



A mikotoxinok vizsgálata és a mintavétel szerepe

A Romer Labs...

Magas színvonalú vizsgálati tesztek, és megoldások gyártója

- mikotoxinok
- élelmiszerallergének & glutén
- GMO
- higiénia
- egyéb élelmiszer-szennyező anyagok

és 6 akkreditált szolgáltató laboratórium üzemeltetője

- USA
- Ausztria
- Egyesült Királyság (2)
- Szingapúr
- Kína

Miért vizsgáljuk a mikotoxinokat?

Mikotoxin szabályozás – példa

Európai Unió

- **Felső határértékek** túllépése esetén tilos a termék felhasználása
- **Felső határértékek** Aflatoxins ($B_1+B_2+G_1+G_2$), Aflatoxin M_1 , Ochratoxin A, Patulin, DON, Fumonizinek (FB1 + FB2), Zearalenone és Ergot Alkaloidok
- T-2 és HT-2 Toxin **ajánlott értékek**
- Részletes lista különböző áruféleségekre minden szabályozott mikotoxin esetében
- Léteznek jogszabályok a **mintavételre** és a **mérési módszerek teljesítmény jellemzőire** is

1881/2006/EK – Aflatoxinok

Élelmiszerek (*)		Felső határértékek (µg/kg)		
		B ₁	A B ₁ , B ₂ , G ₁ és G ₂ összege	M ₁
2.1.	Aflatoxinok			
2.1.1.	Az emberi fogyasztás vagy élelmiszer-összetevőként történő felhasználás előtt válogatásnak vagy egyéb fizikai kezelésnek alávetett földimogyoró	8,0 (*)	15,0 (*)	—
2.1.2.	Az emberi fogyasztás vagy élelmiszer-összetevőként történő felhasználás előtt válogatásnak vagy egyéb fizikai kezelésnek alávetett diófélék	5,0 (*)	10,0 (*)	—
2.1.3.	Közvetlen emberi fogyasztásra vagy összetett élelmiszerek összetevőjeként történő felhasználásra szánt földimogyoró, diófélék és ezek feldolgozott termékei	2,0 (*)	4,0 (*)	—
2.1.4.	Az emberi fogyasztás vagy élelmiszer-összetevőként történő felhasználás előtt válogatásnak vagy egyéb fizikai kezelésnek alávetett szárított gyümölcs	5,0	10,0	—
2.1.5.	Közvetlen emberi fogyasztásra vagy összetett élelmiszerek összetevőjeként történő felhasználásra szánt szárított gyümölcs és annak feldolgozott termékei	2,0	4,0	—
2.1.6.	Valamennyi gabonaféle és a gabonafélékből származó valamennyi termék, beleértve a feldolgozott gabonatermékeket is, a 2.1.7., 2.1.10. és 2.1.12. pontban felsorolt élelmiszerek kivételével	2,0	4,0	—
2.1.7.	Az emberi fogyasztás vagy élelmiszer-összetevőként történő felhasználás előtt válogatásnak vagy egyéb fizikai kezelésnek alávetett kukorica	5,0	10,0	—
2.1.8.	Nyerstej (*), tejalapú termékek előállításához használt tej és hőkezelt tej	—	—	0,050

401/2006/EK - Mintavétel

Árucikk	A tétel tömege (tonna)	Az altételek tömege vagy száma	A részminták száma	Az egyesített minta tömege (kg)
Gabonafélék és gabonakészítmények	$\geq 1\ 500$	500 tonna	100	10
	> 300 és $< 1\ 500$	3 altétel	100	10
	≥ 50 és ≤ 300	100 tonna	100	10
	< 50	—	3–100 (*)	1–10

(*) A tétel tömegétől függően – lásd 2. táblázat.

152/2009/EK – 691/2013/EK

5.A.2.	Elemi minták	
5.A.2.1.	Ömlesztett takarmány:	Az elemi minták minimális száma:
5.A.2.1.1.	2,5 tonnát meg nem haladó mintavételi tételek	hét
5.A.2.1.2.	2,5 tonnát meghaladó mintavételi tételek	\sqrt{a} a mintavételi tételt (*) kitevő tonnák számának húszszorososa, de legfeljebb 40 elemi minta
5.A.2.2.	Kiszertelt takarmány:	Mintavételre kerülő töltött göngyölegek minimális száma (**):

5.3. Az igen nagyméretű tételek esetében az elemi mintákra vonatkozó mennyiségi követelmények A nagyméretű mintavételi tételek (> 500 tonna) esetében az elemi minták szükséges száma $c = 40$ elemi minta + $\sqrt{\text{tonna}}$ a takarmányban egyenletesen eloszló anyagok és termékek ellenőrzése esetén, vagy 100 elemi minta + $\sqrt{\text{tonna}}$ a takarmányban feltételezhetően egyenletlenül eloszló anyagok és termékek ellenőrzése esetén.

