

Ein neuer Vorschlag zur Aflatoxinkontrolle getrockneter Feigen = A new proposal for the control of aflatoxins in dried figs

Autor(en): **Wenk, Peter / Winiger, Walter / Zürcher, Karl**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **85 (1994)**

Heft 6

PDF erstellt am: **23.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982783>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein neuer Vorschlag zur Aflatoxinkontrolle getrockneter Feigen

A New Proposal for the Control of Aflatoxins in Dried Figs

Key words: Aflatoxin, Dried figs, Import controls, Fluorescence, Sampling plan

Peter Wenk¹, Walter Winiger², Karl Zürcher² und Walter Stutz¹

Einleitung

Im Jahre 1992 wurden in die Schweiz insgesamt rund 2,6 Millionen kg getrocknete Feigen (Tafelfeigen und Industrieware) importiert (1). Mit diesen ca. 400 g pro Jahr und Person können getrocknete Feigen kaum zu den Hauptnahrungsmitteln der schweizerischen Bevölkerung gezählt werden. Coop Schweiz hat 1992 immerhin fast 430 000 kg eingeführt; die Umsätze sind steigend. Während die getrockneten Feigen früher ein typisches Winterprodukt (St. Nikolaus und Weihnacht) waren, kommen heute die ersten griechischen Calamata-Feigen Ende September auf den Markt und im darauf folgenden Juni/Juli werden immer noch türkische Natural verkauft.

Über 90% der getrockneten Feigen bezieht Coop Schweiz aus der Region Izmir, dem früheren Smyrna, in der Türkei. Sie werden dort in Container verpackt und nach Europa verschifft. Mehr als die Hälfte davon sind Natural-Feigen, die von Coop in der Schweiz in Detailverkaufseinheiten abgepackt werden. Die restlichen Mengen setzen sich aus den verarbeiteten und bereits konfektionierten Feigen zusammen. Knapp 10% sind dickhäutige Calamata-Feigen aus Griechenland, die bis vor ein paar Jahren als Kranzfeigen auf den Markt kamen.

Problemstellung

Aflatoxine sind karzinogene Stoffwechselprodukte der Schimmelpilze *Aspergillus flavus* und *Aspergillus parasiticus*. Eine wirksame Überwachung von Produkten,

¹ Kantonales Laboratorium Basel-Landschaft, Liestal

² Coop Schweiz, Zentrallaboratorium, Pratteln

welche Aflatoxine enthalten können, ist von grosser volksgesundheitlicher Bedeutung. Dies gilt vor allem für Feigen, denen eine verdauungs- und gesundheitsfördernde Wirkung nachgesagt wird.

In der Schweiz wurden Feigen lange Zeit nicht zu den aflatoxingefährdeten Produkten gezählt. 1985 stellten jedoch *Steiner et al.* (2) alarmierende Aflatoxingehalte in Trockenfeigen fest. Dies war Anlass für umfassende Monitorings in verschiedenen Ländern (3–8), bei denen teilweise sehr hohe Aflatoxingehalte gefunden wurden.

Für eine wirksame Überwachung braucht es einen effektiven Stichprobenplan. In der vorliegenden Arbeit werden verschiedene Stichprobenpläne diskutiert und ein neuer Vorschlag für die Kontrolle des Imports entwickelt (Abb. 2). Für die Überwachung beim Endverteiler (Detailläden) oder für den Import kleiner Chargen (unter 1000 kg) ist er nicht geeignet. Dazu sollten andere Stichprobenpläne (z. B. Stichprobenplan mit 5 kg (Abb. 1) oder Stichprobenplan aufgrund der fluoreszierenden Feigen) herangezogen werden.

Material und Methoden

Reagenzien

Aceton for organic residue analyzed, J.T. Baker 9254-54

Acetonitril Chromasolv, Riedel de Haën 34851

Acetonitril for Chromatography, J.T. Baker 8257

Chloroform for organic residue analyzed, J.T. Baker 9257-03

Ether, peroxidfrei, Fluka 31690

Jod p.a., Fluka 57650

Methanol rein, Siegfried 171960

Methanol Chromasolv, Riedel de Haën 34860

Tetrachlorkohlenstoff p.a., Merck 2222

Aflatoxine B₁, B₂, G₁ und G₂, Sigma A6636, A9887, A0138, A0263

Standardlösungen für DC: je 0,05 µg/ml Aflatoxin B₁ und G₁ und je 0,025 µg/ml Aflatoxin B₂ und G₂ in Benzol/Acetonitril (98+2). Standardlösungen für HPLC: je 0,02 µg/ml Aflatoxin B₁ und G₁ und je 0,01 µg/ml Aflatoxin B₂ und G₂ in Methanol/Wasser (1+1). Die Aflatoxingehalte werden mit UV-Spektrometrie überprüft. Toluol for organic residue analyzed, J.T. Baker 9336-03

Geräte und Materialien

30-Liter-Kutter, Firma Nef AG, Birsfelden

Immunoaffinitätskartuschen für Aflatoxine B & G, «Aflaprep», Coring System, bzw. Rhône Poulenc

Camag Scanner TLC II

Kieselgel F60-Platten ohne Fluoreszenzindikator, HPTLC, 10x20 cm², Merck Art. 5641

Scilab

HPLC-Apparatur bestehend aus Pumpe, Autosampler, Säulenofen, Mehrwellendetektor, System HP 1050

Fluoreszenzdetektor HP 1046A mit UV-Cutoff-Filter $\lambda = 418$ nm Reaktionspumpe Hitachi 655A 13 mit 3m Reaktionsschleife

Probenahme

Stichprobenplan mit 5 kg: Die Einkaufseinheiten werden in Chargen mit weniger als 5 Tonnen aufgeteilt. Pro Charge werden aus 10 Packungseinheiten je 0,5 kg gezogen und mit einer UV-Lampe auf Fluoreszenz abgeleuchtet.

