

A mintavételezés és a mérés bizonytalansága a mikotoxinok meghatározásánál

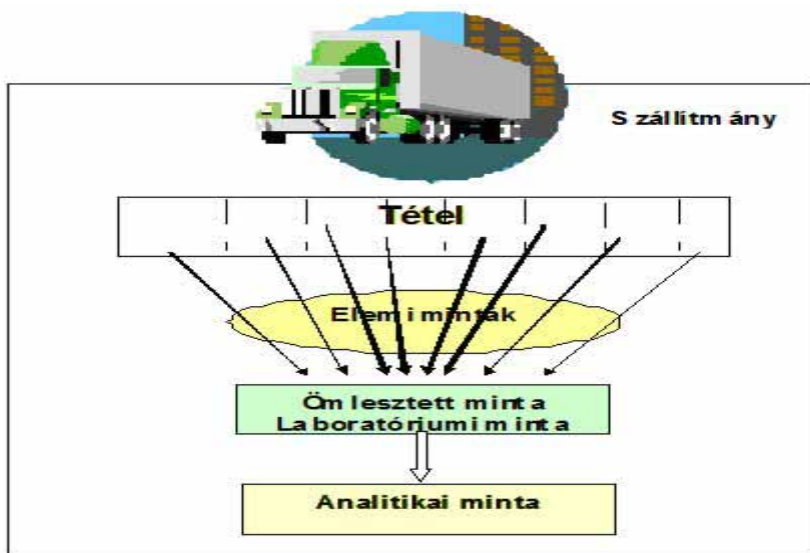
Ambrus Árpád

Magyar Élelmiszer-biztonsági Hivatal

A mikotoxinok előfordulását, toxikológiai tulajdonságait és ellenőrzésük fontosságát a fórum több előadója részletesen ismertette (Szeitzné és mtsi, 2007; Sohár Pálné, 2007; Marthné Schill Judit és mtsi, 2007). Az analitikai eredmények megbízhatóságát és véletlen hibáját a mintavétel, a minta-előkészítés és az analitikai módszer végrehajtása egyaránt befolyásolja. Az Európai Unió ellenőrzési irányelvei részletesen meghatározzák a tétel tömegétől függően a mintavétel módszerét és előírják azt is, hogy a tétel megfelelőségét az analízis bizonytalanságának figyelembevételével kell eldönteni (Varga Ildikó, 2007). A vitás kérdések eldöntésénél az adott tételből függetlenül vett minták analízisével kapott eredmények megegyezőségét, illetve különbözőségét a teljes elemzési folyamat, mely magában foglalja a mintavételt és a minta-előkészítést, bizonytalanságának a számításba vételével lehet megítélni.

A szennyezésnek leginkább kitett termények a gabonafélék, gyümölcsök, diófélék, kávé, gyapot, földimogyoró és szója. A szennyezés általában nem egyenletes, hanem erősen fertőzött gócok formájában lehet jelen. Kísérleti eredmények mutatják, hogy az aflatoxin szennyezés csupán a kukorica 0,1-0,5%-ában is előfordulhat, de szemenként igen magas 1000 µg/g koncentrációban. Másik példa, hogy az ochratoxin 5 µg/kg átlagos koncentrációja a valóságban 1000-ból csupán 6 szem kávéból is eredhet. Az ilyen jellegű szennyezések leírására a negatív binominális eloszlás a legalkalmasabb (Johansson és mtsi., 2000). Ha a szennyezés egyenletesebb, gamma vagy log-normál eloszlás is megfelelő eredményt ad.

Az ilyen tételek ellenőrzése nem egyszerű feladat. A mintavételnél 25-100 tonna terményből minimum 100 elemi mintával legalább 30 kg egyesített mintát kell venni, melyből alapos keverés után 10 kg-os laboratóriumi mintát és darálás, majd további homogenizálás után 25-50 grammnyi extrakcióra kerülő mintarészt (teszt-porció) kell elkülöníteni, úgy hogy az a mintázott tételt reprezentálja (1. ábra). Az előírás szerű mintavétel nyilvánvalóan csak a szállítmány ki-, be- vagy átrakásakor lehet végrehajtani, ami igen időigényes feladat akkor is, ha az áru mozgatására nem a mintavétel céljából kerül sor.



1. ábra: A mintavétel és minta-előkészítés folyamata

A közlemény célja a mintavétel és minta-előkészítés véletlen hibájának meghatározására végrehajtott vizsgálatok metodikájának bemutatása és a kukorica fumonizin szennyezésének vizsgálata kapcsán kapott eredmények ismertetése.