Mintavétel - definíció

Statisztikai eljárás, melynek feladata egy minta kijelölése úgy, hogy annak vizsgálata alapján a vizsgált alapsokaságra (populáció) vonatkozóan megalapozott következtetéseket vonhassunk le.

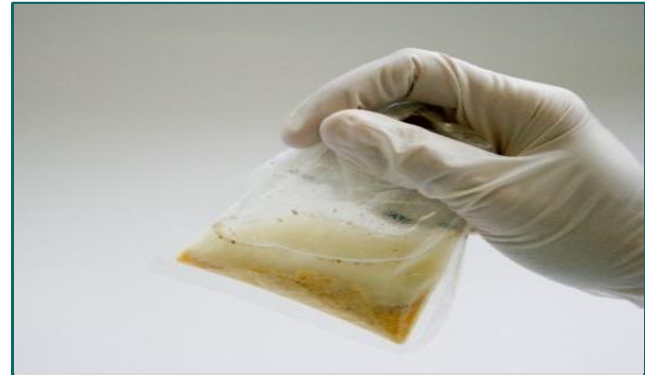
Mintavétel a gyakorlatban

Az átlagos mikotoxin koncentráció megegyezzen



Gabona szállító teherautó:
50.000 kg

=



Analitikai minta:
10 - 50 g

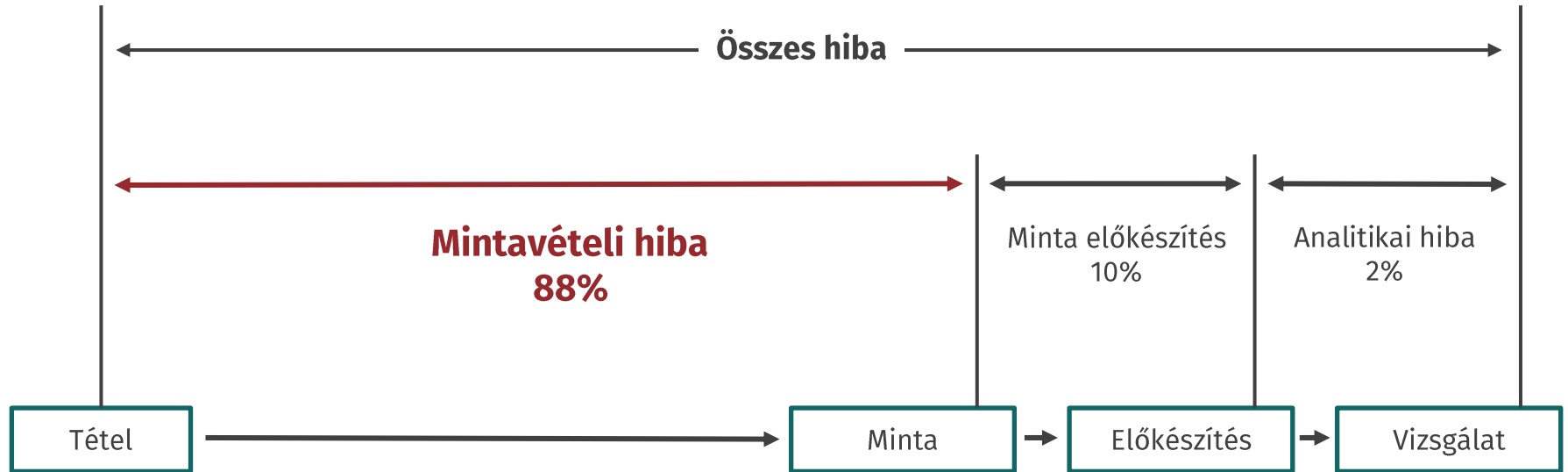
Mikotoxin vizsgálat menete

Overview



Hibák eloszlása

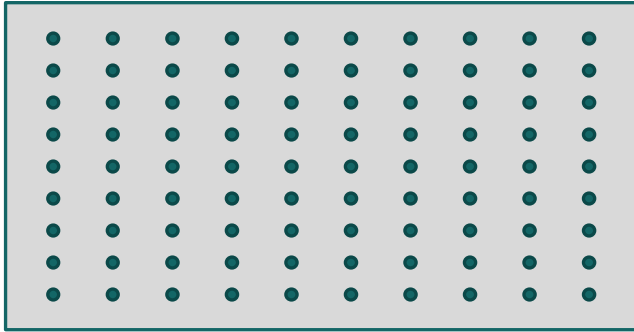
A mintavétel hibája az összes bizonytalanság akár 88%-át kiteszi



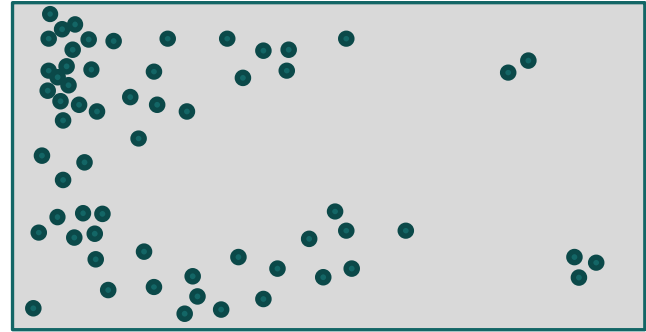
Source: Whitaker & Dicken, 1974

Az „eloszlás problémakör“

A mikotoxinok eloszlása nem egyenletes a tételen belül, annak különböző pontjain eltér a koncentráció.



