
Búzaminták fungicid szermaradvány ellenőrzése és gombafertőzöttségének kimutatása

Soós József – Fehér László – Rigó Krisztina –
Tanács Lajos

Szegedi Tudományegyetem, Szegedi Élelmiszeripari Főiskola,
Élelmiszertudományi Tanszék, Szeged

ÖSSZEFOGLALÁS

A búzát veszélyeztető gombás betegségek elleni vegyszeres védekezés nagyon fontos feladat, hiszen a fertőzött szemek toxin szennyezettsége állati- és humánegészségügyi vonatkozásban egyaránt veszélyes, de hasonlóan fontos ismeret az alkalmazott vegyszerek lehetséges maradványainak jelenléte. Háromirányú vizsgálatokat végeztünk arra vonatkozóan, hogy a szegedi Gabonakutató Kht. kontroll és fungicidekkel állománykezelt termésmintáiban kimutathatóak-e fungicid nyomok (gázkromatográfia, GC), illetve a gombafertőzöttség mértékét ellenőriztük ergoszterin tartalom (mikrohullámú feltárás és folyadékkromatográfia, HPLC) alapján és közvetlen mikrobiológiai tenyésztéssel. A 2000-ben kezelt gabonamintákban fungicid nyomokat már nem találtunk (november), az ergoszterin tartalom és közvetlen mikrobiológiai elemzés jó minőséget és nagyon alacsony gombaszennyezettséget mutatnak, míg a csapadékos 1999-es év mikrobiológiai adatai rosszabbak.

SUMMARY

To protect crops with chemicals against different microorganisms are very important because residues of toxins could pollute infected grains. This could have the meaning of serious danger to the human and animal health. Similarly important is knowledge of details about presence or absence of any practically applied protective compounds. Experimental studies were performed on fungicide treated cereals of the Cereal Research Non-Profit Company, Szeged. Chromatographic methods were used (GC and some GC-MS) to find low level fungicide residues, microwave-assisted isolation of ergosterol was followed by HPLC to detect possible fungal infections and a more detailed microbiological analysis completed the work. Concerning the dry year 2000, no fungicides were found in the samples (by November), the ergosterol level was found to be less than 8 ppm, meaning good quality, coupled with an extremely low level of fungal infections. This was confirmed by direct microbiological testing. In comparison with the microbiological results from 1999, a negative difference can be recognized, most probably due to the rainy weather throughout the year.

1. ANYAGOK ÉS MÓDSZEREK

1.1. A szántóföldi kísérletek körülményei

A szántóföldi kisparcellás kísérleteket a Gabonatermesztési Kutató Kht. öthalmi telepén állították be, mélyben sós réti csernozjom talajon (uralkodó kőzetanyaga lösz), amelynek átlagos kémhatása pH 7,9; humusztartalma 2,7-3,6%; N-szolgáltató képessége közepes; foszfor és kálium ellátottsága jó – igen jó.

A közvetlen mikrobiológia vizsgálatokkal átfedő kísérletek időszaka meteorológiai szempontból egy csapadékos (1999.) és egy száraz (2000.) évből állt. Az 1998/99. évi tenyészidőben 645 mm, az 1999/2000-évben 340 mm csapadék hullott. Hőösszegben mindkét periódus melegebb volt, mint a sokévi átlag. A kísérleteinket véletlen blokk elrendezésben – 4 ismétléssel – 10 m²-es parcellákon állították be. Az elővetemény mindkét évben borsó volt, amely után alaptrágyaként 60+60+60 kg/ha NPK hatóanyagot juttattak ki a területre. A gyomirtást tavasszal Granstar 15 g/ha adagjával végezték el.

1.2. A vizsgált fajták és alkalmazott fungicidek

Összesen 4 búzafajtát állítottak kísérletbe, amelyek származás, érésidő és betegség-ellenállóság szempontjából egyaránt eltérőek. A korai éréscsoportból a GK Sára (standard) és GK Garaboly a levélbetegségekre és a kalászfuzáriózisa közepesen fogékony, a középerésű GK Miska kissé fogékony, a GK Petur pedig ellenálló fajta. 2 éves kísérleti időszakban összesen 5 fungicidnek produktivitásra gyakorolt hatásait vizsgálták. A kezelések közül az Amistar dózisát korábbi időpontban (2. nódusz megjelenése) a többi gombaölő szert később (kalászhányás) permetezték, 400 l/ha vízmennyiség alkalmazásával. A vegyszereket törzsoldatból, hígítási sorozattal készítették elő a kezelésekhez (Tanács és mtsai, 1997). A gázkromatográfias szermaradvány és az ergoszterin vizsgálatokhoz a 2000. tavaszi kezelések GK Sára és GK Miska mintáit használtuk az előbbi sorokból. Lényeges, hogy a szermaradványok kivonása a jelzett év novemberének második, illetve december első felében történt.

1.3. Az ergoszterin vizsgálatok körülményei

1.3.1. A használt anyagok

Ergoszterin (Sigma); acetónitril, metanol (HPLC minőségű, Carlo Erba); n-pentán, n-hexán, metanol, kálium-hidroxid, nátrium-hidroxid alt. (Reanal).

