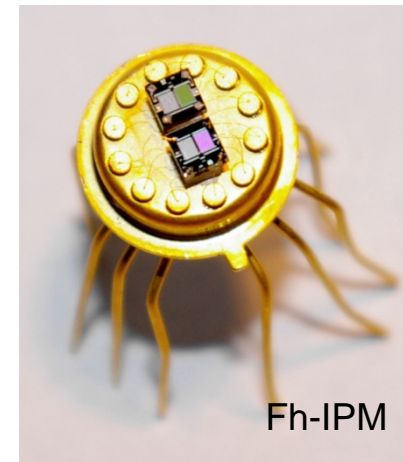
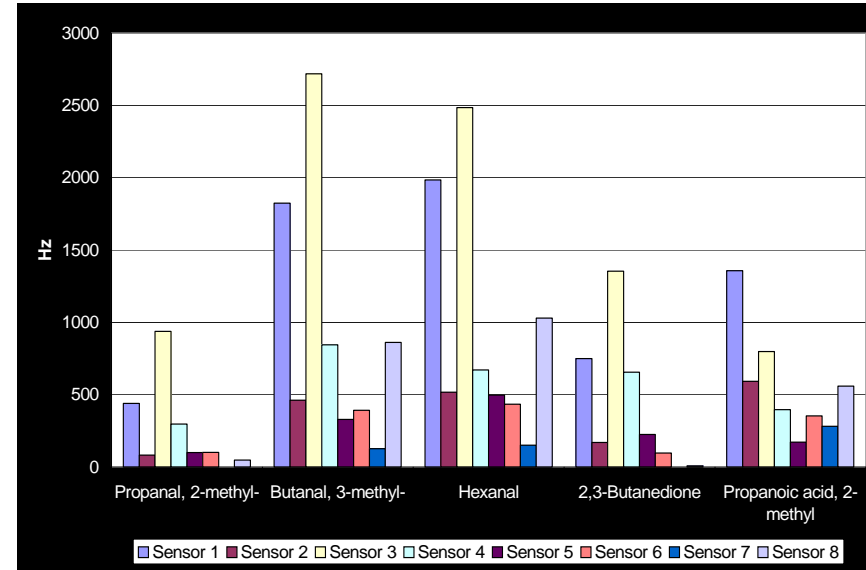
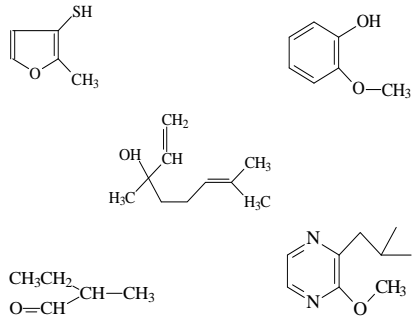
Ziel: Identifizierung über flüchtige Verbindungen → go / no go

→ Headspace Messungen mittels GC/MS werden den Möglichkeiten der Sensoren angepasst

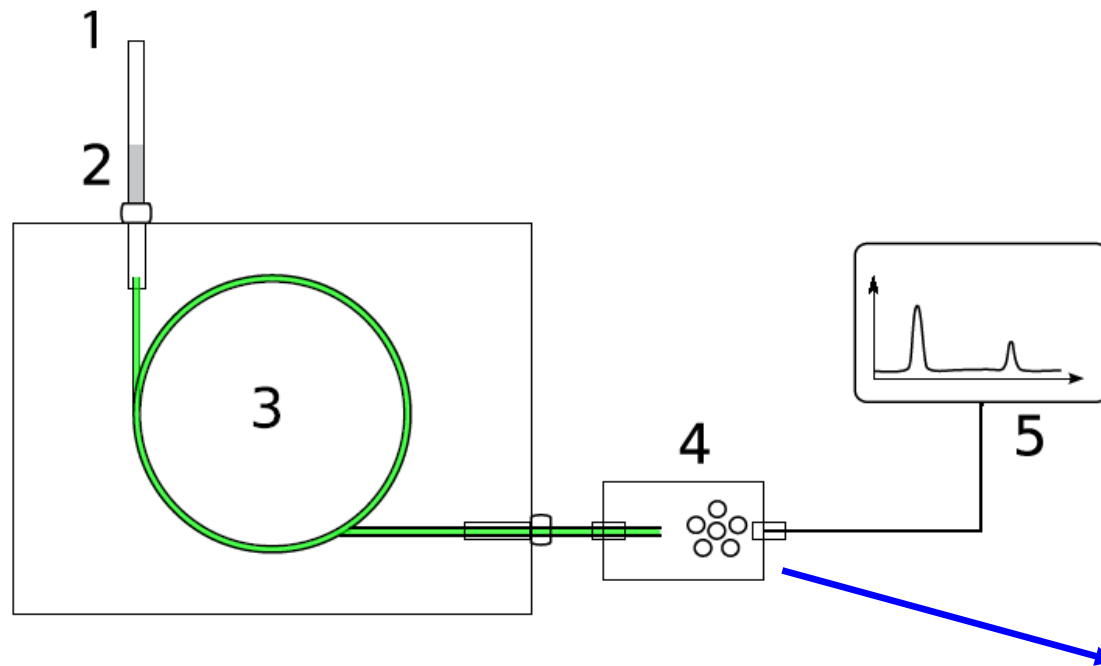
→ Messungen am entwickelten Laboraufbau mittels Gassensoren
(kommerzielle / am Fraunhofer IPM / Freiburg entwickelte und hergestellte Gassensoren)

