



ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФЛАТОКСИНА М₁ В МОЛОКЕ И КИСЛОМОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ

Методика М 04-14-2005

Издание 2010 г.

ВВЕДЕНИЕ

Афлатоксин М₁ является метаболитом афлатоксина В₁ – продукта жизнедеятельности микроскопических грибов *Aspergillus*, который в естественных условиях загрязняет зерновые, бобовые и другие пищевые продукты и способен в организме животных превращаться в афлатоксин М₁. Как и его предшественник, этот токсин уже при низких концентрациях представляет серьезную угрозу для здоровья животных и человека. Используя свой многолетний опыт в создании методического обеспечения, Группа компаний «ЛЮМЭКС» предлагает «Методику выполнения измерения массовой доли афлатоксина М₁ в пробах молока и кисломолочных продуктов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием анализатора жидкости «ФЛЮОРАТ®-02» в качестве флуориметрического детектора».

Постановлением Правительства РФ от 15.12.2008 № 955 методика внесена в список **Правил и методов исследований (испытаний) и измерений, в том числе правил отбора образцов, необходимых для применения и исполнения Федерального закона «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».**

В новой редакции методики (издание 2010 г.) наряду с ранее разработанным методом количественного определения афлатоксина М₁ предлагается переводить его в интенсивно флуоресцирующее производное, что существенно снижает минимально определяемую концентрацию микотоксина и ведет к повышению чувствительности и надежности количественного определения в пробах с низким содержанием афлатоксина М₁. Кроме того, существенно расширен список объектов анализа: предложена схема подготовки проб для продуктов с высоким содержанием жира.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод определения массовой доли афлатоксина М₁ в молоке и продуктах его переработки основан на последовательном проведении следующих операций:

- экстракции афлатоксина М₁ из образца;
- очистке экстракта методом твердофазной экстракции (ТФЭ) с использованием патрона «Диапак® С»;
- переводе афлатоксина М₁ в интенсивно флуоресцирующее соединение обработкой трифторуксусной кислотой и определении массовой доли афлатоксина М₁ в форме его производного методом обращенно-фазовой хроматографии с флуориметрическим детектированием.

Ориентировочное время пробоподготовки – 1 час.

Время хроматографического анализа – 15 мин.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазон измеряемых массовых долей афлатоксина М₁ составляет **0,2–5 мкг/кг.**

Масса анализируемой навески пробы – **5–25 г.**

В Российской Федерации, в соответствии с СанПиН 2.3.2.1078-01, допустимый уровень содержания афлатоксина М₁ в молоке и молочных продуктах составляет не более **0,5 мкг/кг.**

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

При выполнении измерений применяются следующие оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» с флуориметрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом, например, «Кромасил® С18»;
- лабораторный вакуумный насос (мембранный или водоструйный);
- устройство для перемешивания проб;
- устройство для удаления растворителя;
- концентрирующие патроны «Диапак® С»;
- центрифуга лабораторная;
- СО состава раствора афлатоксина М₁ в ацетонитриле;
- натрия хлорид, х.ч.;
- натрия сульфат, безводный, х.ч.;
- ацетон, х.ч.;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ос.ч.;
- гексан, ч.д.а.;
- изопропанол (ИПС), ч.д.а.;
- хлороформ, ч.д.а.;
- кислота лимонная, 1-водная, ос.ч.;
- кислота трифторуксусная, имп.