1.3.2. A mikrohullámú feltárás (Young, 1995) és a folyadékkromatográfia körülményei

A különböző búzaminták penész-fertőzöttségének megállapításához az ergoszterin vizsgálatra történő kinyerését mikrohullámú kezeléssel lúgos metanolos közegben végeztük (Szabó és mtsai, 2000). A búzamintákból kb. 30 g mennyiséget daráltunk le úgy, hogy a darába a korpa is belekerüljön. A

búzadarából a mikrohullámú feltáráshoz 0,25 g mennyiségeket mértünk ki. Az előkészített mintákhoz teflon-bombacsőben 2,0 ml metanolt és 0,5 ml 2 M KOH oldatot adtunk, majd mikrohullámú kezelésnek vetettük alá. A professzionális mikrohullámú készülék LABOTRON 500 típusú volt ($P_{max} = 500 \text{ W}$, $U = 220 \text{ V}$, $f = 2450 \text{ MHz}$, *vákumozható, kombinált energiaközlésre alkalmas*). A kezelés 90 másodpercig tartott, majd a teflonbomba-csőveket szobahőmérsékletre hűtöttük, az elegyet 1 ml 1 M HCl oldattal semlegesítettük. A mintákhoz 1 ml n-hexánt adtunk, amivel azokat átmostuk centrifugacsövekbe. Az extrakcióhoz a mintákat kémcsőkeverővel 1 percig kevertük, a fázisok szétválasztását centrifugálással végeztük el 7000 fordulat/perc (Sorwall RC-5B) fordulatszámot alkalmazva. A minta felülűszóját – ami az ergoszterint tartalmazza – elválasztottuk és porcelán-csészékben összegyűjtöttük. Az extrakciót háromszor 1 ml n-hexánnal végeztük. A csészékben összegyűjtött szerves fázist egy éjszakán át bepároltuk, majd folyadék-kromatográfiával határoztuk meg a minták ergoszterin tartalmát (HP 1090 Series II típusú HPLC készülék, diódasoros UV detektorral, Pentium II Celeron 466 típusú számítógéppel, HP Chemstation szoftvervezérléssel, izokratikus elúció: acetonitril:metilalkohol 8:2, $v = 1,5 \text{ ml/min}$, $V_{inj} = 5 \mu\text{l}$).

1.4. A mikrobiológiai vizsgálatok körülményei (Schnürer, 1995)

1.4.1. Az alkalmazott *Fusarium* szelektív PCNB-tápközeg összetétele (1000 cm³ meleg desztillált vízben feloldva)

Pepton 15 g + KH₂PO₄ 1 g + MgSO₄ x 7 H₂O 0,5 g + PCNB 1 g (pentaklóritrobenzol) + Ökörepe 0,5 g + Agar-agar 20 g + Klórtetraciklin 0,05 g + Streptomycin 0,1 g

1.4.2. Tenyésztési módszer (Schnürer, 1993; Tanács és mtsai, 1999)

- *A búzaszemek felületén megtapadt gombák vizsgálata:*

Minden búzafajtából és kezelési módból (11 cm-es steril Petri-csészékbe) előre elkészített PCNB-táptalajra 50-50 szemet helyeztünk úgy, hogy a hasi barázda a táptalajba nyomódjon, de a táptalaj ne repedjen meg. A 72 órás 37 °C-on történő inkubálás után mikroszkóp segítségével vizsgáltuk a felületen kialakult telepeket.

- *A terméshéj alatt elhelyezkedő gombák vizsgálata:*

A magokat 1%-os neomagnolos oldattal fertőtlenítettük a termésfal felületén lévő gombák elpusztítására, majd háromszoros (steril desztillált vízzel történő) öblítést követő egy napos szikkasztás után az előző pont szerint kerültek a szemek táptalajra. Az inkubálási idő letelte után meghatároztuk a búzaszemek fertőzöttségét.

1.5. A szermaradvány vizsgálatok körülményei

Elektronbefogási detektorral felszerelt gázkromatográfjal nagy érzékenységgel tudunk kimutatni halogén-tartalmú vegyületeket. A kezelésekre használt összehasonlító fungicideket gyári mintaként kaptuk a forgalmazott termékeknek megfelelően adalékolva, összetett formában (Tango, Alert S, Artea, Amistar, Falcon, Juwel). Az összehasonlító mintákat GC-MS technikával vizsgáltuk az aktív komponensek vonatkozásában részletesen és a TIC (teljes ion kromatogram) is rögzítésre került. Néhány gabonaminta esetében GC-MS mérés is történt, amivel megerősítettük párhuzamos ECD-vel mért eredményeinket.

A vizsgálatok első szakaszában (technikailag Tanács és mtsai, 1997b szerint) laborunk PACKARD 428 gázkromatográfjának elektronbefogási (EC) detektorát felújítottuk. A kapcsolt elektronikát 16 bites analóg/digital (A/D) átalakítóhoz illesztettük. PC-oldali programot írtunk az adatgyűjtésre. A gázkromatográf hőmérséklet programozóját ellenőriztük és alkalomszerűen korrigáltuk az eltéréseket. A gyűjtött adatokat az SPSS Peakfit programjával dolgoztuk fel. A mérések második fázisában DataApex rendszerre tértünk át, amivel a jelfeldolgozás hardver és szoftver háttere nagymértékben javult. A mérési eredmények megbízhatóságának nagymértékű növelésére a harmadik fázisban 30 m-es DB-5 fázisú (J&W), illetve analóg kapilláris kolonnákkal szerelt, modern (EC és tömegérzékeny detektorral szerelt) HP-gázkromatográfokon mértünk.