Stichprobenplan mit 20 kg: Aus 10 Packungseinheiten werden je 2 kg Feigen entnommen und zu einer Sammelprobe à 20 kg vereinigt. Das Rückstellmuster wird aus den gleichen Packungseinheiten auf dieselbe Art gezogen.

Probenvorbereitung

Stichprobenplan mit 5 kg: 5 kg Feigen werden gemixt. Anschliessend wird die Hälfte (2,5 kg) mit 8750 ml Methanol/Wasser (5+2) homogenisiert. Die restlichen 2,5 kg werden als Rückstellmuster aufbewahrt.

Stichprobenplan mit 20 kg: Die 20-kg-Sammelprobe wird in zwei Teilen weiterverarbeitet. Je 10,0 kg Feigen werden mit 10,0 kg Eiswürfeln vermischt und in einem Metzgerblitz auf Stufe 2 eine halbe Stunde lang homogenisiert. Aus jeder Teilmenge werden 40 g entnommen, vereinigt, mit 100 ml Methanol versetzt und homogenisiert.

Die Homogenisate aus dem Stichprobenplan mit 5 kg oder aus demjenigen mit 20 kg werden filtriert, von dem klaren, braun gefärbten Filtrat 7,0 ml (= 2,0 g Feigen) entnommen, mit 15 ml bidest. Wasser verdünnt und mit einem Fluss von 3 ml/min über die Immunoaffinitätskartuschen «Aflaprep» gezogen (die Aflatoxine B & G binden sich dabei an den Antikörper, wobei die Affinität der B-Aflatoxine grösser ist als jene der G-Aflatoxine) (9, 10). Mit zweimal je 10 ml bidest. Wasser eluiert man Zucker sowie andere wasserlösliche Substanzen und mit dreimal je 1 ml Acetonitril die Aflatoxine von der Kartusche (der Antikörper wird dabei denaturiert). Die gesammelten Acetonitrileluate werden mit Acetonitril auf 5,0 ml Gesamtvolumen ergänzt. 2,5 ml Acetonitrileluat werden unter einem leichten N₂-Strom bei max. 45 °C zur Trockne eingedampft und je nach Detektionsart aufgenommen:

- für Dünnschichtchromatographie (DC) in 200 µl Toluol/Acetonitril (98+2)
- für die HPLC in 500 µl Methanol/Wasser (1+1).

Detektion mit DC (modifiziert nach (11))

Auf einer HPTLC-Platte werden mit dem Linomat 100 µl Probe sowie 5, 10, 20 und 50 µl Standardlösung etwa 7 cm vom unteren Rand aufgetragen. Mit einem Scilab wird mit Ether/70% Methanol/CCL₄ (85 + 5 + 10) gereinigt und in die Gegenrichtung mit Chloroform/Aceton/Wasser (86 + 14 + 0,2) entwickelt. Dabei wird jeweils über die Auftragspositionen hinweg chromatographiert. Die Auswertung erfolgt mit dem Scanner über eine Fluoreszenz-Reflexions-Messung bei 366 nm.

Detektion mit HPLC und Nachsäulenderivatisation (modifiziert nach (12))

Säule: Lichrospher 100 RP8, 5 µm, 250 x 4 mm²

Eluent: Acetonitril/Wasser nanopur/Methanol (5 + 55 + 40)

Fluss: 0,5 ml/min, isokratisch

Injektionsvolumen: 50 µl

Nachsäulenderivatisation: 0,2 ml Jodlösung eisgekühlt/min (Jodlösung: 0,2 bis 0,3 g Jod in 5 ml Methanol lösen, 250 ml Wasser hinzufügen und abfiltrieren, Filtrat auf ca. 0 °C ± 1 °C kühlen und für Derivatisation verwenden), Reaktionstemperatur: 40 °C ± 1 °C, 3 m Reaktionsschleife.

Fluoreszenzdetektion: Anregung bei λ = 360 nm, Emission bei λ = 440 nm

Quantifizierung: mit externen Standards

Wiederfindungsraten: Aflatoxin B₁ (85–100%), B₂ (80–90%), G₁ (80–90%) und G₂ (30–50%)

Resultate und Diskussion

Eine effektive Aflatoxinkontrolle ist nur mit einem statistisch abgesicherten Stichprobenplan durchführbar. Dieser beschreibt, wie eine Stichprobe zu gewinnen, prüfen und beurteilen ist. Mit seiner Hilfe kann der Konsument vor einer Gesundheitsschädigung und der Produzent bzw. Importeur vor der Rückweisung einer «guten» Charge geschützt werden. Für die Entwicklung eines Stichprobenplans muss die Verteilung des kontaminierten Materials bekannt sein.

Stichprobenplan mit 5 kg

1985 konnte ein statistisch abgesicherter Stichprobenplan noch nicht entwickelt werden, da die Verteilung der kontaminierten Feigen praktisch unbekannt war. Coop Schweiz und das Kantonale Laboratorium Basel-Landschaft stützten sich deshalb auf die Erfahrungen mit der Aflatoxinkontrolle von Erdnüssen und legten die Untersuchungsmenge auf 5 kg aus max. 5 Tonnen Feigen fest. 5 kg war eine

Probenmenge, die beim damaligen Stand der Labortechnik noch mit einem vernünftigen analytischen Aufwand handhabbar war.