Egyenletes eloszlás
(pl: fehérjék)



Egyenlőtlen eloszlás
(mikotoxinok)

A „ppb – probléma“

A mikotoxinok jelentős humán és állategészségi problémákat okozhatnak már alacsony, akár ppb koncentrációban is

- 1 egység az 1,000,000,000-ból
- 1 másodperc 32 évben
- 1 szem homok 22 kg-ból
- 1 kukoricaszem 3.5 vasúti kocsik kukoricából

$$1 \text{ ppb} = 1 \mu\text{g}/\text{kg}$$

A mintavétel kockázata

Felülbecslés



A jó tételt
elfogadjuk



A jó tételt
visszautasítjuk



**FALS
POZITÍV**

Alulbecslés



A rossz tételt
elfogadjuk



**FALS
NEGATÍV**

A rossz tételt
elutasítjuk

0

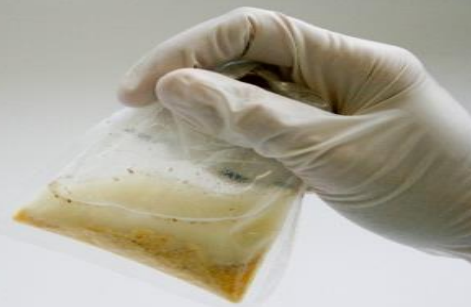
A cél: reprezentatív minta

Az átlagos mikotoxin koncentráció megegyezzen



Gabona szállító teherautó:
50.000 kg

=



Analitikai minta:
10 - 50 g

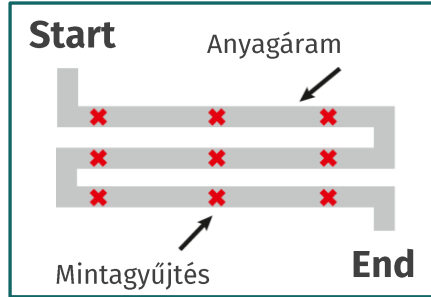
Reprezentatív minta kiválasztása

- Vegye figyelembe a helyes **vizsgálathoz szükséges mintaszámot**.
 - **Gyűjtsön kis egyedi részmintákat** a vizsgálandó tétel különböző pontjairól.
 - **Egyesítse** ezeket a mintákat.
 - **Csökkentse le a végső minta méretét**: analitikai minta.
-
- A kiválasztás **véletlenszerű** legyen
 - Minden gabonaszem vagy pellet **egyenlő eséllyel** tudjon bekerülni a mintába
 - A mintavétel torzítatlan legyen

Hogyan vegyünk reprezentatív mintát - I

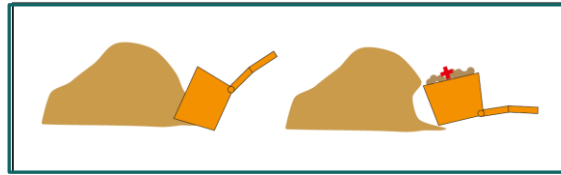
Dinamikus mintavétel

- A mintákat mozgásban lévő termékáramból vesszük
- A mintavétel javasolt módja
- Automata berendezésekkel kivitelezhető



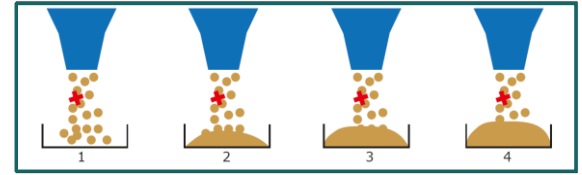
Mintavétel mozgó anyaghalmból:

A **piros x** mutatja a pontokat, ahonnan az egyedi mintákat javasolt venni.



Mintavétel szállítás során:

A **piros x** mutatja a helyet, ahonnan a mintát javasolt venni.



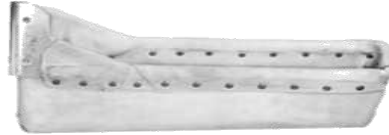
Mintavétel siló úrtésekor: A **piros x** mutatja a pontokat, ahonnan a mintákat javasolt venni.