1.5.1. Az állománypermetezésre használt fungicidek

- **TANGO:** 125 g/l epoxikonazol + 375 g/l tridemorf
- **JUWEL:** 125 g/l epoxikonazol + 125 g/l krezoxim-metil
- **FALCON 460 EC:** 167 g/l tebukonazol + 43 g/l triadimenol + 250 g/l spiroxamin
- **ALERT S:** 125 g/l fluzilazol + 250 g/l karbendazim
- **ARTEA:** 250 g/l propikonazol + 80 g/l ciproconazol
- **KOLFUGO:** 25% karbedazim
- **AMISTAR:** 250 g/l azoxistrobin
- **BION:** 50% bendikar

1.5.2. Egyes fungicid maradványok kinyerése

- **FALCON (tebukonazol), ARTEA (ciprokonazol és propikonazol), TANGO illetve JUWEL (epoxikonazol)** vonatkozásában az alábbiak szerint jártunk el (Tanács és mtsai, 1998):

Reanal gyártmányú oldószereket, A.R. tisztaságú acetont és n-hexánt használtunk. 10 g liszt vagy 10 g korpa került az extrakciós oszlopba, majd extrakció történt 75 cm³ acetonnal. Az extraktum bepárlása Rotadeszt-tel következett, majd a maradék felvétele 1 cm³ acetonban és ennek tárolása csiszolt dugós üvegben. Ebből került 0,5 cm³ acetonos párlat 4 g Brockman V-ös Al₂O₃ oszlopra (meg kellett várni,

amíg beszívódik), majd eluálás történt 15 cm³ n-hexánnal. Az eluátumot közel szárazra kell bepárolni, majd a maradékot 2 cm³ acetonnal felvéve újra bepárolni (0,5 cm³ alá), és kémcsőben (acetonnal) 0,5 cm³-re állítani a térfogatot, jól záróan tárolni -20 °C-on, gázkromatografálásig.

- **ALERT (FLUZILAZOL) esetén a módszer hasonló mint előbb, de valamelyest módosul az alábbiak szerint** (Tanács és mtsai, 1998):

10 g liszt vagy korpa, 100 cm³ acetonnal extrakció, bepárlás Rotadeszt-tel, 1 cm³ diklór-metán, ebből 0,5 cm³ Al₂O₃ oszlopra (4 g), 15 cm³ n-hexánnal extrakció, bepárlás 0,5 cm³-re, tárolás üveg dugós csőben -20 °C-on, gázkromatografálásig.

Brockman V-ös Al₂O₃ készítése: 100 g Al₂O₃ (vízmentes Brockman I-es) + 15 cm³ nagy tisztaságú víz, zárt rendszerben 4-6 óra ráztatás után kész (jól záródóan tárolandó).

A minta sorrendet úgy alakítottuk ki, hogy a legnagyobb fungicid-kezelési dózissal kezdtünk és

csak kimutatható mennyiségű szermaradvány esetén folytattuk a kémiai vizsgálatokat alacsonyabb dózisosknál.

2. EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉS

2.1. Fungicidkezelt búzaminták ergoszterin tartalma mikrohullámú feltárás és folyadékkromatográfia (HPLC) alkalmazásával

A HPLC-s ergoszterin kalibrációt 0-tól 3 µg-ig végeztük és R² = 0,9997 mellett az alábbi egyenes egyenlet írja le az eredményt: **log [ergoszterin µg/ml] = (log [mOD*s] - 0,3963)/0,9608**, ahol az *mOD*s* az UV-detektor szolgáltatja abszorpciós jelből időegységre integrált érték. Az általunk kimutatható legkisebb ergoszterin mennyiség 5 ng-nak adódott. A mérések eredményeit ennek alapján számszerűsítettük az 1. táblázatban.

1. táblázat

A fungicid kezelések protokollja és a búzamintákból visszamérhető ergoszterin tartalom

| Első kezelés(1) (2-3 nódusz) | Második kezelés(2) (Kalászhányás, virágzás) | GK MISKA* Cergoszterin (ppm) | GK SÁRA* Cergoszterin (ppm) |
|---------------------------------|--|---------------------------------|--------------------------------|
| Kontroll | Kontroll | 1.05 | 7.09 |
| Amistar 1.0 | - | 1.88 | - |
| Amistar 0.6 | Amistar 0.4 | - | - |
| Amistar 0.6 + U-46M 2.0 | Amistar 0.4 + Kolfugo 1.5 | 0.72 | 1.39 |
| Amistar 0.6 + Bion 50g | Amistar 0.4 + Bion 30g | 1.77 | - |
| - | Tango 0.8 | 1.14 | 1.95 |
| Tango 0.6 | Tango 0.6 | 1.39 | 1.07 |
| - | Juwel 1.0 | 2.00 | - |
| Juwel 1.0 | - | 3.61 | - |
| Tango 0.6 | Juwel 0.8 | 7.09 | 1.62 |
| - | Kolfugo 1.5 | 1.23 | 1.51 |
| Falcon 0.6 | Falcon 0.6 | - | 0.88 |
| - | Falcon 0.8 | 1.88 | 0.83 |
| - | Alert 1.0 | 1.53 | 0.66 |
| Artea 0.4 + Bion 50g | Artea 0.4 + Bion 30g | 2.30 | 0.63 |
| Artea 0.5 | - | - | 0.76 |
| - | Artea 0.5 | 3.80 | 0.91 |