1986 wurde die hohe Korrelation zwischen fluoreszierenden Feigen und Aflatoxingehalt bekannt. Hochkontaminierte Früchte konnten damit aufgrund ihrer Fluoreszenz unter UV-Licht relativ einfach aussortiert werden (13). Coop Schweiz kaufte daraufhin nur noch vorsortierte Ware ein. Zusätzlich wurde der Stichprobenplan geändert. Die 5-kg-Stichprobe wurde abgeleuchtet. Chargen mit mehr als 3 fluoreszierenden Feigen in 5 kg wurden zurückgewiesen, solche mit weniger als 3 fluoreszierenden Feigen auf Aflatoxine untersucht. Dazu wurden sämtliche 5 kg (inkl. fluoreszierende Feigen) geprüft (Abb. 1).

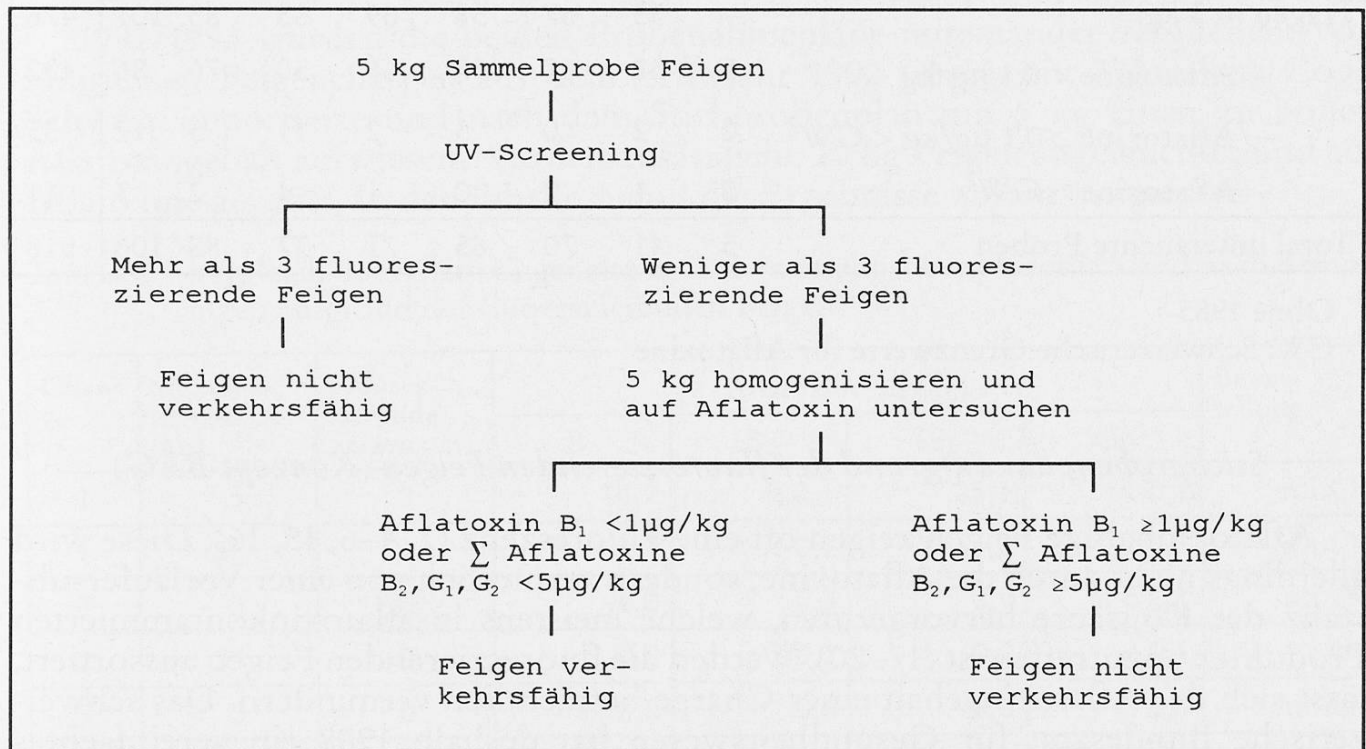


Abb. 1. Ablaufschema für den Stichprobenplan mit 5 kg

Die in Tabelle 1 zusammengefassten Resultate zeigen, dass trotz der Vorsortierung in den Produktionsländern immer noch 8% aller Proben fluoreszierende Feigen enthalten. Die Vorsortierung in der Türkei ist somit mangelhaft und muss in der Schweiz überprüft werden.

Die Vorsortierung allein reicht jedoch nicht aus. 9% aller Chargen ohne fluoreszierende Feigen wiesen trotzdem Aflatoxine auf. 2% enthielten sogar Aflatoxine in Mengen über dem Grenzwert (mehr als 1,0 µg/kg Aflatoxin B₁). Bereits früher (14) wurde auf diesen Sachverhalt hingewiesen, der inzwischen von 2 Arbeitsgruppen (7, 8) bestätigt wurde.