Hogyan vegyünk reprezentatív mintát - I

Dinamikus mintavétel

Mintavétel mozgó gabonaáramból

a. Kézi mintavétel



Pelikán mintázó

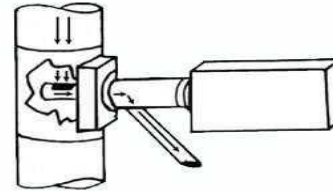


Ellis mintázó

b. Automata mintavétel



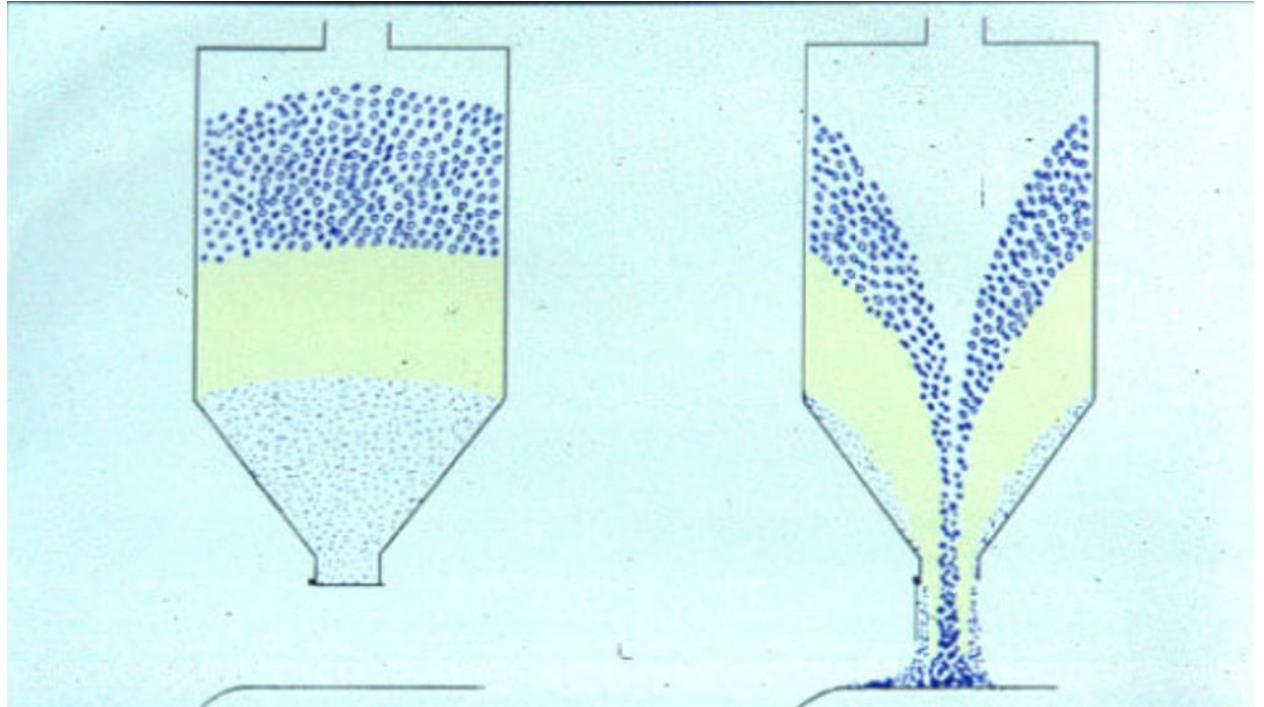
Diverter-típusú mintázó gabona mintavételre



Point-típusú mechanikus mintázó por alakú anyagokhoz

Osztályozódás

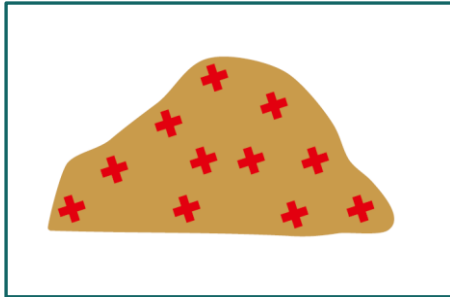
- Méret
- Alak
- Súly



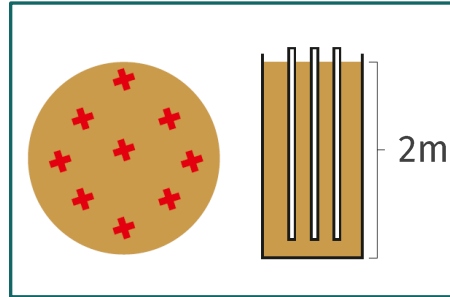
Hogyan vegyünk reprezentatív mintát - II

Statikus mintavétel

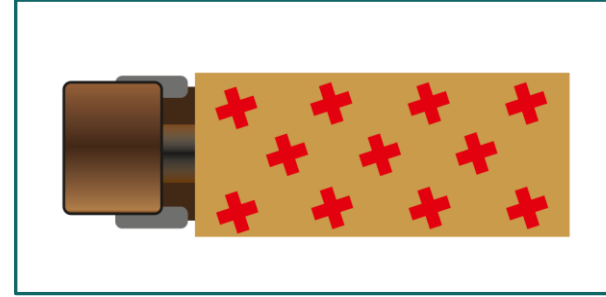
- A mintákat egy statikus (nem mozgó) tételből vesszük (pl. síktározóból, silókból vagy ömlesztett árut szállító járműről) mintavevő szondákkal
- A mintavevő eszközök ne tegyenek különbséget pl. a gabonaszemek mérete szerint
- A szonda elég hosszú legyen, hogy a tároló minden pontját el tudja érni
- Mintavételi terv kidolgozása



Mintavétel **síktározóból**.
A **piros x** mutatja a helyet, ahonnan a mintát javasolt venni.