A fumonizin meghatározása kukoricában

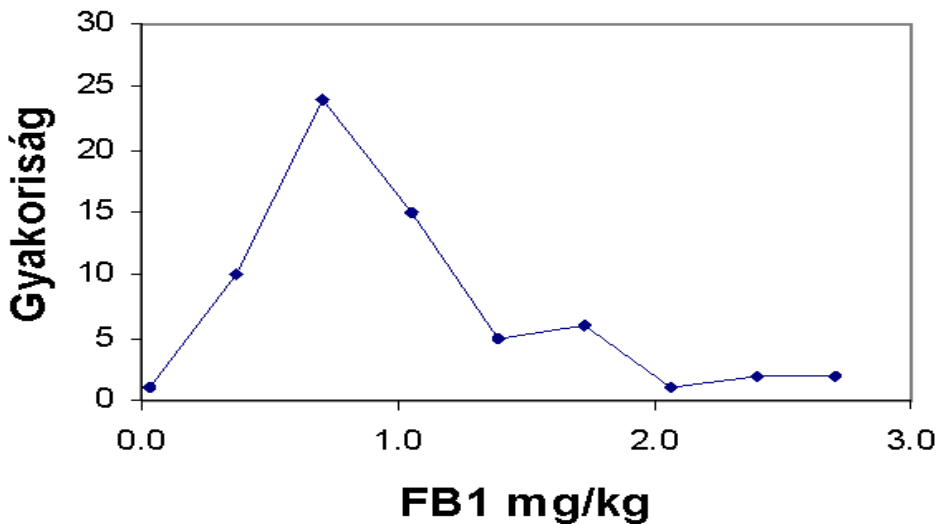
A vizsgálatokra a FAO/IAEA Továbbképző és Referencia Központjában (IAEA Laboratories, Seibersdorf, Austria) egy technikai kooperációs projekt keretében a szerző vezetésével került sor. Résztvevői: Mara Bettaglio és Valentina Branbilla Milanói Egyetem MSc hallgatói, Britt Maestroni, Brunó Doko és Nasir Rathor a laboratórium munkatársai.

Egy nagy afrikai ország 5 földrajzi körzetében 20-20 betárolt kukorica tétel mindegyikéből egy 2 kg-os összetett mintát és 20 x 100 g elemi mintát vettünk. A munka első fázisában összesen 1224 elemi minta analízisére került sor metanol víz (3:1) extrakcióval, Varian Bond elute SAX LR mini oszlopon történt tisztítással és OPA származékképzés után HPLC fluorimetriás detektálással.

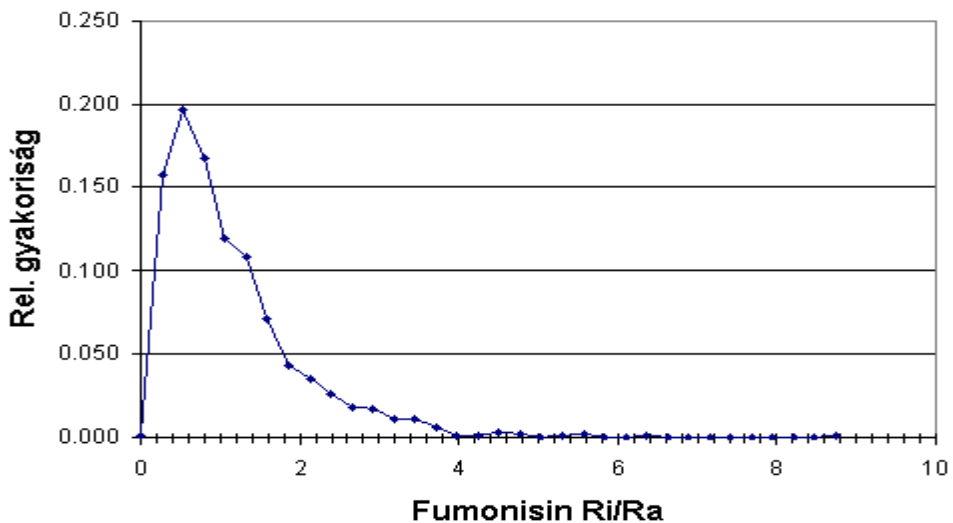
6 tételből vett elemi minták több mint 50%-nak FB1 tartalma a kimutatási határ (0,02 mg/kg) alatt volt (95 minta). Ezeket az eredményeket nem vettük figyelembe a mintavételi hiba megállapításánál. Az értékelhető 63 tétel átlagos fumonizin szennyezettsége 0,825 mg/kg volt. Az elemi mintákban az FB1 koncentráció 0,02 mg/kg és 2,74 mg/kg között változott.

Az FB1 átlagos koncentrációjának eloszlását a vizsgált tételekben a 2. ábra mutatja. A 3. ábrán az elemi minták FB1 koncentrációjának és a

mintázott tétel átlagos koncentrációja hányadosának eloszlása látható. Az átlagos FB1 koncentrációval történő osztással „normalizált” elemi minta FB1 koncentrációk lehetővé teszik a különböző átlagos szennyezettségű tételek elemi mintáiban az FB1 eloszlás összevetését és a várható eloszlás jellegének meghatározását. Az ábra mutatja, hogy az FB1 eloszlás gyakorlatilag folyamatos, de asszimmetrikus és a magas FB1 koncentrációk tartományában erősen elnyújtott (maximum: 8,75 ; 99%: 3,78 ; 97,5%: 3,18 ; 95%: 2,71 mg/kg). Az eredmények azt jelzik, hogy a fumonizin szennyezés a vizsgált tételek jelentős hányadában jelen volt. Ez lényeges különbség az aflatoxin tapasztalt eloszlásával szemben, mely valószínűleg nem folyamatosan, hanem góccokban van jelen.