Tabelle 1. Aflatoxine in Feigen der Erntejahre 1985 bis 1992

Erntejahr	85	86	87	88	89	90	91	92	Total ¹
Proben mit fluoreszierenden Feigen in 5 kg:	–	6	3	7	2	12	5	5	40
– Aflatoxine < 0,1 µg/kg	–	1	1	1	1	4	2	4	14
– Aflatoxine ≥ 0,1 µg/kg < GW ²	–	0	0	1	1	3	1	1	7
– Aflatoxine > GW ²	–	5	2	5	0	5	2	0	19
Proben ohne fluoreszierende Feigen in 5 kg:	–	35	67	58	69	65	83	101	478
– Aflatoxine < 0,1 µg/kg	5	32	67	55	66	50	76	86	432
– Aflatoxine ≥ 0,1 µg/kg < GW ²	0	2	0	3	2	11	5	12	35
– Aflatoxine > GW ²	0	1	0	0	1	4	2	3	11
Total untersuchte Proben	5	41	70	65	71	77	88	106	518

¹ Ohne 1985

² GW: Schweizerische Grenzwerte für Aflatoxine

Stichprobenplan aufgrund der fluoreszierenden Feigen (Konzept BAG)

Aflatoxinhaltige Feigen zeigen oft eine Fluoreszenz (2, 4–6, 15, 16). Diese wird allerdings nicht durch die Aflatoxine, sondern vermutlich von einer Vorläufersubstanz der Kojisäure hervorgerufen, welche meistens in aflatoxinkontaminierten Produkten anzutreffen ist (17–20). Werden die fluoreszierenden Feigen aussortiert, lässt sich der Aflatoxingehalt einer Charge beträchtlich vermindern. Das schweizerische Bundesamt für Gesundheitswesen hat deshalb 1988 ein vereinfachtes Konzept zur Aflatoxinkontrolle von Feigen vorgeschlagen, welches sich nur auf die fluoreszierenden Feigen abstützt (21):

- 25 kg Feigen einer Charge werden mit UV-Licht abgeleuchtet.
- Sind mehr als 20 fluoreszierende Feigen vorhanden, wird die Charge zurückgewiesen.
- Fluoreszieren weniger als 20 Feigen, wird der Aflatoxingehalt der fluoreszierenden Feigen bestimmt. Dieser darf die Grenzwerte (umgerechnet auf 25 kg) nicht übersteigen.
- Nichtfluoreszierende Feigen werden nicht analysiert.

Dieses Konzept hat verschiedene Nachteile:

- Die Ableuchtung mit UV-Strahlen ist arbeitsaufwendig.
- Fluoreszierende Feigen können nicht immer mit Sicherheit erkannt werden.
- Die Fluoreszenz kann durch Wassereinwirkung, Wasserdampf oder Sonnenbestrahlung geschwächt werden (2).

- Auch nichtfluoreszierende Feigen können Aflatoxine enthalten (Tabelle 1 (8, 14)).
- Feigen ohne Aflatoxine können ebenfalls fluoreszieren. Somit werden unter Umständen Feigen mit Aflatoxingehalten zurückgewiesen, die keine Gefahr für den Konsumenten darstellen (vgl. (16)).

Der Stichprobenplan mit 5 kg Feigen hat gegenüber demjenigen mit fluoreszierenden Feigen den Vorteil, dass auch die nichtfluoreszierenden Feigen geprüft werden. Allerdings wird von einer kleineren Probenmenge ausgegangen.

Vergleich der 2 Probenahmepläne

1992/1993 wurden die beiden Probenahmepläne miteinander verglichen. Von sämtlichen Feigenchargen aus dem Erntejahr 1992 (insgesamt 3), welche Coop Schweiz importierte und nach dem Stichprobenplan mit 5 kg einen zu hohen Aflatoxingehalt aufwies, wurden zusätzliche 20 kg Feigen abgeleuchtet und auf Aflatoxine geprüft. In der Tabelle 2 sind die Ergebnisse zusammengefasst.

Tabelle 2. Vergleich der Aflatoxingehalte nach dem Stichprobenplan mit 5 und nach demjenigen aufgrund der fluoreszierenden Feigen

Charge	Stichprobengrösse (kg)	Fluoreszierende Feigen	Aflatoxine ($\mu\text{g}/\text{kg}$)				Beurteilung
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	
1	5	0	14,7	< 0,1	25,1	< 0,1	n.i.O.
1	25	3	3,1	< 0,1	5,2	< 0,1	n.i.O.
2	5	0	4,0	0,3	0,9	< 0,1	n.i.O.
2	25	0	0,8	0,1	0,2	< 0,1	i.O.
3	5	0	8,0	0,6	6,0	0,4	n.i.O.
3	25	0	2,9	0,2	1,2	< 0,1	n.i.O.

Die Charge 1 wäre nach dem Konzept BAG in Ordnung. Die drei sich darin befindlichen fluoreszierenden Feigen (Gesamtgewicht 40 g) enthielten: Aflatoxin B₁: 1,0 μg , B₂: <0,1 μg , G₁: 1,0 μg und G₂: 0,02 μg . Umgerechnet auf 25 kg ergäbe dies die folgenden vernachlässigbaren Aflatoxingehalte: B₁: 0,04 $\mu\text{g}/\text{kg}$, B₂: <0,004 $\mu\text{g}/\text{kg}$, G₁: 0,04 $\mu\text{g}/\text{kg}$ und G₂: 0,001 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Die Chargen 2 und 3 wären ohnehin in Ordnung, da sie keine fluoreszierenden Feigen enthielten.

Die Totalanalyse aller 25 kg zeigte jedoch, dass die Chargen 1 und 3 zuviel Aflatoxine (über den Schweizerischen Grenzwerten) und die Charge 2 erhebliche Mengen Aflatoxine enthielten. Das Konzept BAG versagt damit bei Proben, welche nichtfluoreszierende Feigen mit Aflatoxinen aufweisen. Da die Proben nach dem 5-kg-Konzept geprüft wurden, gelangte zum Glück keine der Chargen in den Verkauf.

Löschen der Fluoreszenz

Die fluoreszierenden Stoffe können durch Wasser abgespült oder durch Licht- einwirkung in ihrer Fluoreszenz geschwächt werden (2).