Mintavétel **toronysilóból**.
A **piros x** mutatja a helyet, ahonnan a mintákat javasolt venni.



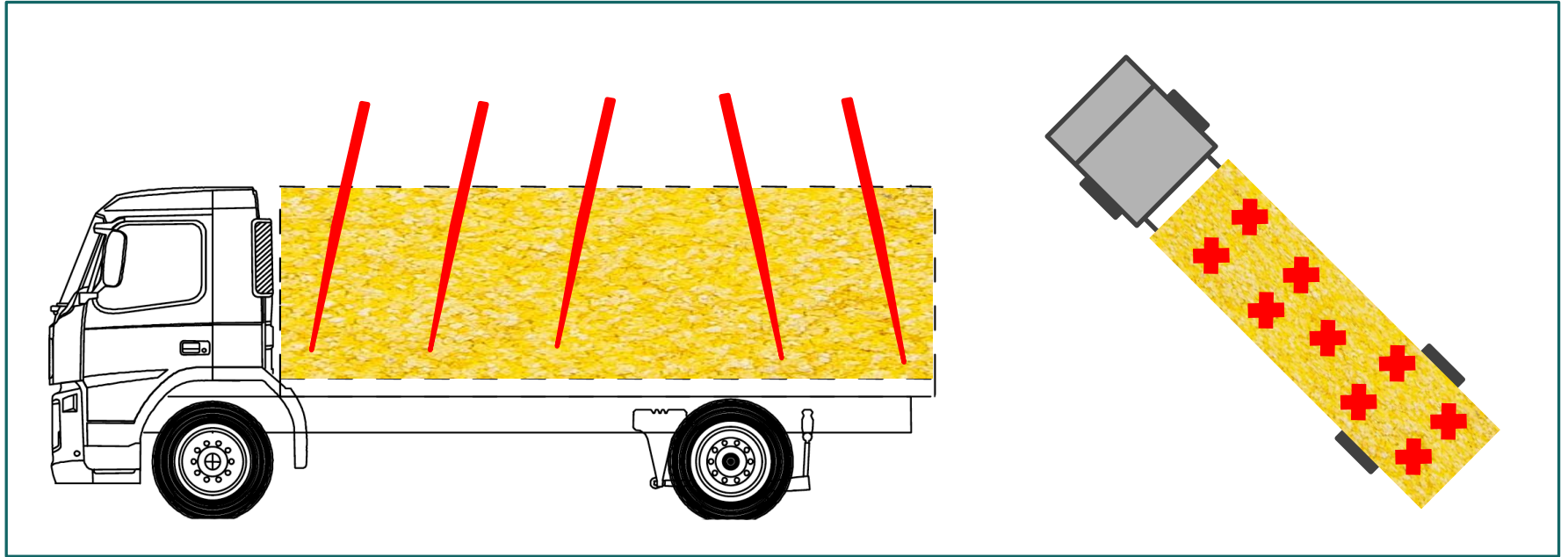
Mintavétel **pótkocsiról**.
A **piros x** mutatja a helyet, ahonnan a mintákat javasolt venni.