Table 1: The protocol of fungicide treatments and measured ergosterine content in two wheat varieties (*)
First treatment(1), Second treatment(2)

Nagyszámú gombaminta vizsgálata után francia kutatók alkalmasnak találták az ergoszterin mennyiségének mérésén alapuló penészbiomassza meghatározást gabonafélék minősítésére (Anonym, 1991). Ezen vizsgálatok eredményeképpen született meg a következő koncepció: amennyiben a minta ergoszterin tartalma 8 ppm alatt van a vizsgált cereáliában a minősítése „normal quality = normál”, ha pedig meghaladja a 12 ppm értéket, akkor „doubtful quality = kétséges” minősítést kap. Hazánkban ergoszterin mennyiségén alapuló mikrobiológiai minőségellenőrző szabvány még nincs, bár a vizsgálatok előfeltételeit és eredményeit tekintve véleményünk szerint kívánatos volna.

A vizsgált búzaminták (GK Miska, GK Sára) tenyészidőszakában a meteorológiai viszonyok – elsősorban a lehullott csapadék csekély mennyisége –

nem kedveztek a penészgombák elszaporodásának. A vizsgált búzaminták ergoszterin tartalma kivétel nélkül a kimutatási határ környékére esett. Az adatok alapján a vizsgált búzaminták penészszennyezettsége valamint *ergoszterin tartalma alacsony*, a francia szabvány alapján „normál” minősítést kapnának.

2.2. A mikrobiológiai vizsgálatok eredményei

Több búzafajta és két év (1999. és 2000.) eredményeit összesítjük az alábbiakban. A 2. táblázat a fajtajellemzéseket mutatja.

Az alábbi oszlop diagramokon az átláthatóság érdekében az adatokat évenkénti bontásban, annak figyelembe vételével tüntettük fel, hogy a vizsgálat a gabonaszem felületi vagy belső gombafertőzöttségére

irányult. Az 1-2. ábrák az eredményeket a fajták átlagában kifejezve szemléltetik.

A gombafajok megoszlását tekintve kiemelhetőek a nagy arányban megjelenő *Fusarium* és *Alternaria*, valamint a kisebb számban megfigyelhető, az „Egyéb” csoportba besorolt *Penicillium*, *Mucor*, *Aspergillus*, és *Trichoderma* fajok. Külön számoltuk azokat a magokat, amelyeken *Alternaria* és *Fusarium*

együtt fordult elő. Ezek az ábrákon „*Alt+Fus*” jelzést kaptak. A fertőzésmentes szemek százalékos arányát a „*Tiszta*” csoport jelöli. A diagramok vízszintes tengelyén a gombafajok százalékos megoszlását, míg a függőleges tengelyen az alkalmazott fungicidek szerepelnek a felületi fertőtlenítés nélküli és a felületileg fertőtlenített szemek esetén egyaránt.

2. táblázat

A vizsgált fajták agronómiai jellemzése

| | GK GARABOLY* | GK MISKA* | GK PETUR* | GK SÁRA* |
|----------------------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------------------|
| Minőség(1) | B1, B2 | A2, B1 | A2, B1 | B1, A2 |
| Fagytűrés(2) | Jó(12) | Jó(12) | Jó(12) | Jó(12) |
| Szárazságtűrés(3) | Jó- közepes(13) | Kiváló(14) | Jó(12) | Kiváló(14) |
| Kalásztípus(4) | Szálkás(15) | Tar(16) | Tar(16) | Tar(16) |
| Érésidő(5) | Korai(17) | Középerésű(18) | Középerésű(18) | Korai(17) |
| Magasság (cm)(6) | 90-95 | 80-90 | 80-90 | 80-90 |
| Fusarium ellenállóság(7) | Közepes(19) | Közepes(19) | Jó(12) | Közepes(19) |
| Herbicid érzékenység(8) | Nem érzékeny(20) | Nem érzékeny(20) | Nem érzékeny(20) | 2,4-D, isoproturon, dikamba |
| Állóképesség(9) | Jó(12) | Jó(12) | Kiváló(14) | Kiváló(14) |
| Vetésidő(10) | X. 05-20 | X. 05-20 | X. 10-30 | X. 05-20 |
| Csírászám db/m ² (11) | 550-600 | 550-600 | 500-600 | 550-600 |

Table 2: Agronomic characterization of the investigated strains (labelled by *)

Baking quality(1), Frost resistance(2), Drought tolerance(3), Head type(4), Earliness(5), Height(6), Resistance to scab(7), Herbicide sensitivity(8), Lodging resistance(9), Sowing date(10), Seed/m²(11), Good(12), Good-medium(13), Excellent(14), Awned(15), Awnless(16), Early(17), Medium early(18), Medium(19), Tolerant(20)