In Tabelle 3 sind die Ergebnisse eines Quantifizierungsversuches zusammengefasst. Die Feigen wurden in 2%ige Kochsalzlösungen eingelegt, welche man nach 60 und 90 min wechselte. Nach 60 min ging sehr wenig bis maximal die Hälfte des Aflatoxingehaltes verloren. Danach wurde praktisch kein Aflatoxin mehr abgegeben. Am Ende des Versuchs war die Fluoreszenz zum grössten Teil gelöscht oder zumindest stark geschwächt. Obwohl dieses kleine Experiment nicht repräsentativ sein kann, zeigt es doch, dass sich die Aflatoxine wahrscheinlich zu über 50% im Innern der Frucht befinden. Durch geschickte Manipulationen kann die Fluoreszenz praktisch zum Verschwinden gebracht werden, ohne dass sich der Aflatoxin- gehalt auf ein vertretbares Mass reduziert.

Tabelle 3. Aflatoxin B₁ in natürlich kontaminierten Feigen nach Einlegen in Kochsalzlösung

	Aflatoxin B ₁ in ng nach				Fluoreszenz nach 120 min in % des Ursprungs
	0 min	60 min	90 min	120 min	
Feige 1	1240 (100%)	720 (58%)	650 (52%)	610 (49%)	nicht bestimmt
Feige 2	55 (100%)	29 (53%)	26 (47%)	24 (44%)	30%
Feige 3	5720 (100%)	5610 (98%)	5560 (97%)	5530 (97%)	10%
Feige 4	25,6 (100%)	14,5 (57%)	13,3 (52%)	12,7 (50%)	40%
Feige 5	178 (100%)	149 (84%)	146 (82%)	144 (81%)	20%
Feige 6	272 000 (100%)	271 000 (100%)	271 000 (100%)	270 000 (100%)	30%

Stichprobenplan mit 20 kg

Der Stichprobenplan mit 20 kg basiert auf den Erfahrungen mit den vorher beschriebenen Plänen und damit der Erkenntnis, dass auch nichtfluoreszierende Feigen kontrolliert werden müssen. Zudem wurde das heutige Wissen über die Verteilung der kontaminierten Feigen und Probenahmepläne, welche zurzeit in Europa diskutiert werden (8, 22), mitberücksichtigt.

Die Verteilung der kontaminierten Früchte kann auch heute nur abgeschätzt werden, da immer noch relativ wenige Daten vorliegen. Zudem ist oft schwierig zu entscheiden, ob eine Feige fluoresziert oder nicht, da oft nur eine sehr schwache Fluoreszenz sichtbar ist. Von 1987 bis 1989 wurden in 20 kg 7 bis 20 fluoreszierende Feigen mit einem Absolutgehalt von 0,15 µg bis 350 µg Aflatoxin B₁/Feige gefunden

(2, 4, 5, 23). 1991 fanden sich in 20 kg allerdings nur noch 0,8 fluoreszierende Feigen mit durchschnittlich 0,33 µg Aflatoxin B₁/Feige (8).

In der Tabelle 4 sind die Daten der Erntejahre 1986 bis 1992 zusammengefasst. Die Resultate sind mit *Hussain et al.* (8) vergleichbar. In 20 kg Feigen fluoreszierten im Mittel nur 0,44 Feigen. Angesichts dieser Resultate kann der enorme Arbeitsaufwand für das UV-Screening in den Importländern nicht mehr gerechtfertigt werden und ist nur noch zur Überprüfung der Vorsortierung in den Produzentländern periodisch anzuwenden.