Mintavételi eszközök



Mintavétel szállító járműről

Mintavételi ajánlás pótkocsiról



Tétel

Egyesítés

Egyesített minta

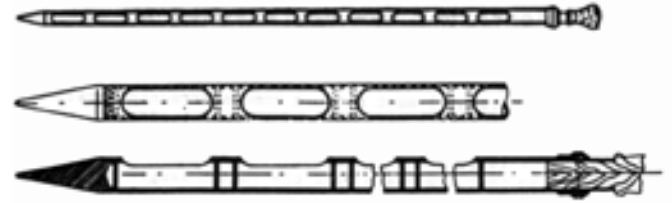
Darálás

Mintaosztás

Vizsgálati minta

EU Mintavételi Ajánlások

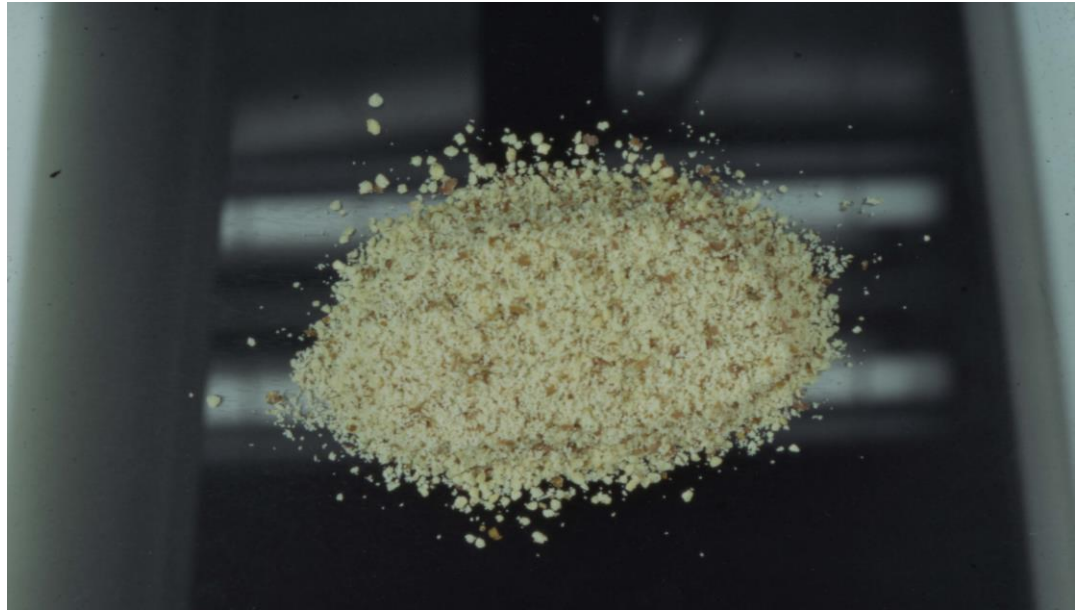
“<50 tonna gabona, vegyen legalább 10 (min. 100 g) egyedi mintát”



Használjon mintavevő szondát

Mintaelőkészítés

- **Darálás**
- **Rézmintaképzés**
- **Extrakció**
- **Mintatisztítás**
- **Koncentrálás**



Rézmintaképzés

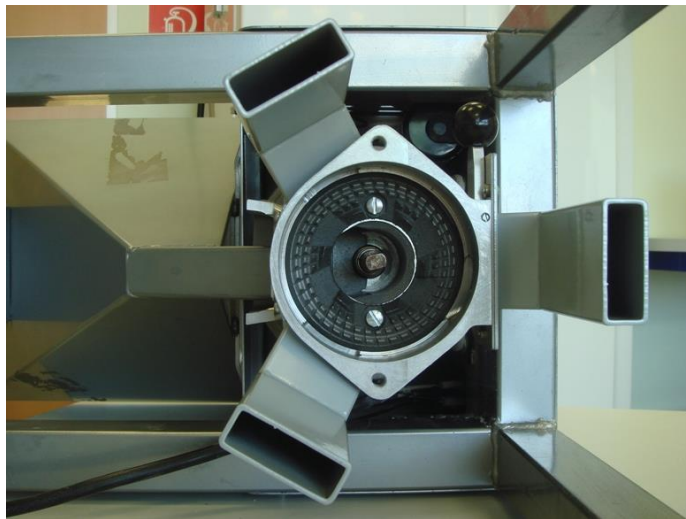
Mi a célja?

Egy kis mennyiségű anyag (pl. gabona vagy takarmány) kiválasztása a mintából, amely azonos koncentrációban tartalmazza a vizsgált toxin(oka)t, mint az egyesített minta.

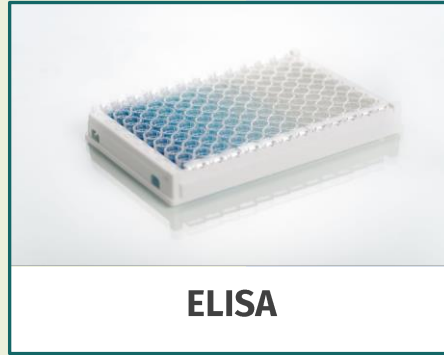
Hogyan kivitelezhető ez?

Biztosítani kell, hogy a rézminta tartalmaz egy kis mennyiséget a nagy mintában lévő valamennyi gabonaszemből vagy takarmány pelletből.

Specifikus daráló



Mikotoxinok vizsgálata



Gyorsvizsgálatok

Antitest alapú módszerek

Helyszíni vizsgálatok

Referencia vizsgálatok

Kromatográfiás módszerek

Laboratóriumi vizsgálatok

Referenciavizsgálatok

Megerősítő vizsgálatok (HPLC, LC-MS/MS)

- Összetett mintamátrixok
- Multi-mikotoxin vizsgálatok
- Nagy pontosság és érzékenység
- Amikor hivatalos módszerekre/eredményekre van szükség