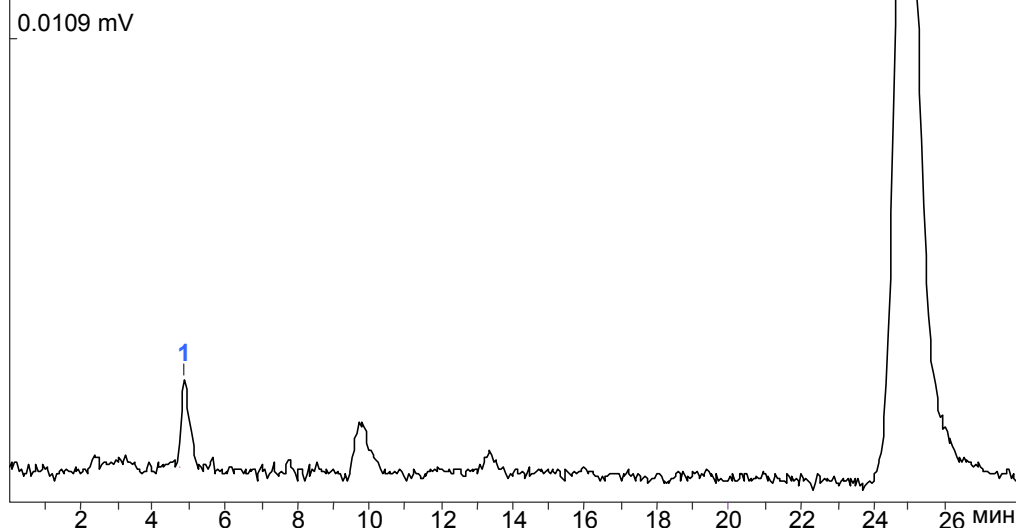


Сбор, обработку и вывод данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой «Windows® 98/ME/NT/2000/XP», на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows®».

ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

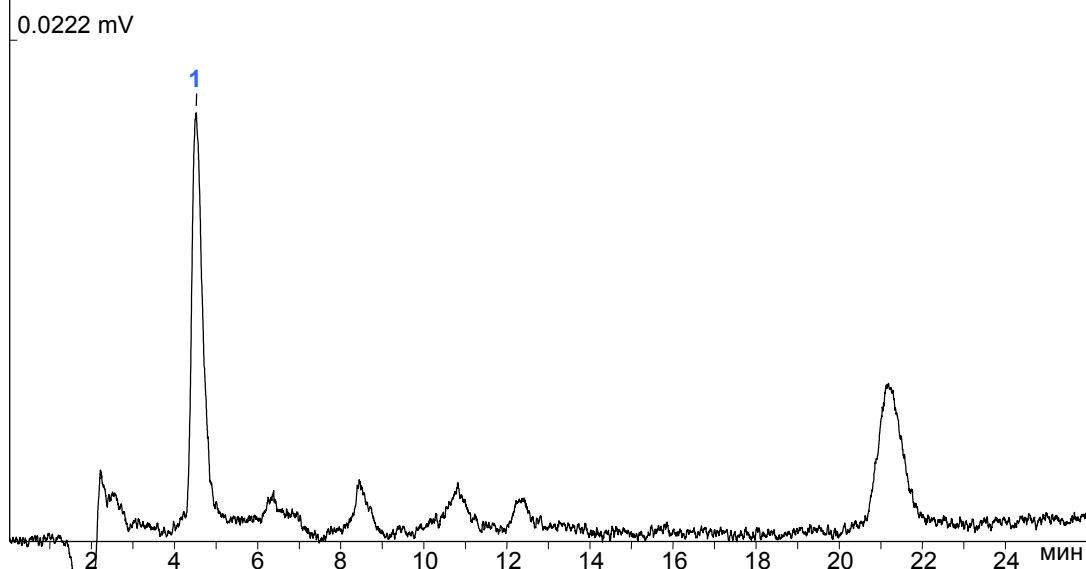
Проба: сертифицированный стандартный образец «Молоко сухое», заявленное содержание афлатоксина М₁ – 0,693 мкг/кг

Найдено: 1 – афлатоксин М₁ (0,691 мкг/кг)



Проба: кефир с добавкой афлатоксина М₁ (0,80 мкг/кг)

Найдено: 1 – афлатоксин М₁ (0,72 мкг/кг)



УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (150x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил / ИПС / вода (6:9:85), 150 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Детектирование: флуориметрическое

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику методики – Группе компаний «ЛЮМЭКС».

Центральный офис «ЛЮМЭКС»: 192029, г. Санкт-Петербург, пр. Обуховской обороны, 70, корп. 2.
Тел. (812) 718-53-90 Факс: (812) 718-68-65 E-mail: methodists@lumex.ru

Почтовый адрес: 190000, г. Санкт-Петербург, BOX 1234