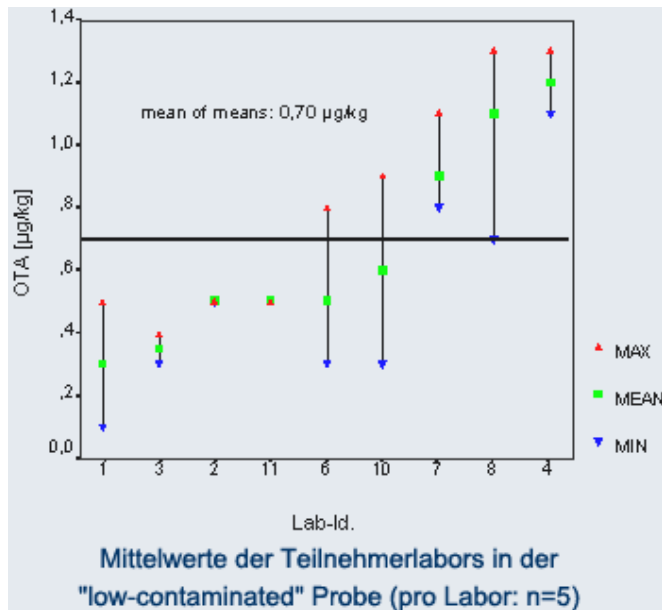


Ochratoxin A-Ringversuch: Ergebnisse



Bei Ochratoxin A (OTA) handelt es sich um einen Sekundärmetaboliten toxinbildender Schimmelpilze insbes. der Gattung *Aspergillus ochraceus*. Sein Vorkommen ist typisch für einheimische stärkehaltige Cerealien, aber auch in Nüssen, Kakao, Kaffee, Gewürzen etc. konnten positive Befunde dieses Mykotoxins festgestellt werden.

Da für die Bestimmung von OTA in Kakao und kakaohaltigen Erzeugnissen derzeit keine einheitliche validierte Analysenmethode existiert, wurde im LCI anhand einer hier angewandten und an die entsprechenden Matrices angepassten Methode im Auftrag von CAOBISCO (Association of the Chocolate, Biscuit and Confectionery Industries of the EU) ein europäischer Ringversuch zur OTA-Bestimmung in Kakaopulver durchgeführt (vergleiche hierzu LCI-Focus "Ochratoxin A-Ringversuch im LCI" süsswaren Heft 07+08/2000).

Organisation des Ringversuches

Bei den 13 teilnehmenden Laboren aus vier EU-Staaten handelte es sich sowohl um Forschungsinstitute als auch um Industrie- und Handelslaboratorien. Jeder Teilnehmer erhielt eine sog. Trainingsprobe mit zuvor validiertem Gehalt an OTA und zwei Testproben mit unbekanntem jedoch natürlichem Gehalt an Ochratoxin A. Hiervon konnte die eine Kakaopulverprobe nach Voruntersuchungen als schwach kontaminiert (low contaminated sample) und die andere als stärker kontaminiert (high contaminated sample) eingestuft werden. Für die Durchführung der Untersuchungen erhielten die Teilnehmer des Ringversuches genaue Anweisungen bzw. Vorschläge bezüglich der anzuwendenden Methode, Untersuchungshäufigkeit, Kalibrierung etc.

Die Methode

Hinsichtlich der Ochratoxin A-Analytik ist die am häufigsten zum Einsatz kommende Methode zur Zeit die Hochleistungs-Flüssigchromatographie mit Fluoreszenz-Detektion. Zuvor wird das Mykotoxin mittels geeigneter Lösungsmittel aus der Probenmatrix extrahiert und nach Zentrifugation aus dem gereinigten Extrakt mit Hilfe spezieller Immunoaffinitätssäulen sorgfältig isoliert. Aus diesem Eluat wird das Ochratoxin A mittels HPLC exakt bestimmt.

Ergebnisse

Die von den Teilnehmern des Ringversuches erhaltenen Ergebnisse wurden zunächst auf Auffälligkeiten und Plausibilität hin untersucht und ein Labor daraufhin aus der gesamten statistischen Auswertung ausgeklammert.

Die Abbildung zeigt Auswertungen, die auf der Berechnung der Mittelwerte aus den einzelnen Laboren basieren. Hierbei ist der höchste, der niedrigste und der Mittelwert aus den fünf Bestimmungen für jedes Labor einzeln und ein Gesamtmittelwert aus allen Bestimmungen für die „low-contaminated sample“ (s. Abb.) dargestellt. Diese Mittelwerte wurden entsprechend der Tests von Grubbs und Dixon auf Ausreißer und mittels des Cochran-Tests auf Homogenität der Varianzen untersucht. Die entsprechende Abbildung der „high contaminated sample“ kann aus Platzgründen hier leider nicht dargestellt werden.

Zur Beurteilung der Frage, ob die im Ringversuch getestete Methode für die Bestimmung von Ochratoxin A in Kakaoerzeugnissen geeignet ist, wurden die von uns ermittelten Werte für die Vergleichbarkeit (RSD_R = Relative Standard deviation of reproducibility) und Wiederholbarkeit (RSD_r = Relative Standard deviation of repeatability) mit den Vorgaben eines Working Document der Europäischen Kommission („Commission Directive of laying down the sampling methods of analysis for the official control of the levels of Ochratoxin A in foodstuff“ SANCO/0476/00, Brüssel, 16.02.2000) verglichen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten statistischen Daten im wesentlichen den Anforderungen der Europäischen Kommission an eine Analysenmethode zur Bestimmung von OTA in Lebensmitteln entsprechen. Insbesondere für den unteren bis mittleren Konzentrationsbereich ist die Methode somit zur Bestimmung von Ochratoxin A in Kakaoerzeugnissen als geeignet anzusehen.