Referenciavizsgálatok

Mérési jegyzőkönyv példa

Probennr.: AT-32203-4

Beschreibung: Corn 4,16.08.2023

Matrix: Mais

Zustand: gemahlen, ungekühlt

Gewicht: 24 g

Verpackung: Kunststoffröhrchen

Prüfverfahren und Ergebnisse

Test Ausführung: 22.08.2023

Parameter	Wert ± MU	Einheit	NWG	Methode	Artikelnr.
Fumonisin B1	3290 ± 990	µg/kg	10	AT-SOP31	30000902
Fumonisin B2	1210 ± 360	µg/kg	10	AT-SOP31	30000902

Gyorsvizsgálatok - ELISA

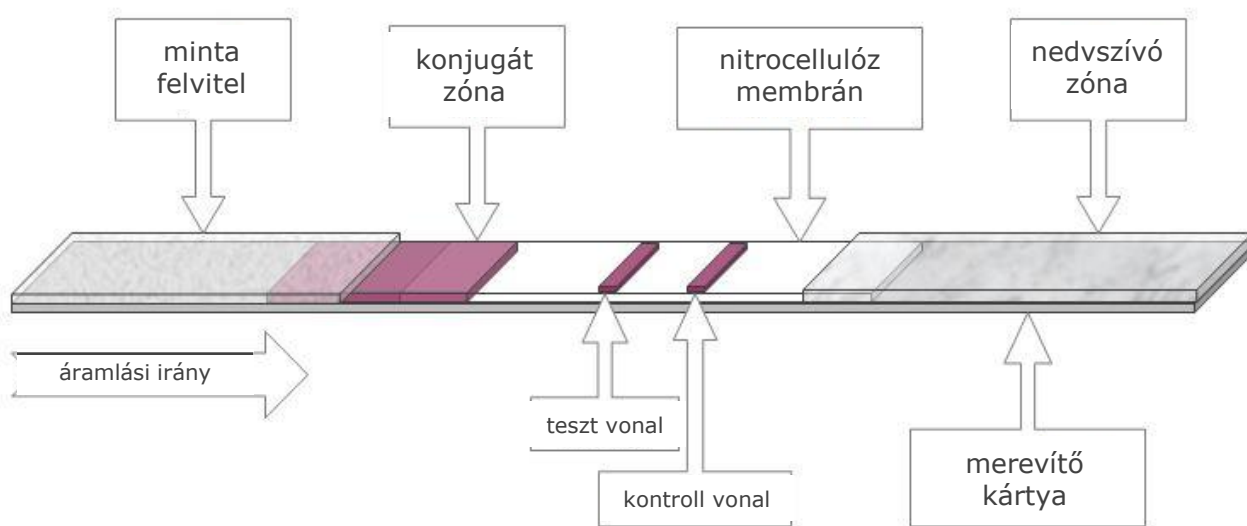
Laboratóriumi körülmények, szűrő vizsgálat

- Nagy mintaszám mellett előnyös
- Ha az idő szempont – gyors eredményekre van szükség
- Laboratóriumi háttér, viszonylag alacsony műszeres beruházás
- Alacsonyabb képzettség, egyszerű használat



Gyorsvizsgálatok - LFD

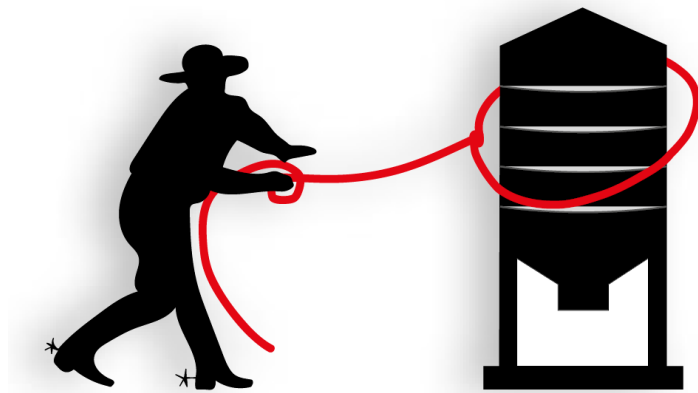
Kompetitív immunkromatográfiás vizsgálat



A “Gabona Cowboy”

Profil:

- Alapanyag átvételi pontokon találkozhatunk vele
- Döntést kell hoznia, hogy a gabona tételeket átveszi, visszautasítja vagy elkülöníti a mikotoxin szennyezettségük alapján
- Fontos számára a vizsgálati idő, egyszerű legyen a mérési folyamat, robosztus műszer kialakítás, mérési adatok továbbítása



A “Kézműves Ellenőr”

Profil:

- Feldolgozott gabonatermékek (pl. keményítő, izocukor, bioetanol...) gyártása során minőségirányítási területen dolgozik
- Laboratóriumi környezet és szakképzett személyzet veszi körül
- Fontos számára, hogy a nagyműszerek és a munkaerő optimális kihasználása
- Szempont a pontosság és a rugalmasság



A “Mikotoxin Detektív”

Profil:

- Általában tanúsító vállalatnak vagy kormányzati szervezetnek dolgozik
- A jogszabályoknak és küszöbértékeknek való megfelelést ellenőrzi
- Többnyire helyszíni vizsgálatokat végez
- Fontos számára a pontosság és az egyszerű használhatóság
- A tesztekől és az olvasó műszertől minőségi teljesítményt vár el annak ellenére, hogy folyamatosan úton van



Az “Állattartó”

Profil:

- Többnyire állattartó telepeken dolgozik
- Feladata a mikotoxin kockázat kezelése szem előtt tartva az állatok egészségét és tejlesítményét
- Fontos számára a vizsgálat gyorsasága, érzékenysége és az egyszerű használhatósága, hogy a megfelelő mikotoxin kockázatkezelési stratégiát ki tudja választani.