1. ábra: Fungicid állománykezelések hatása búzaszemek felületi gombafertőzöttségére 4 fajta átlagában (GK Garaboly, GK Miska, GK Petur, GK Sára)

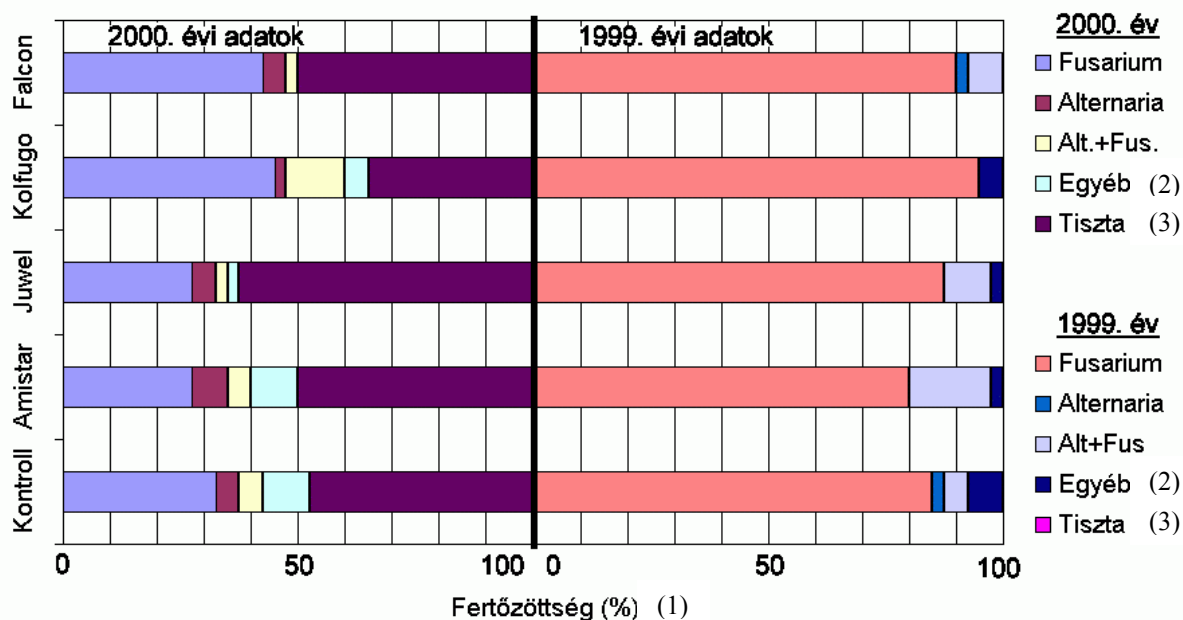


Figure 1: Peripheral fungal infections of fungicide treated cereals in average of 4 varieties (year 2000 and 1999) Infected in percent (%) (1), Else (2), Uncontaminated (3)

4 fajta átlagában, a 2000-es kezelések során alkalmazott fungicidek eredményességét ábrázolja a diagram (1. ábra, balra) a felületi mikroflóra vizsgálata során. A **Kontroll** csoport esetében a Fusarium 30%-ban, az Alternaria 5%-ban, Alternaria

+ Fusarium 5%-ban jelentek meg, az Egyéb fajok aránya 10%, a Tiszta szemek aránya 50%. Az **Amistar** alkalmazásakor a Fusarium fertőzöttség 25%-os volt, az Alternaria 7%-os fertőzöttséget mutatott. Az Alternaria + Fusarium 3%-ban volt

fertőzött. Az Egyéb fajok fertőzöttsége 10%, a Tiszta szemek aránya 55%. A **Juwel** fungicid alkalmazásakor a Fusarium 25%-ban, az Alternaria 5%-ban fertőzött. Az Alternaria + Fusarium 2%-ban, az Egyéb fajok 2%-ban jelentek meg a felületen. A Tiszta szemek aránya 66%-os. A **Kolfugo** esetében a Fusarium fertőzöttség 42%-os volt. Az Alternaria 2%-ban, az Alternaria + Fusarium 14%-ban jelent meg. Az Egyéb fajok 4%-ban fertőztek. A Tiszta szemek aránya 38%. A **Falcon** alkalmazásakor a Fusarium fertőzöttség 40%-os. Az Alternaria fajok 5%-ban, az Alternaria + Fusarium 2%-ban fertőztek. A Tiszta szemek aránya 53%-os. A Kontrollhoz viszonyítva az Amistar és a Juwel elnevezésű fungicidok voltak a leghatékonyabbak.

4 fajta átlagában, az 1999-es kezelésekben alkalmazott fungicidok eredményességét ábrázolja a diagram (1. ábra, jobbra) a felületi mikroflóra vizsgálata során. A **Kontroll** csoport esetében nem alkalmaztak fungicid kezelést, így a Fusarium

82%-ban, az Alternaria 2%-ban, Alternaria + Fusarium 6%-ban és az egyéb fajok 10%-ban jelentek meg. Az **Amistar** hatásosan csökkentette a Fusarium arányát, mert annak megjelenési aránya 78%-os, az Alternaria + Fusarium aránya 20% és az egyéb fajok 2%-ban jelentek meg. A **Juwel** alkalmazásakor a Fusarium 85%-ban, Alternaria + Fusarium 10%-ban és az egyéb fajok 5%-ban fertőzték a búzaszemet. A **Kolfugo** fungicid alkalmazásakor a Fusarium aránya 93%-os, az Egyéb fajoké 7%-os a szem felületén. A **Falcon** alkalmazásakor a Fusarium fertőzöttség 85% volt, míg az Alternaria fajok 2%-ban fertőztek és az Alternaria + Fusarium 10%-ban jelent meg. A neomagnollal nem kezelt szemekkel végzett kísérlet során azt tapasztaltuk, hogy a Kontrollhoz viszonyítva a Fusarium fertőzést az Amistar és a Juwel nevű fungicid csökkentette a leghatékonyabban.