Tabelle 4. Anzahl fluoreszierende Feigen der Erntejahre 1985 bis 1992

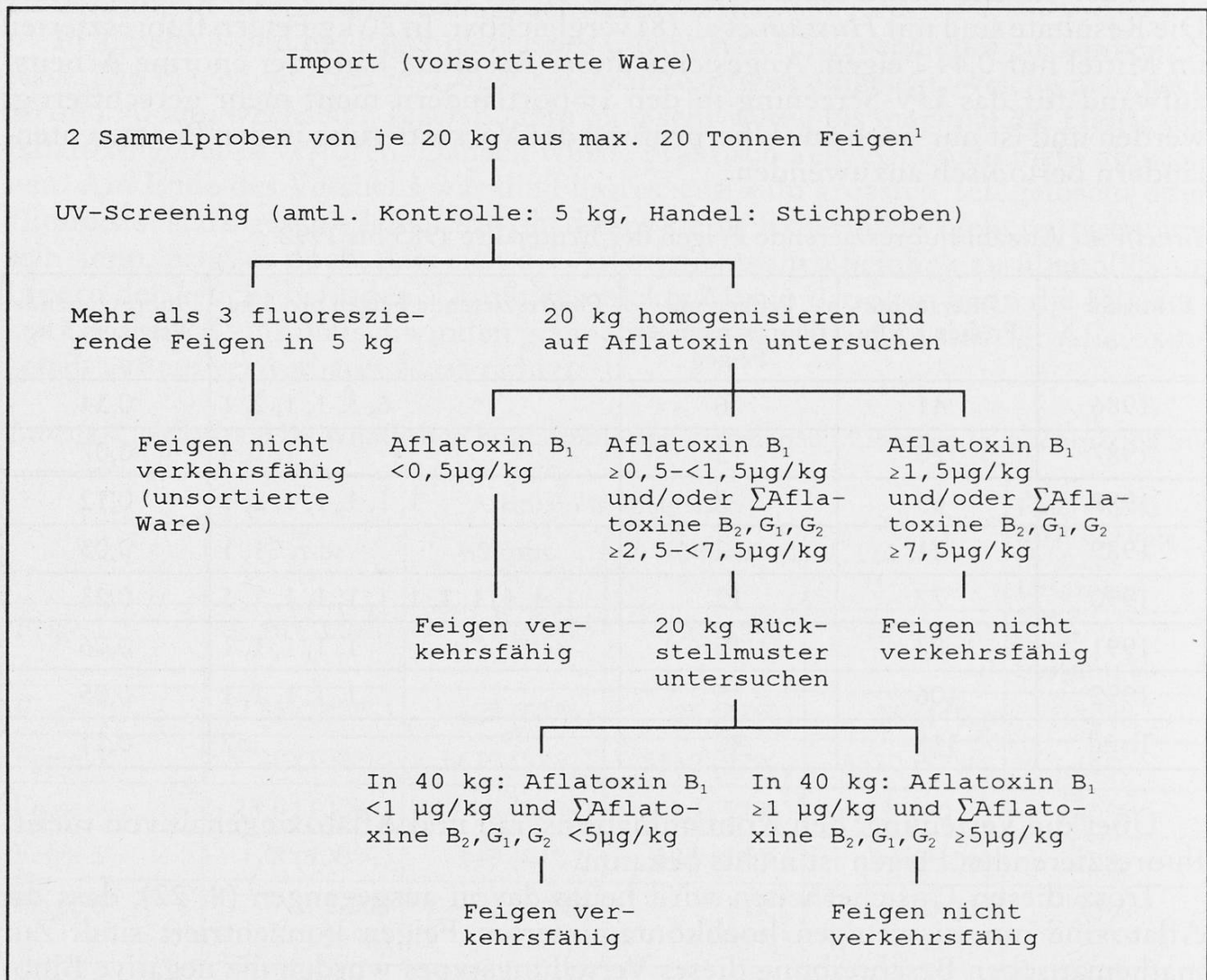
Erntejahr	Untersuchte Proben à 5 kg	Proben mit fluoreszierenden Feigen	Fluoreszierende Feigen pro 5 kg	Fluoreszierende Feigen in 5 kg
1986	41	6	6, 3, 1, 1, 2, 1	0,34
1987	70	3	1, 1, 3	0,07
1988	65	7	1, 1, 1, 1, 1, 2, 1	0,12
1989	71	2	1, 1	0,03
1990	77	12	1, 4, 4, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1	0,23
1991	88	5	1, 1, 1, 1, 1	0,06
1992	106	5	1, 1, 1, 1, 1	0,05
Total	518	40	57	0,11

Über die Verteilung, den Kontaminationsgrad und Aflatoxingehalt von **nicht**-fluoreszierenden Feigen ist nichts bekannt.

Trotz diesen Unsicherheiten wird heute davon ausgegangen (8, 22), dass die Aflatoxine nur in wenigen hochkontaminierten Feigen konzentriert sind. Zur mathematischen Beschreibung dieses Verteilungstypes wurden die negative Binomial-, die Poisson- und die Weibullverteilung angewandt (8). Daraus ergibt sich, dass sehr grosse Stichproben (z. B. 100 kg) gezogen oder auf Doppel- bzw. Mehrfachstichprobenpläne übergegangen werden müsste. Sehr grosse Probenmengen wie auch Mehrfachstichprobenpläne vergrössern den analytischen Aufwand unverhältnismässig. Im Einklang mit anderen europäischen Ländern (8, 22) und aufgrund der bisherigen Erfahrungen ist deshalb ein Doppelstichprobenplan mit jeweils 20 kg Feigen aus 10 Einzelproben à 2 kg ein guter Kompromiss und gut handhabbar (Abb. 2). Die Untersuchung des Rückstellmusters bei Aflatoxingehalten von 50% bis 100% der Grenzwerte reduziert das Konsumentenrisiko, diejenige bei Aflatoxingehalten von 100% bis 150% das Produzentenrisiko.

Im einzelnen ergibt sich folgendes Vorgehen:

- Es ist nur vorsortierte Ware einzuführen.
- Aus max. 20 Tonnen werden aus 10 Verpackungseinheiten je zweimal 2 kg entnommen. Die Proben aus den 10 verschiedenen Verpackungseinheiten werden zu 2 Sammelproben vereinigt.



¹ Sammelprobe: je 2 kg aus 10 Verpackungseinheiten

Abb. 2. Ablaufschema für den Stichprobenplan mit 20 kg

- Periodisch sind die Vorsortierung an den ersten 20 kg durch UV-Screening zu kontrollieren.
- Die ersten 20 kg werden geprüft. Einkaufseinheiten mit Aflatoxingehalten unter 50% der Grenzwerte werden freigegeben, solche mit mehr als 150% gesperrt.
- Von Einkaufseinheiten mit Aflatoxingehalten zwischen 50% und 150% der Grenzwerte wird zusätzlich das Rückstellmuster geprüft. Liegen die Aflatoxingehalte unter den Grenzwerten, wird die Einkaufseinheit freigegeben, liegen sie darüber, gesperrt.

Erfahrungen mit dem Stichprobenplan mit 20 kg

25 Einkaufseinheiten Feigen mit Gewichten zwischen 5400 und 19200 kg des Erntejahrs 1993 wurden nach dem Stichprobenplan mit 20 kg geprüft. In 18 Proben waren keine Aflatoxine nachweisbar, in 6 Proben fanden sich zwischen 0,1 und 0,3 µg/kg Aflatoxin B₁ sowie Spuren der anderen Aflatoxine. Eine Probe enthielt mehr als 2,2 µg/kg Aflatoxin B₁. Eine Prüfung des Rückstellmusters wäre somit nicht notwendig gewesen. Um Erfahrungen zu sammeln, wurden jedoch die Rückstellmuster mit nachweisbaren Aflatoxinmengen nochmals geprüft. Es wurden zwischen 0,1 und 0,6 µg/kg Aflatoxin B₁ gefunden, womit sich die erste Prüfung bestätigte.