2. ábra: Az átlagos FB1 koncentrációk eloszlása a vizsgált 63 kukorica tételben



3. ábra: Az elemi minták FB1 koncentrációja (Ri) és a mintázott tétel átlagos koncentrációja (Ra) hányadosának eloszlása 1119 elemi mintában

Az egyes lépések véletlen hibájának meghatározása

A mérési eredmény véletlen hibáját (SR) a hibaterjedés törvénye alapján a mintavétel (SS) a minta-előkészítés (SSp) és az analízis (SA) illetve a megfelelő variációs koefficiensekből (CV) számoljuk:

$$S_R = \sqrt{S_S^2 + S_L^2} \quad (1)$$

$$CV_R = \sqrt{CV_S^2 + CV_L^2} \quad (2)$$

$$CV_L = \sqrt{CV_{Sp}^2 + CV_A^2} \quad (3)$$

ahol a CV_L a laboratóriumi fázis relatív bizonytalansága, feltéve, hogy a minta darálását és méretének csökkentését a laboratóriumban végzik.

A mintavétel véletlen hibája

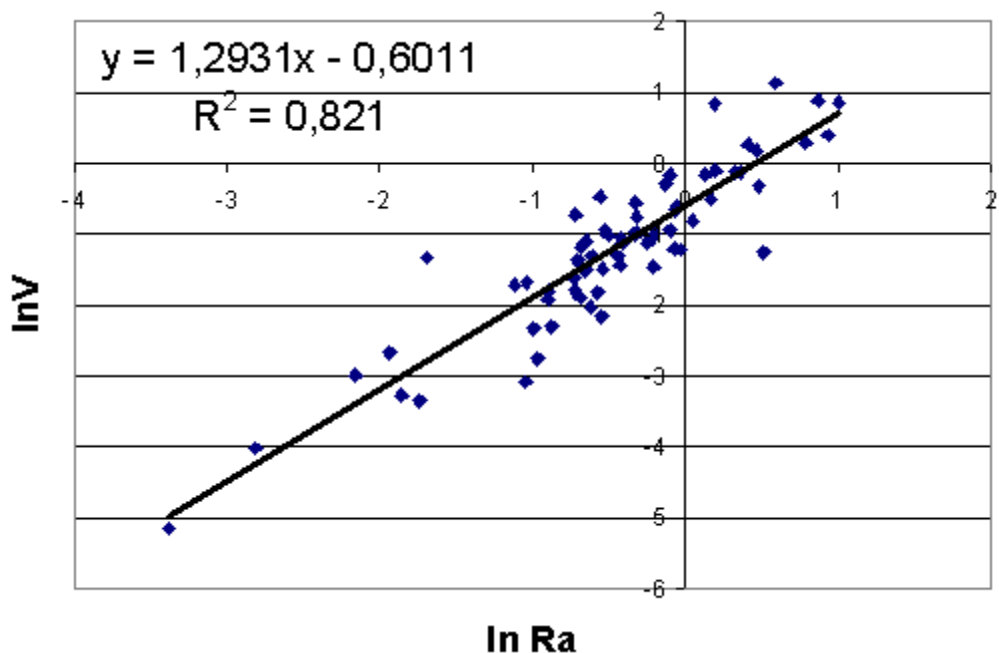
A mintavétel hibáját az elemi minták halmazából visszahelyezéssel vett véletlen minták számított koncentrációjából határozhatjuk meg (Ambrus, 2004). Az egyes tételekből vett elemi minták FB1 koncentrációja varianciájának a logaritmusa és a mintázott tétel átlagos szermaradékának a logaritmusa elfogadható illesztéssel lineáris összefüggést mutat (4. ábra), mely azt jelzi, hogy az FB1 koncentrációk CV-je várhatóan normál eloszlású (5. ábra), melyet a statisztikai teszt is igazol ($P=0,03$). A tipikus mintavételi hiba ennek alapján az átlagos CV_i értékből számítva az elemi mintákra 84%. Az n számú elemi mintákból álló összetett minták átlagos CV értéke (a mintavétel bizonytalansága) a

$$CV_{\bar{x}} = \frac{CV_i}{\sqrt{n}} \quad (4)$$

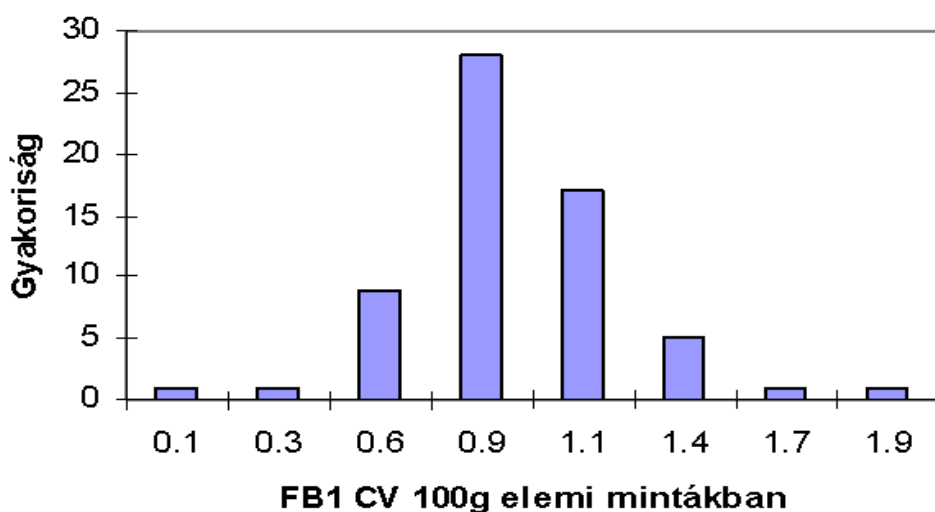
összefüggéssel számítható, mely az eloszlás jellegétől függetlenül minden folyamatos eloszlásra érvényes. A számított értékeket az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat: A mintavétel átlagos bizonytalansága és 95%-os konfidencia intervalluma fumonizin meghatározásánál kukoricában

n	Mintavétel bizonytalansága (CV)		
	Átlag	Minimum	Maximum
1	0,84	0,08	1,94
10	0,27	0,03	0,61
20	0,19	0,02	0,43
50	0,12	0,01	0,27
100	0,08	0,01	0,19



4. ábra: Az egyes tételekből származó elemi minták FB1 tartalmának varianciája (V) és az átlagos FB1 tartalom összefüggése.