AgraStrip® Pro WATEX® & AgraVision™ Pro

AgraStrip® Pro WATEX® tesztrendszer része az AgraVision™ Pro olvasó készülék és az

AgraStrip® Pro WATEX® teszt kitek:

- Összes aflatoxin
- Deoxinivalenol (DON)
- Összes fumonizin
- Zearalenon (F-2)
- Ochratoxin A
- T-2/HT-2



AgraStrip® Pro WATEX®

Megnevezés	Mérési tartomány	LOD	LOQ
AgraStrip® Pro Total Aflatoxin WATEX®	0 – 460 ppb	2/1 ppb*	3/1.5 ppb
AgraStrip® Pro Deoxynivalenol WATEX®	0 – 44 ppm	0.1 ppm	0.2 ppm
AgraStrip® Pro Total Fumonisin WATEX®	0 – 44 ppm	0.1 ppm	0.2 ppm
AgraStrip® Pro Zearalenone WATEX®	0 – 1650 ppb	25 ppb	40 ppb
AgraStrip® Pro Ochratoxin A WATEX®	0 – 100 ppb	2/0.5 ppb*	3/1 ppb*
AgraStrip® Pro T-2/HT-2 WATEX®	0 – 1000 ppb	15 ppb	20 ppb

* Nagy érzékenységű módszerek elérhetőek aflatoxinok és ochratoxin A esetében

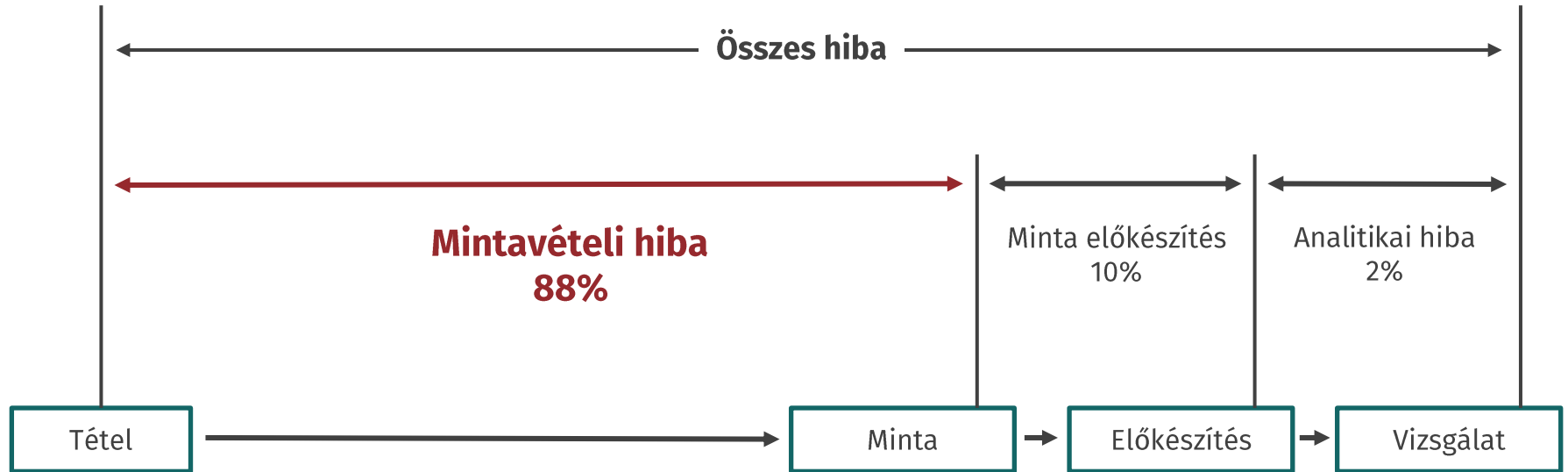
Vizsgálati módszerek

Áttekintés

- Különböző módszerek
- Döntési szempontok: célnak történő megfelelés
 - Vizsgálati idő
 - Laboratóriumi felszereltség, költségvetés
 - Képzett személyzet
 - Vizsgálendő áruféleségek (mátrixok)

Hibák eloszlása

A mintavétel hibája az összes bizonytalanság akár 88%-át kiteszi



Source: Whitaker & Dicken, 1974

Köszönöm a figyelmet!

For more information visit
www.romerlabs.com