Der Stichprobenplan mit 20 kg hat sich somit in der Praxis bewährt. Er vermindert gegenüber den vorher besprochenen Stichprobenplänen das Konsumenten- und Produzentenrisiko, da von einer grösseren Probenmenge ausgegangen und nichtfluoreszierende Feigen mitgemessen werden. Die Probenahme hat sich vereinfacht, da die Feigen nur noch stichprobenweise auf Fluoreszenz abgeleuchtet werden. Auf der analytischen Seite bringt die Homogenisierung eine grosse Einsparung. Weil dafür Wasser verwendet wird, ist die Reinigung der Geräte relativ einfach und es werden (gegenüber dem Stichprobenplan mit 5 kg) grosse Lösungsmittelmengen eingespart. Zudem vereinfacht sich die Extraktion, da nur ein Aliquot (und nicht mehrere kg oder mehrere fluoreszierende Feigen) geprüft werden müssen.

Homogenitätstest

Der Stichprobenplan mit 20 kg setzt die Prüfung von 20 kg Feigen voraus. Aus ökologischen und labortechnischen Gründen können 20 kg Feigen nicht als Ganzes untersucht werden, sondern sind vorher zu homogenisieren und ein Aliquot zu prüfen. Deshalb wurde ein Verfahren zur Homogenisierung von Feigen entwickelt. Die Homogenität wurde kontrolliert, indem 4 Feigen mit jeweils 2,5 µg Aflatoxin B₁ gespickt, zu 10 kg Feigen gegeben und wie beschrieben homogenisiert wurden. Danach wurde die Schale des Kutters in ein imaginäres Achteck aufgeteilt, jeweils innen und aussen eine Probe gezogen und geprüft. In den insgesamt 16 Proben à 20 g wurden $0,77 \pm 0,071$ µg/kg Aflatoxin B₁ gefunden. Auch die Probe 1 (der Ort, an dem die 4 Feigen im Kutter plaziert wurden) enthielt mit 0,74 µg/kg Aflatoxin B₁ einen durchschnittlichen Gehalt. Die Homogenität ist damit gewährleistet.

Dank

Die Autoren sprechen *Dr. A. Sutter, J. Noser* und *H.-J. Hirschi* ihren Dank für die sorgfältige Prüfung der Proben aus.

Zusammenfassung

Aflatoxinhaltige Feigen sind ein Gesundheitsrisiko. In der vorliegenden Arbeit wird aufgezeigt, dass auch nichtfluoreszierende Feigen Aflatoxine in nennenswerten Mengen enthalten können. Dieser Umstand wurde bisher bei der Importkontrolle getrockneter Feigen nicht beachtet. Das Coop-Zentrallaboratorium und das Kantonale Laboratorium Basel-Landschaft haben gemeinsam ein Stichproben-, Analysen- und Massnahmenkonzept erarbeitet, welches nichtfluoreszierende Feigen mitberücksichtigt. Das vorgestellte Konzept eignet sich für Importe von Mengen über 1000 kg, gewährleistet eine höhere Sicherheit der Konsumenten und ist für Importeure zumutbar. Mit der entwickelten Analysenmethode können bis zu 10 kg Feigen in einem Schritt homogenisiert werden. Die Extraktion erfolgt mit monoklonalen Antikörpern und ist umweltschonend, da nur kleine Lösungsmittelmengen benötigt werden. Das ebenfalls vorgestellte 5-kg-Stichprobenkonzept eignet sich für Kleinimporte und Marktkontrollen von getrockneten Feigen.

Résumé

Les figes contaminées par des aflatoxines présentent un risque pour la santé. La présente publication démontre que les figes sans fluorescence sont également susceptibles de contenir des aflatoxines en quantité importante. Le concept actuellement appliqué lors des contrôles d'importation ne tient pas compte de ce constat. Le Laboratoire central Coop et le Laboratoire cantonal de Bâle-Campagne ont élaboré un concept de contrôle comprenant un plan de prélèvement, un plan d'analyse et des mesures à prendre. Ce concept prend en considération également les figes sans fluorescence. Il est applicable pour des lots de figes importées dépassant 1000 kg et garantit une plus grande sécurité pour le consommateur; il est commercialement acceptable pour l'importateur. La méthode d'analyse permet d'homogénéiser 10 kg de figes en une seule fois. L'extraction qui se fait à l'aide d'anticorps monoclonaux n'utilise que de petites quantités de solvants et ménage de ce fait l'environnement. La présente publication propose également un procédé de prélèvement d'un échantillon de 5 kg applicable aux petits lots d'importation de figes séchées et au contrôle du marché.

Summary

Figs containing aflatoxins are a health risk. This study shows that non fluorescent figs also contain appreciable amounts of aflatoxins, a finding that has not so far been taken into account in inspections of imported dried figs. Coop Central Laboratory and the Cantonal Laboratory of Basel-Landschaft have jointly developed a random sampling, analysis and action model which also takes non fluorescent figs into account. This model is suitable for import volumes of 1000 kg upwards. It improves safeguards for the consumer and is acceptable to importers. The analytical method developed allows up to 10 kg of figs to be homogenized in one step. Extraction is performed with monoclonal antibodies and, since only small amounts of solvents are needed, is environmentally friendly. The 5 kg random sampling method that is also presented is suitable for small import volumes and market testing of dried figs.