5. ábra: A különböző tételekből vett elemi minták FB1 tartalma CV értékének eloszlása

Ha például egy tételből sokszor 100 elemi mintából álló összetett mintát veszünk, akkor az összetett minták átlagos FB1 tartalmának CV értéke 0,08 (8%) körül várható. A gyakorlatban előforduló kis számú minták esetén az adott esetben kapott CV érték azonban tág határok között változhat: például 100 elemi mintából álló összetett mintáknál 95%-os valószínűséggel 0,01 és 0,19 között.

A minta-feldolgozás (előkészítés) véletlen hibája

A mintavételi állandó elve alapján (Wallace és Kratochvil, 1987), ha a minta statisztikailag jól kevert, akkor az:

$$K_{Sp} = mCV^2 \quad (5)$$

összefüggés áll fenn a mintából egy helyről kivett elemi minta tömege (m) és az elemi mintákban jelen lévő komponens (esetünkben az FB1) koncentrációjának a CV értéke között.

A mintavételi állandó elvét a laboratóriumi minta „homogenitásának”, statisztikailag jól kevert állapotának ellenőrzésére is alkalmazhatjuk (Ambrus Á, Solymosné M. E., Korsós I., 1986). Meghatározása röviden a következő lépésekből áll:

- Analizáljuk ≥ 5 -5 kis és nagy mintahányad extraktját ≥ 3 párhuzamos meghatározással.

- Ha a minta jól kevert az F próba szerint $S_{Lg}^2 = S_{Sm}^2 \times \frac{W_{Sm}}{W_{Lg}}$,

akkor $K_{Sp,nagy} = K_{Sp,kicsi}$

- Ha a teljes meghatározás varianciája (V_T) statisztikailag szignifikánsan nagyobb, mint az analízis varianciája (V_A) (ezt ugyancsak az F-tesztel dönthetjük el),

akkor $V_{Sp} = V_T - V_A \quad (6)$

- A V_{Sp} értékből az átlagos FB1 tartalommal kapott CV értékkel az 5. egyenlettel minta-előkészítés hibája tetszőleges mintahányadra ($> m_{kis}$) kiszámítható, mely egy lényeges előny az ANOVA-val szemben, ami csak az adott elemi minta tömegre ad információt.

Tekintve, hogy a minta-előkészítés bizonytalansága a vizsgálandó minta állapotától, a vizsgálandó komponens eredeti eloszlásától és a végrehajtás módjától is erősen függ és tág határok között változhat (Maestroni, B. és mtsi, 2000), a mintafeldolgozás folyamatának reprodukálhatóságát a minták vizsgálata során, a belső minőségbiztosítás részeként, rendszeresen ellenőrizni kell.

A laboratóriumi mérés reprodukálhatóságát (CV_L) leghatékonyabban és legmegbízhatóbban a korábbi sorozatokból véletlenszerűen kiválasztott mintahányad, mely mérhető mennyiségben tartalmazta a vizsgálandó anyagot, ismételt analízisével határozhatjuk meg:

- Analizáljunk minden sorozatban egy mintahányadot egy korábbi sorozatban vizsgált mintából:

$$R_1 - R_2 \leq CD = f * CV_{Lv} * R_{ave}$$

- Ellenőrizzük az eredmény elfogadhatóságát a módszer validálása során meghatározott CV_{L_V} értékkel:

$$R_1 - R_2 \leq CD = f \cdot CV_{L_V} \cdot R_{ave}$$

- Határozzuk meg a kritikus differencia 95%, illetve 99% valószínűségi tartományon belül eső eredményeket ($f = 3,64$), ha a CV_{L_V} legalább 20 mérési eredményből származik (ISO 5725).
- Számítsuk ki relatív különbségüket és a relatív különbségek szórását:

$$R_{\Delta i} = 2(R_{i1} - R_{i2}) / (R_{i1} + R_{i2})$$

$$CV_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n R_{\Delta i}^2}{2n}} \quad (7)$$

ahol n az ismételt mérésekből kapott értékpárok száma.

Ha legalább 20 minta mérési eredménye rendelkezésre áll, akkor érdemes a validálásnál kapott módszer paramétereit az új adatok figyelembevételével újraszámolni.

A 7-es egyenlettel számított CV_L érték jellemző az adott mintára és a vizsgált komponens koncentráció tartományára. Az így kapott relatív bizonytalansági paramétert kell alkalmazni a határérték-túllépés eldöntésére is (Varga I, 2007).