2. ábra: Fungicid állománykezelések hatása búzaszemek belső gombafertőzöttségére 4 fajta átlagában (GK Garaboly, GK Miska, GK Petur, GK Sára)

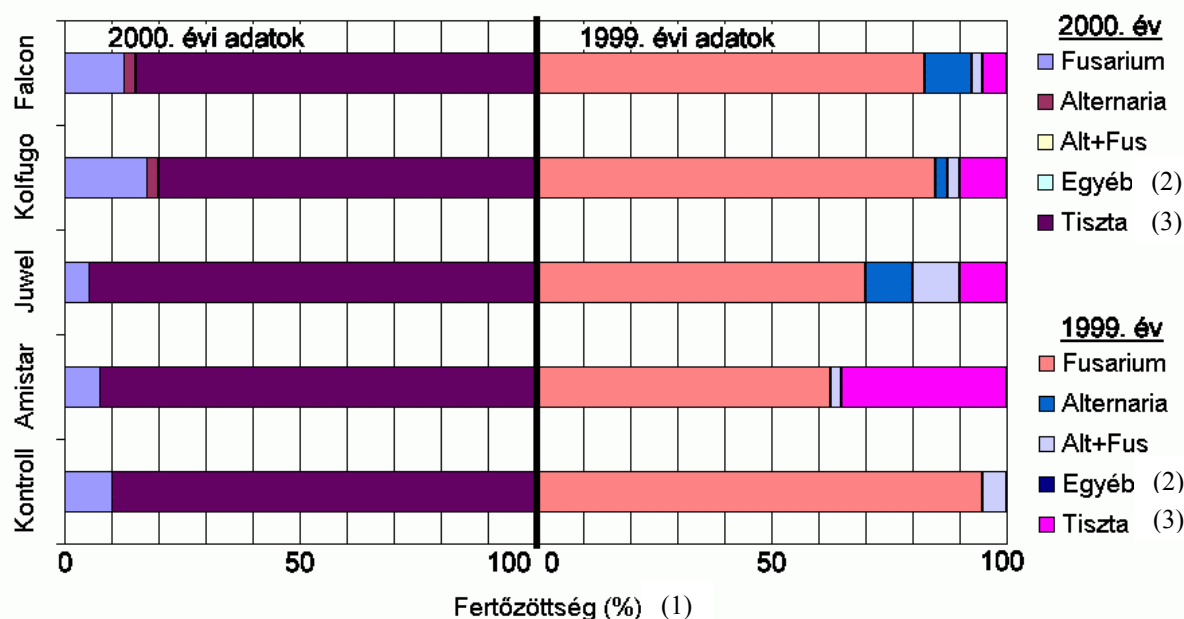


Figure 2: Internal fungal infections of fungicide treated cereals in average of 4 varieties (year 2000 and 1999) Infected in percent (%) (1), Else (2), Uncontaminated (3)

A 2. ábra baloldali diagramja a 2000-es év adatai alapján mutatja (neomagnolos kezelés után) a terméshalon belüli gombákat. A **Kontroll** esetében 8% a Fusarium és 92% a Tiszta szemek aránya. Az **Amistar** fungicid alkalmazásakor a Fusarium 6%-ban jelent meg. A Tiszta szemek aránya 94%. A **Juwel** esetében 4%-os Fusarium fertőzöttség mutatkozott. A Tiszta szemek aránya 96%. A **Kolfugo** alkalmazásakor 16%-os a Fusarium, 2%-os az Alternaria fertőzöttség. A Tiszta szemek aránya 82%. A **Falcon** esetében a Fusarium fertőzöttség 10%. Az Alternaria 2%-ban jelent meg. A Tiszta szemek aránya 88%. A kontrollhoz viszonyítva az Amistar és a Juwel volt a leghatékonyabb.

Az 1999-es évben neomagnollal felületileg fertőtlenített szemek esetében a terméshalon belüli gombák vizsgálati eredményeit mutatja a 2. ábra, jobboldala. A **Kontroll** csoport esetében a Fusarium fertőzöttség 92%-os, Alternaria + Fusarium 8%-os volt. Az **Amistar** esetében 60%-os volt a Fusarium fertőzöttség. Az Alternaria + Fusarium 2%-os arányban jelent meg. A Tiszta szemek 38%-ban jelentek meg. A **Juwel** fungicid alkalmazásakor a Fusarium 68%-ban jelent meg. Az Alternaria 11%-ban, az Alternaria + Fusarium 10%-ban fertőzött. A Tiszta szemek aránya 11%-os volt. **Kolfugo** alkalmazásakor a Fusarium 82%-os, az Alternaria 2%-os és az Alternaria + Fusarium is 2%-os