Literatur

1. Schweizerische Aussenhandelsstatistik, Jahresstatistik, Erster Band 1993, 37. Eidg. Zoll- und Zolldirektion, Bern 1994.
2. Steiner, W.E., Rieker, R.H. and Battaglia, R.: Aflatoxin contamination in dried figs: distribution and association with fluorescence. *J. Agric. Food Chem.* **36**, 88–91 (1988).
3. Kantonales Laboratorium Basel-Landschaft: Jahresbericht 1985. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **77**, 400 (1986).
4. Reichert, N., Steinmeyer, S. und Weber, R.: Bestimmung von Aflatoxin B₁ in Trockenfeigen durch visuelles Screening, Dünnschichtchromatographie und ELISA. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* **186**, 505–508 (1988).
5. Akerstand, K. och Möller, T.: Kvalitetskontroll av torkade fikon. *Var Föda* **41**, 308–317 (1989).
6. Boyacioglu, D. and Gönül, M.: Survey of aflatoxin contamination of dried figs grown in Turkey in 1986. *Food Additives and Contaminants* **7**, 235–237 (1990).
7. Sharman, M., Patey, A.L., Bloomfield, D.A. and Gilbert, J.: Surveillance and control of aflatoxin contamination of dried figs and fig paste imported into the United Kingdom. *Food Additives and Contaminants* **8**, 299–304 (1991).
8. Hussain, M., Gölles, J., Wernecke, K.-D. und Vojir, F.: Aflatoxin-Monitoring beim Import getrockneter Feigen. In: Bobek, E., Forschungsberichte des Bundesministeriums für Gesundheit, Sport und Konsumentenschutz, Sektion III, Republik Österreich, **3** (1992).
9. Rhône-Poulenc Diagnostics Ltd.: Aflaprep: Beschreibung des Einsatzes von Aflatest als Probenaufbereitung für die quantitative Aflatoxinbestimmung mit der HPLC- oder DC-Methode.
10. Werner, G.: Bestimmung der Aflatoxine in Futtermitteln nach selektiver Reinigung an einer Immunoaffinitätssäule. *Agribiol. Research* **44**, 289–298 (1991).
11. Schweizerisches Lebensmittelbuch, Kapitel 54, Toxische Stoffe natürlichen Ursprungs. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1992.
12. Shepherd, M.J. and Gilbert, J.: An investigation of HPLC postcolumn iodination conditions for the enhancement of aflatoxin B₁ fluorescence. *Food Additives and Contaminants* **1**, 325–335 (1984).
13. Mitteilung des Bundesamtes für Gesundheitswesen an die Kantonalen Laboratorien der Schweiz und die interessierten Kreise des Importes und Handels mit Feigen: Aflatoxine in Feigen. 19. September 1986.
14. Kantonales Laboratorium Basel-Landschaft: Jahresbericht 1988. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **80**, 316 (1989).
15. Christolsohn, M. and Jörissen, U.: Aflatoxines in dried figs: Problems and possible solutions as seen by a commercial chemist. International Symposium «Dried Figs and Aflatoxines», Izmir, Turkey 1989.
16. Steiner, W., Brunschweiler, K., Leimbacher, E. und Schneider, R.: Aflatoxine B₁ und G₁, Cyclopiazonsäure, Kojisäure und Ochratoxin A in Trockenfeigen mit BGY-Fluoreszenz. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **84**, 523–536 (1993).
17. Marsh, P.B., Simpson, M.E., Ferretti, R.J., Merola, G.V., Donoso, J., Craig, G.O., Trucksess, M.W. and Work, P.S.: Mechanism of formation of a fluorescence in cotton fiber associated with aflatoxins in the seeds at harvest. *J. Agr. Food Chem.* **17**, 468–472 (1969).
18. Fennell, D.I., Bothast, R.J., Lillihøj, E.B. and Peterson, R.E.: Bright greenish-yellow fluorescence and associated fungi in white corn naturally contaminated with aflatoxin. *Cereal Chem.* **50**, 404–415 (1973).

19. *Shotwell, O.L., Goulden, M.L. and Hesseltine, C.W.*: Aflatoxin: Distribution in contaminated corn. *Cereal Chem.* **51**, 492–499 (1974).
20. *Steiner, W., Pacciarelli, B. und Battaglia, R.*: Aflatoxin B₁, BGY-Fluoreszenz und Kojisäure in Maiskörnern: eine Untersuchung auf Mais schweizerischer Herkunft. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **82**, 457–474 (1991).
21. Aflatoxinkontrollen bei Feigen, Ernte 1988. Kreisschreiben des Bundesamtes für Gesundheitswesen Nr. II (1988).
22. *Bruland, H.G., Matthiaschk, G., Sanitz, W., Vierkötter, S., Weber, R. und Wenzel, H.*: Aflatoxine in Trockenfeigen – ein pragmatischer Probenvorschlag. *Deut. Lebensm. Rundsch.* **88**, 183–185 (1992).
23. *Mathot, P.J.*: Approach in the Netherlands concerning aflatoxin in dried figs. International Symposium «Dried Figs and Aflatoxines», Izmir, Turkey 1989.

Walter Winiger
Karl Zürcher
Coop Schweiz
Zentrallaboratorium
Gottesackerstrasse 4
CH-4133 Pratteln

Dr. Peter Wenk
Dr. Walter Stutz
Kantonales Laboratorium BL
Postfach
CH-4414 Füllinsdorf