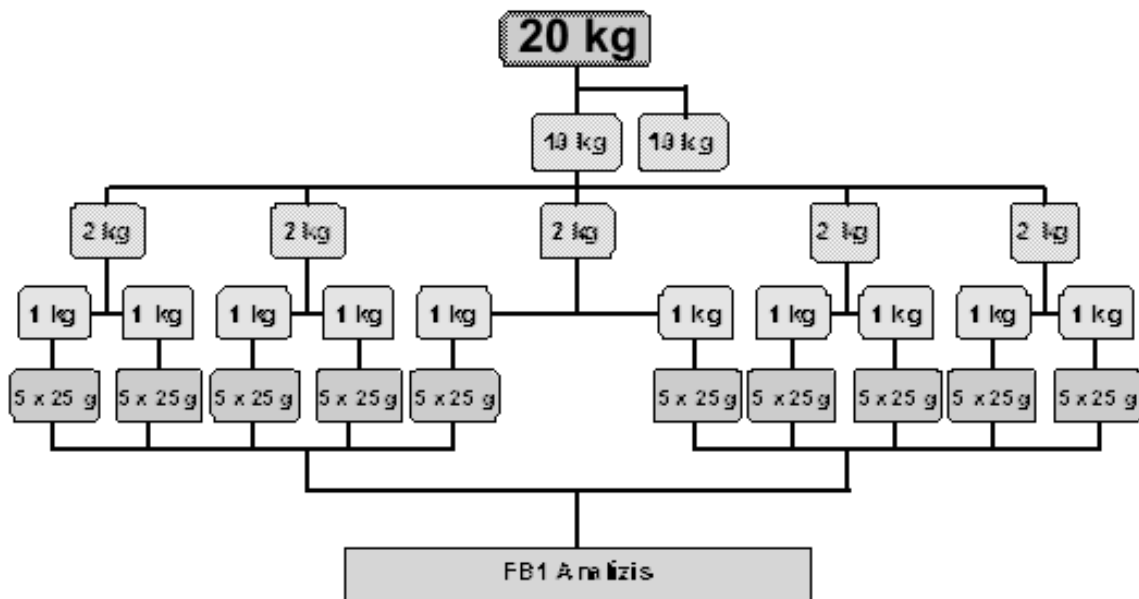
Ha az ismételt mérések során kapott értékek a 99%-os valószínűségi szintnek megfelelő kritikus értéken kívül esnek, akkor meg kell vizsgálni, hogy mi az oka a nagy eltérésnek és az adott sorozatban vizsgált minták analízisét szükség esetén meg kell ismételni.

Az egyesített minta feldolgozás véletlen hibájának meghatározása

A 20-30 kg tömegű mintából a 25-30 g-os teszt porció elkészítése úgy, hogy az elfogadható hibával reprezentálja az egyesített minta átlagos mikotoxin koncentrációját, igen gondosan végrehajtott többlépcsős folyamatot igényel. A gyakorlatban két eljárást alkalmaznak a minták feldolgozására.

A száraz eljárás fő lépései (6. ábra) a minta alapos keverését jelenti, mely a klasszikus módszer szerint a minta szétterítésével, gúlóba lapátolásával (több ismétlésben), majd az utolsó szétterítését követően átlók melletti negyedek további feldolgozásával történhet. Vizsgálatunkhoz egy kevésbé munka és időigényes változatot alkalmaztunk. A 20 kg mennyiségű mintát egy erre a célra vásárolt 80 literes betonkeverőben 30 percig kevertettük és a keverő állandó forgása közben az összekevert kukoricát a mintaosztó tálcára borítottuk úgy, hogy az anyag a tálca hossza mentén a lehető legegyszerűbben terüljön el (7. ábra). Az anyag egyenletes terítését a

terelőkarokkal fejeztük be. A kevert mintát először 2×10 kg-os, majd 5×2 kg-os részmintákra bontottuk. A 2 kg-os részmintákat Cemotec darálón finom porrá őröltük. A porrá őrölt anyagot 2×1 kg-os részre osztottuk egy megfelelő méretű mintaosztó segítségével. Az alaposan összekevert 1 kg-os részmintákból vettünk ki 5×25 -öt, illetve a teszt-porciókat.



6. ábra: Az egyesített minta feldolgozásának folyamatábrája száraz darálás esetén



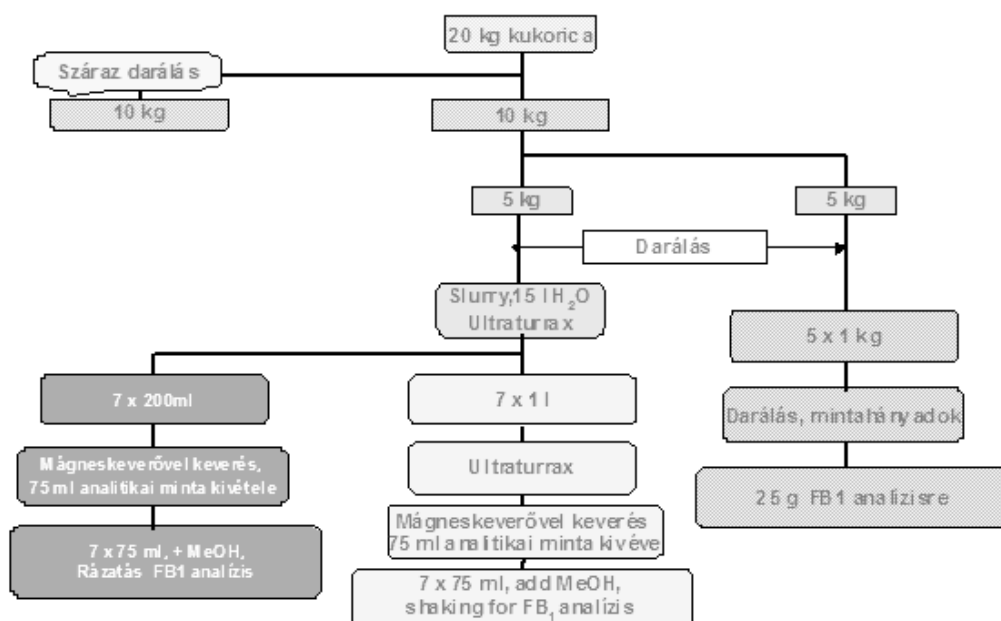
7. ábra: Az egyesített minta részmintákra osztásának műveletei