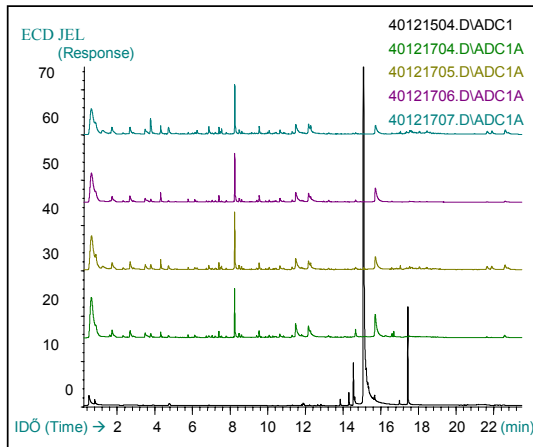
arányban jelent meg. A Tiszta szemek aránya 14%. A **Falcon** esetében a Fusarium 80%-ban, az Alternaria 10%-ban jelent meg. Az Alternaria + Fusarium 2%-ban fertőzött. A Tiszta szemek aránya 8%. A kontrollhoz hasonlítva a neomagnolos vizsgálat esetében az Amistar és a Juwel fungicidek voltak a leghatékonyabbak.

A különböző fajták és az egyes kezelések hatásmechanizmusát tekintve az eredményeket (itt nem részletezett módon varianciaanalízissel) elemezve nem mutathatók ki szignifikáns eltérések, de a két év meteorológiai különbségének tulajdoníthatóan (ami a csapadék mennyiségében tér el) erősen eltérő adatok adódnak. 50-50 elemi mintát vizsgálva, 1999-ben a fusariumos szemek száma 31 és 47 közé esett, amely érték 2000-ben 15 és 21 közötti darabszámra csökkent. A termesztés évét véve alapul a különbség 95%-os szinten szignifikáns.

2.3. Az alkalmazott, halogén-tartalmú fungicid maradványok vizsgálata gázkromatográfiával (GC)

Példákat mutatunk a 3. és 5. ábrán arra, hogy a halogénezett fungicidek elektronbefogási detektorral (ECD) kimutatható spektrumát az ismeretlen összetételű minták rögzített jeleire vetítettük az esetleges átfedések láttatására, adott komponens(ek) előfordulásának jelzésére.

3. ábra: TANGO komponensek vizsgálata ECD detektorral



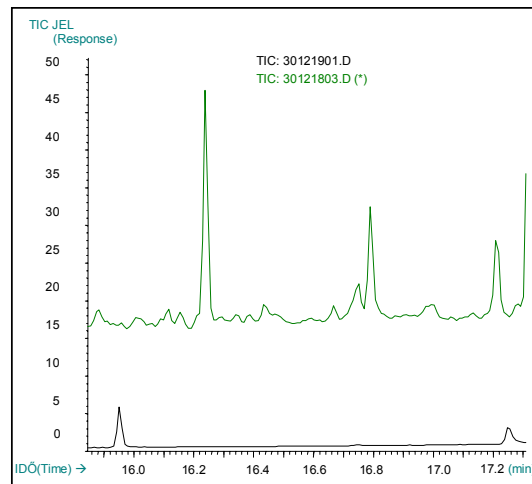
Jelmagyarázat (ECD-görbék alulról felfelé): Tango alapanyag, Tango kezelt GK-Sára liszt, illetve korpa és GK-Miska liszt, illetve korpa kivonatok.

Figure 3: ECD studies on Tango composition

(ECD curves from below, upwards): Tango base material, Tango treated GK-Sara flour and bran followed by GK-Miska flour and bran extracts.

A mintákat érintő GC-MS vizsgálatokra a GK-Sára liszt frakciókat választottuk, mivel ezeket már korábban is vizsgálták egyszerűbb módszerrel (Tanács és mtsai, 1997a, 1997b, 1997c, 1998). Példaként a JUWEL fungiciddel összefüggésben kapott teljes ion görbéket mutatunk (4. ábra). Hasonlóan negatív eredményeket adtak más (2000-ben alkalmazott) fungicidek is.

4. ábra: GC-MS teljes ion görbék



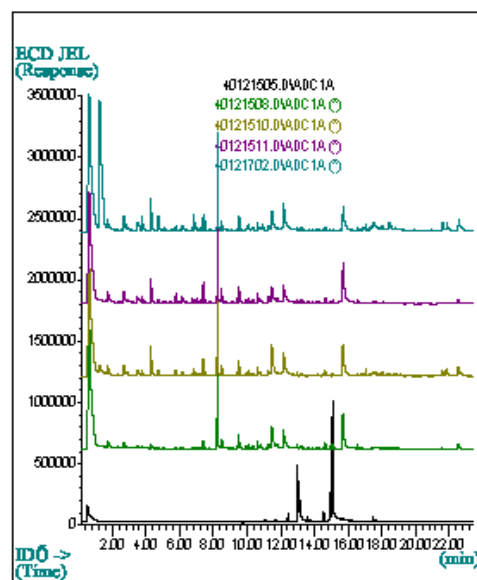
Jelmagyarázat: teljes ion görbék (TIC) a JUWEL alapanyag (alul) és a JUWEL kezelt GK-Sára liszt kivonat (felül) GC-MS vizsgálata során.