Ziel: Entwicklung einer Methode für die Gassensorik

Erfassung von Geruch: Referenzanalytik und Sensoren

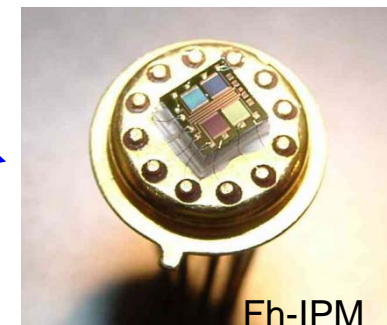


Erkennung 'Ebergeruch' - Forschungsansatz Fraunhofer

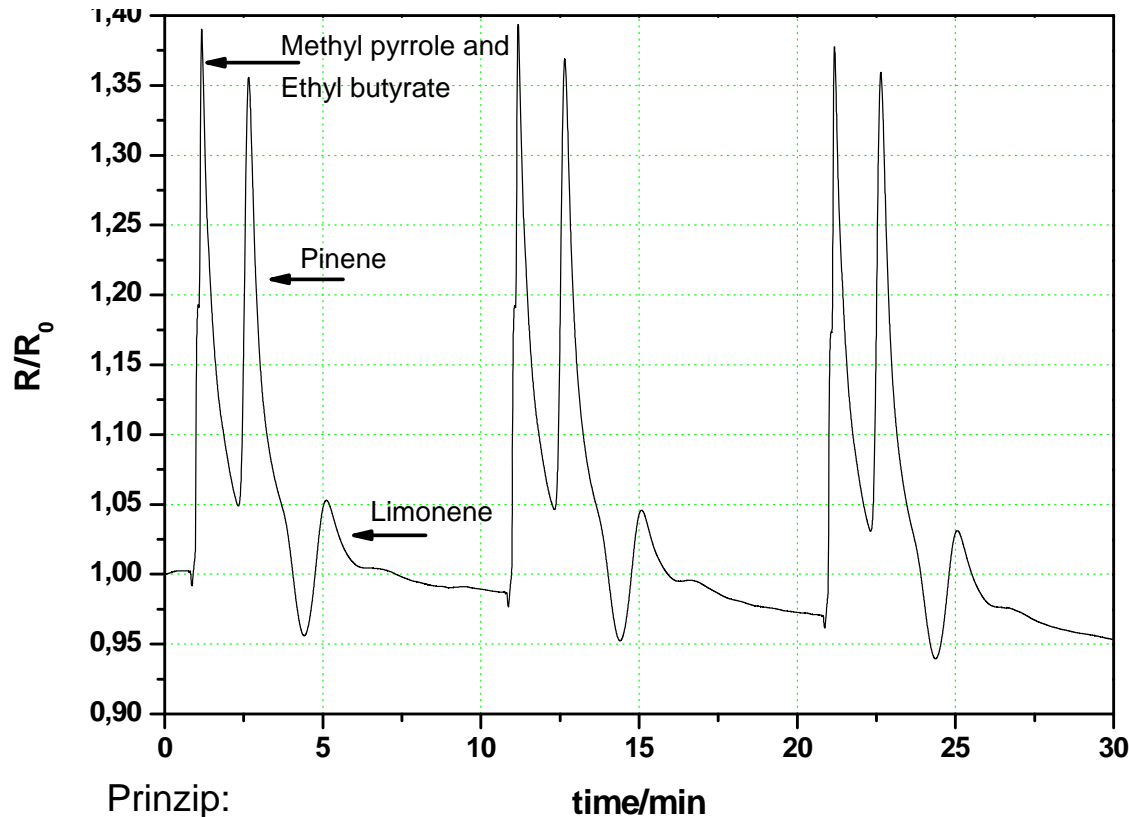


Setup

- 1 Sampling
- 2 Drying agent
- 3 GC column
- 4 Gas sensor array
- 5 Data evaluation



Erkennung 'Ebergeruch' - Forschungsansatz Fraunhofer



Messung der Reaktion von flüchtigen Verbindungen an der Oberfläche von Metalloxidsensoren

Zusammenarbeit mit Fh-IPM
(Interne FhG Förderung)

Bestimmung vom LM-Aromen

Konzentrationen:

720 ppb Methylpyrrol

399 ppb Ethylbutyrat

66 ppb Pinen

22 ppb Limonen

→ Empfindlicher als GC/MS (200K€)

→ sehr sensitiv → sehr schnell → sehr reproduzierbar → einfache Handhabung →
tragbar, außerhalb des Labors → selektiv – Optimierung mittels Software möglich

Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Referenzanalytik im chemischen Labor

- Verbesserung zwingend erforderlich
- ohne Referenzanalytik keine Schnellanalytik

Schnellanalytik

- keine Neuigkeit – EFSA 2004
- Verbesserung zwingend erforderlich
- bisher keine Methode vorhanden die alle Kriterien erfüllt

Ausblick

- weiterer Forschungsbedarf
- derzeitigen Kenntnisstand verantwortungsvoll kommunizieren
- Interaktion zwischen Industrie – Verbänden – NGOs – Politik –
Forschung

Danke



Dr. Mark Bücking
Fraunhofer IME

Auf dem Aberg 1
57392 Schmallenberg-Grafschaft
Germany

Tel.: ++49 2972 / 302 304
Fax: ++49 2972 / 302 319
Mobile: ++49 172 825 77 33
Email: mark.buecking@ime.fraunhofer.de
<http://www.ime.fraunhofer.de>
<http://www.foodresearch.de>

Fraunhofer Food Chain Management Alliance
<http://www.fcm.fraunhofer.de>