Az egyes lépések véletlen hibáját a párhuzamosan végzett vizsgálatok átlagértékeiből számított átlagos FB1 koncentrációkból határoztuk meg. Például az 1 kg-os részmintákban lévő FB1 koncentrációt a 25 g-os teszt porciókban mért koncentrációk átlaga adta, a 2 kg-os részminták FB1

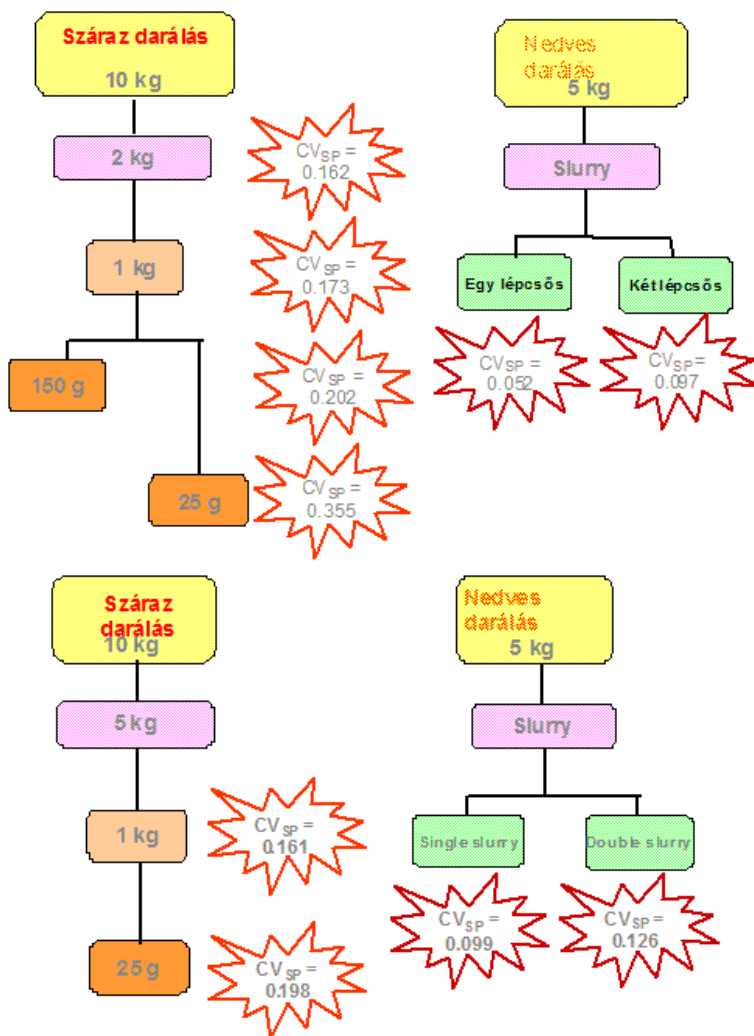
tartalmát az 1 kg-os részminták átlagos koncentrációja adta. Tekintve, hogy az 1 kg-os rész minta átlagos koncentrációja $3 \times 5 = 15$ analízis átlagából adódik az analízis hibája az átlagos koncentráció bizonytalanságában csupán $CV_A/\sqrt{15}=3,6\%$ hányaddal szerepel, az 1 és 2 kg-os rész minták mintavételi bizonytalanságát már gyakorlatilag nem befolyásolta.

A nedves eljárás végrehajtását a 8. ábra szemlélteti. Az előbbieket szerint elkészített 10 kg-os rész minta 2×5 kg-os részre történt osztása után a mintákat ledaráltuk. Az egyik 5 kg-os részt 15 liter ioncserélt és tisztított vízzel egy 30 literes saválló acél fazékban ULTRA TURRAX® T65 generátorral nagy sebességgel finom péppé homogenizáltuk. A rotor lassúbb forgása közben az állandóan kevert szuszpenzióból 7×1 liter részt vettünk ki, majd laboratóriumi turmix géppel (Waring blender) folyamatosan kevertettük és ebből vettünk ki 75 ml zagyot. A vizes szuszpenziót metanollal extrahálva határoztuk meg az FB1 tartalmat.

A minta-feldolgozás egyes lépéseinek véletlen hibáját a 9. ábra szemlélteti. Az eredményeket a nemzetközi szakirodalomban publikált adatokkal összehasonlítva a 2. táblázat tartalmazza. A táblázatból jól látszik, hogy a minta tömege és az analízisre kerülő mintarész milyen jelentősen befolyásolja a mérési eredmény összetett bizonytalanságát. A fumonizin és DON mérések várható bizonytalansága jobb, mint az aflatoxin és ochratoxin meghatározásokor, ami az előbbi toxinok viszonylag egyenletesebb eloszlásának köszönhető.