Figure 4: GC-MS total ion curves

Juwel base material (below), Juwel treated GK-Sara flour extract (on top).

Falcon kezelt kétféle búzának liszt és korpa frakcióit vizsgáltuk az 5. ábra szerint. Ellenőrzésképpen, nyomokban (fungiciddel eredetileg nem-kezelt) lisztet szennyeztünk Falconnal. A laboratóriumi mintákat a szabadföldiekkel azonos eljárásnak vetettük alá és vizsgáltuk. A szándékosan szennyezett lisztet extraktumából a jelzett fungicid egyértelműen kimutatható (6. ábra).

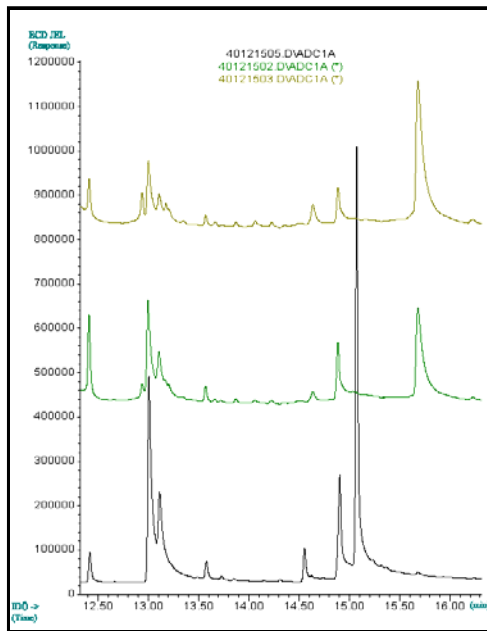
5. ábra: FALCON komponensek vizsgálata ECD detektorral(1)



Jelmagyarázat (ECD-görbék alulról felfelé): FALCON alapanyag, FALCON kezelt GK-Sára liszt, illetve korpa és GK-Miska liszt, illetve korpa kivonatok.

Figure 5: ECD studies on Falcon components

(curves from below): Falcon base material; Falcon treated GK-Sara flour and bran; Falcon treated GK-Miska flour and bran.



Jelmagyarázat: alul - Falcon (gyári kiszerelés), felül - nyomokban Falconnal (ellenőrzésképpen, szándékosan) szennyezett két különböző kontroll liszt kivonata.

Figure 6: ECD studies on Falcon components

(below): Falcon (factory original), (upper) two different flour samples, intentionally contaminated with a small amount of Falcon.

Azonos vizsgálatokat végeztünk ARTEA és ALERT fungicid kezelt mintákon is. Minden minta negatívnak adódott, egyetlen vizsgált mintában sem találtunk fungicideket. A tavaszi fungicid kezelések szermaradvány nyomai november végére már biztosan a kimutathatósági szint alá csökkennek.

Jelen munkát az FVM „Technológiai fejlesztési kutatások” témakörben támogatta (65-d3/2000).

- Anonym (1991): Francia szabadalom: Détermination de la teneur en ergostérol. NF V 18-112.
- Schnürer, J. (1993): Comparison of methods for estimating the biomass of three food-borne fungi with different growth patterns. *Appl. Environ. Microbiol.* 59. 552-555.
- Schnürer, J. (1995): Fungal identification techniques. *Proceedings from the workshop in Barcelona, 5 to 8 april 1995*
- Szabó, G.-Rigó, K.-Téren, J.-Varga, J. (2000): Predictive modelling of fungal contamination in plant products using microwave-assisted ergosterol extraction method. *3rd International Congress of Model IT. Belgium, Leuven Katholike University. 12-15 September 2000*
- Tanács L.-Matúz J.-Fehér L.-Gerő L.-Hampel Gy. (1999): Peszticid kezelések hatása az őszi búzák sütőipari tulajdonságaira és mikroflóra alakulására. *Agrárfoiskolák Szövetségének Tudományos Közleményei*, 20. 3. 82-97.
- Tanács L.-Szabó G.-Csatlós I.-Dankó S. (1997a): Fungiciddel kezelt őszi búza szermaradvány-vizsgálata. *Növénytermelés*, 46. 4. 383-399.
- Tanács, L.-Csatlós, I.-Matúz, J. (1997b): Study of fungicide residues in the grain of fungicide-treated wheats. I. Cyproconazole- and carbendazime-based fungicides. *Cereal Research Communications*, 25. 4. 993-1000.
- Tanács, L.-Matúz, J.-Csatlós, I.-Gerő, L. (1998): Study of fungicide residues in the grain of fungicide-treated wheats. III. Flusilazole, cabendazime, tebuconazole and triadimefon-based fungicides. *Cereal Research Communications*, 26. 3. 329-336.
- Tanács, L.-Szabó, G.-Csatlós, I.-Matúz, J. (1997c): Study of fungicide residues in the grain of fungicide-treated wheats. II. Propiconazole- and bromuconazole-based fungicides. *Cereal Research Communications*, 25. 4. 1001-1006.
- Young, C. J. (1995): Microwave-assisted extraction of the fungal metabolit ergosterol and total fatty acids. *J. Agric. Food Chem.* 43. 2904-2910.