

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФЛАТОКСИНА В₁ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЫРЬЕ И КОМБИКОРМАХ

Методика М 04-32-2004

ГОСТ 33780-2016

(Издание 2017 г.)

(ФР.1.31.2017.27025)

ВВЕДЕНИЕ

Афлатоксины – продукты жизнедеятельности микроскопических грибов *Aspergillus* – в естественных условиях загрязняют зерновые, бобовые и другие пищевые продукты и уже при низких концентрациях представляют серьезную угрозу для здоровья животных и человека. Поэтому задача точного и быстрого количественного определения афлатоксинов является крайне актуальной для пищевого и ветеринарного контроля. Используя свой богатый опыт в создании методического обеспечения, Группа компаний «ЛЮМЭКС» разработала методику «Продукты пищевые и продовольственное сырье, БАД, комбикорма и сырье для их производства. Методика измерений массовой доли афлатоксина В₁ методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа "ЛЮМАХРОМ®"». При необходимости возможно качественное и количественное определение афлатоксинов В₂, G₁ и G₂.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

В зависимости от объекта анализа и предполагаемого содержания афлатоксина В₁, устанавливаются две схемы подготовки пробы.

Схема А основана на экстракции афлатоксина В₁ из образца водно-ацетонитрильной смесью, очистке экстракта на колонке с оксидом алюминия, переводе афлатоксина В₁ в интенсивно флуоресцирующее соединение обработкой трифторуксусной кислотой.

Схема Б основана на экстракции афлатоксина В₁ из образца водно-ацетоновой смесью, очистке полученного экстракта жидкостно-жидкостной экстракцией и с использованием колоночной хроматографии на силикагеле, переводе афлатоксина В₁ в интенсивно флуоресцирующее соединение обработкой трифторуксусной кислотой. Схема пригодна для анализа готовых продуктов детского и диетического питания, а также продовольственного сырья для их производства. Схема не распространяется на чай, какао, шоколад.

Разделение, идентификация и определение массовой доли афлатоксина В₁ в форме производного проводят методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием.

Ориентировочное время пробоподготовки – 1 час.

Время хроматографического анализа – 20 минут.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазон измеряемых значений массовой доли афлатоксина В₁ при массе анализируемой навески пробы 5 г составляет 0,0002 – 0,05 млн⁻¹.

Диапазон измеряемых значений массовой доли афлатоксина В₁ при массе анализируемой навески пробы 25 г составляет 0,00007 – 0,05 млн⁻¹.

| | Допустимые уровни (ТР ТС 021/2011 и ТР ТС 015/2011), млн ⁻¹ (мг/кг), не более |
|---|--|
| Пищевые продукты | 0,005 |
| Продовольственное сырье для детского питания, готовые продукты детского и диетического питания | 0,00015 |
| Зерно зернобобовые и масличные культуры для кормовых целей | 0,02 |

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» с флуориметрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом, например, «Alltima® C18», «Кромасил® C18»;
- СО состава раствора афлатоксина В₁ в ацетонитриле (напр., СОП 0004-97);



- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ос.ч.;
- изопропанол (ИПС), х.ч.;
- гексан, х.ч.;
- кислота трифторуксусная, имп.;

пробоподготовка по схеме А

- натрия карбонат, 10-водный, ч.д.а.;
- оксид алюминия для хроматографии, нейтральный или щелочной, с размером частиц 50–100 мкм;

пробоподготовка по схеме Б

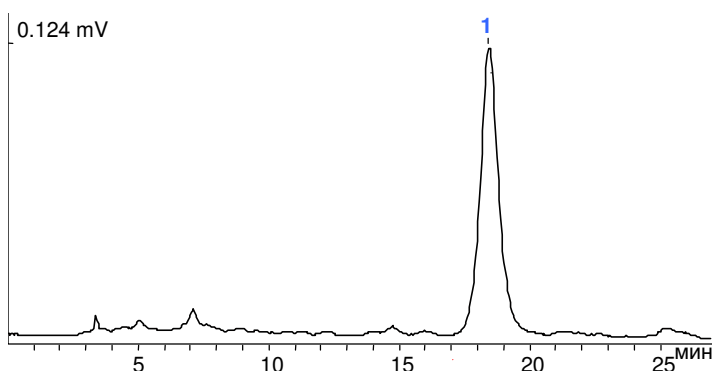
- силикагель для колоночной хроматографии, с размером частиц 100–200 мкм;
- ацетон, х.ч.;
- хлороформ, х.ч.;
- эфир диэтиловый, ч.;
- свинца ацетат, 3-водный, ч.д.а.;
- натрия сульфат безводный х.ч.

Сбор, обработку и вывод данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой «Windows® 2000/XP/7», на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows®».

ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

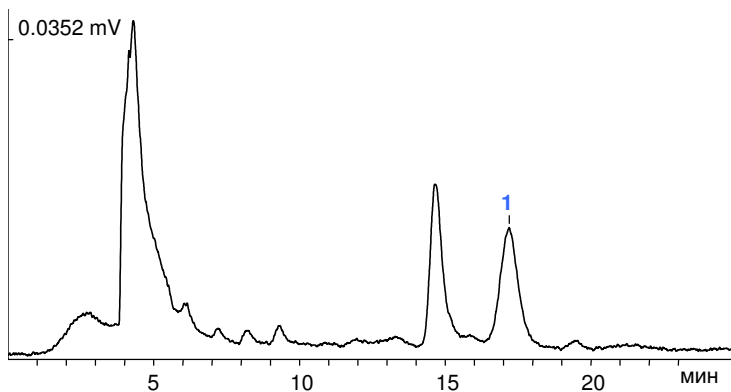
Проба: сертифицированный стандартный образец «корм для животных» (заявленное содержание 0,0138 млн⁻¹)

Найдено: 1 – афлатоксин В₁ (0,014 млн⁻¹), пробоподготовка по схеме Б



Проба: сертифицированный стандартный образец «кукуруза» (заявленное содержание 0,0055 млн⁻¹)

Найдено: 1 – афлатоксин В₁ (0,0051 млн⁻¹) пробоподготовка по схеме А



УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Элюент: ацетонитрил / ИПС / вода (6:9:85), 100 мкл/мин

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

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, д. 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.