8. ábra: Az egyesített minta feldolgozásának folyamatábrája nedves darálás esetén



9. ábra: A száraz és nedves mintafeldolgozás lépéseinek a relatív bizonytalansága különböző mintahányadok esetén

2. táblázat: A mikotoxin meghatározás egyes lépéseinek tipikus hibája

Minta, toxin, $\mu\text{g}/\text{kg}$	M [kg]	A [g]	CV_s	CV_{sp}	CV_A	CV_R
Kukorica, G1 20 ¹⁾	1,00	50	0,73	0,38	0,11	0,83
Kávé bab, OTA 5 ²⁾	1,00	25	0,56	0,34	0,07	0,66
Búza, DON 5000 ³⁾	0,45	25	0,06	10	0,06	0,13
Kukorica, DON 360 ⁴⁾	1,10 4,40					0,47 0,23
Kukorica, FB1, 2000 ⁵⁾	1,10	25	0,17	0,09	0,1	0,21
Kukorica, FB1, 2700	10,0	25	0,08	0,16	0,14	0,22
Kukorica, FB1, 2700	1,00	25	0,19	0,16	0,14	0,34
Kukorica, FB1, 2700	2,00	25	0,27	0,16	0,14	0,28

M: mintatömeg; A: teszt porció tömege; Hivatkozások: 1) Johannson, 2000; 2) Vargas, 2004; 3) Whitaker, 2000; 4) Whitaker, 2003; 5) Whitaker, 2001, 2002;

A mintatömeg, a mintafeldolgozás és az analízis hibáinak hatását a mérhető toxin koncentrációra Whitaker (személyes közlemény) mérései és számításai szerint egy átlagosan 30 µg/kg aflatoxin G1 tartalmú földimogyoró tétel esetén a 3. táblázat tartalmazza.

3. táblázat: Az aflatoxin G1 koncentráció 95%-os valószínűséggel várható tartománya egy átlagosan 30 µg/kg aflatoxin G1 tartalmú földimogyoró tételből vett párhuzamosan mintákban

Minta kg	Szemek becsült száma	A párhuzamosan vett mintákban a G1 várható koncentrációja µg/kg
4,5	4500	0-144
20	20000	2-100
90	90000	12-57

Aflatoxin vizsgálata esetén az elfogadható pontosságú eredményhez ($CV_R \leq 50\%$) földimogyoróból ≥ 50 kg minta 100g teszt porció, kukoricából ≥ 30 kg minta ≥ 50 g teszt-porció kell. Az elemi minták száma a tétel nagyságától függ, de > 100 .

Az eredmények értékelése

A rendelkezésre álló szakirodalmi és saját vizsgálati eredmények alapján megállapíthatjuk, hogy a mintavétel a minta-feldolgozás és az analízis véletlen hibája a toxin koncentrációjától, eloszlásától, az elemi minták és a mintázott részecskék számától (az egyesített minta tömegétől), illetve az extrahált mintahányadtól függ.

Az aflatoxin a különböző termékekben várhatóan csomókban fordul elő, melyek eloszlása rendkívül egyenetlen. Fumonisin és DON eloszlása a kísérleti eredmények alapján egyenletesebbnek tűnik és statisztikailag folyamatos eloszlásként kezelhető.

Minden mikotoxin vizsgálatnál a megbízható eredmények alapja a nagyszámú (≥ 100) elemi mintából álló egyesített minta, mely tömegének redukálása csak több lépésben valósítható meg, figyelve arra, hogy a különböző méretű részecskék (különösen a darálás után) ne különüljenek el egymástól.

A helyes minta-feldolgozás és minta-előkészítés kombinált véletlen hibája 25 g-os kukorica mintahányad esetén 20-36%. A véletlen hiba nedves darálásnál ennél lényegesen kisebb (10-13%).

A minta-előkészítés és az analízis együttes hibáját rendszeresen ellenőrizni kell a belső minőségbiztosítás keretében.

Az elemi mintákban a mikotoxin-koncentráció lényegesen magasabb lehet, mint a tétel átlagos szennyezettsége. Ennek megfelelően a kis tömegű kiszerezések (< 1 kg) toxin tartalma is jelentősen eltérhet a helyesen mintázott tétel átlagos szennyezettségétől (3-5-ször magasabb, mint az átlag fumonizin, illetve aflatoxin esetén).

A megbízható élelmiszerbiztonsági megítéléshez megfontolandó hogy szükség lenne-e a kis kiszerezésben forgalmazott kritikus tételek vizsgálatára!

Irodalom

Ambrus, Á., Soboleva, E.: Contribution of sampling to the variability of pesticide residue data. *JAOAC International*, **87** (2004) 1368-1379

Ambrus, Á., Solymosné, M.E., Korsós, I.: Estimation of Uncertainty of Sample Preparation for the Analysis of Pesticide Residues. *J. Environ. Sci. Health*, B31. (1996) 3, 443-450

Johansson, A.S., Whitaker, T.B., Hagler, Jr, W.M., Giesbrecht, F.G., Young, J.H.: Testing Shelled Corn for Aflatoxin. Part I: Estimation of Variance Components. *Journal of Association of Official Analytical Chemists International*, **83** (2000) 1264-1269

Maestroni, B., Ghods, A., El-Bidaoui M., Rathor, N., Ton, T., and Ambrus, A.: Testing the efficiency and uncertainty of sample processing using ¹⁴C labelled Chlorpyrifos. Part II in Fajgelj A., Ambrus A., eds. *Principles of Method Validation*, Royal Society of Chemistry Cambridge, UK, 2000, pp. 59-74

Marthné Schill J., Debreczeni L., Dömsödi J., Kereszturi J.: Mikotoxinok előfordulása a takarmányokban. *Élelmiszervizsgálati Közlemények*, **53** (2007) Különszám, 89-94

Sohár Pálné: Mikotoxinok az élelmiszerláncban. *Élelmiszervizsgálati Közlemények*, **53** (2007) Különszám, 58-64

Szeitzné Szabó M., Sohár Pálné, Vanyur R., Szabó I.: A paprika mikotoxin-tartalma által jelentett egészségügyi kockázat becslése. *Élelmiszervizsgálati Közlemények*, **53** (2007) Különszám, 18-35

Varga I.: Mikotoxinok import élelmiszerekben. *Élelmiszervizsgálati Közlemények*, **53** (2007) Különszám, 49-59

Vargas, E.A., Whitaker, T.B., Santos, E.A., Slate, A.B., Lima, F.B., and Franca, R.A.: Testing Green Coffee for Ochratoxin A. Part I: Estimation of Variance Components. *Journal of Association of Official Analytical Chemists, INT.* **87** (2004) 943-949

- Vargas, E.A., Whitaker, T.B., Santos, E.A., Slate, A.B., Lima, F.B., Franca, R.C.: Testing Green Coffee for Ochratoxin A. Part II: Observed Distribution of Ochratoxin a Test Results. Journal of the Association of Official Analytical Chemists, **88** (2005) 780-787
- Wallace D, Kratochvil B.: Sampling for chemical analysis. Analytical Chemistry, **59** (1987) 226-232
- Whitaker, T.B., Hagler, JR., W.M., Johansson, A.S.: Sampling, Sample Preparation, and Analytical Variability Associated with Testing Wheat for Deoxynivalenol. Journal of Association of Official Analytical Chemists International, V. **83** (2000) 1285-1292
- Whitaker, T.B., Hagler, JR., W.M., Johansson, A.S., Giesbrecht, F.G., Trucksess, M.W.: Distribution among Sample Test Results When Testing Shelled Corn Lots for Fumonisin. Journal Association Official Analytical Chemists, V. **84** (2001) 770-776
- Whitaker, T.B., Hagler, W.M., Johansson, A.S., Giesbrecht, F.G., Trucksess, M.W.: Sampling Shelled Corn for Fumonisin. Dekoe, W.J., Samson, R.A., Van Egmond, H.P., Gilbert, J. Sabino, M., Editors. Hazekamp 2, 6707 Hg Wageningen, the Netherlands. International IUPAC Symposium on Mycotoxins and Phycotoxins in Perspective at the Turn of the Millenium, 2002. pp. 97-107
- Whitaker, T.B.: Estimating Deoxynivalenol in Shelled Corn Barge Lots by Measuring Deoxynivalenol in Corn Screenings. Journal Association Official Analytical Chemists, **86** (2003) 1187-1192

A mintavételezés és a mérés bizonytalansága a mikotoxinok meghatározásánál

Összefoglalás

A mikotoxin eloszlása a szennyezésnek leginkább kitett terményekben (gabonafélék, gyümölcsök, diófélék, kávé, gyapot, földimogyoró, szója) nem egyenletes. Például az aflatoxin-szennyezés csupán a kukorica 0,1-0,5%-ában fordulhat elő, de szemenként igen magas, akár 1000 µg/g koncentrációban is. Az átlagos 5 µg/kg ochratoxin 10000 szem közül akár csak 6 kávébab-szemben koncentrálódhat.

Tekintve, hogy a mikotoxinok az emberek és haszonállataink egészségét, fejlődését igen károsan befolyásolhatják, a forgalomba kerülő élelmiszerek és takarmányok szennyezettségét rendszeresen ellenőrizni kell.

A feladat nem könnyű, mert 10-100 tonna nagyságú tételekből, melyben a szennyezés eloszlása rendkívül egyenetlen, kell reprezentatív mintát venni és a laboratóriumi vizsgálatra 25-100 g-os mintahányadot készíteni.

A közlemény mutat röviden be egy módszert a mintavétel, a minta-előkészítés és az analízis véletlen hibájának meghatározására. Egyúttal ismerteti az eddig kevésbé tanulmányozott kukorica fumonizin szennyezésének szintjét, a toxineloszlás jellemzőit és a meghatározás véletlen hibáját.

Determination of mycotoxins: uncertainty of sampling and analysis

Abstract

The mycotoxins are unevenly distributed in the most frequently contaminated commodities. For instance, the aflatoxin may only contaminate 0.1-0.5% of the corn grains at very high concentrations of around 1 mg/g. Similarly the average ochratoxin contamination of 5mg/kg may be concentrated in 6 coffee beans of 1000.

As the mycotoxins very seriously affect the health of the consumers and the farm animals, the contamination of food and feed must be regularly controlled. The task is not easy, as representative test portions of 25-100 g must be prepared from samples taken from lots of 10-100 tonnes being very unevenly contaminated.

This paper presents the methods used for the estimation of the uncertainty of sampling, sample processing and analysis, and the results of the study performed for the determination of the nature of the distribution of fumonisin in maize and the uncertainty of its determination.