



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АФЛАТОКСИНА В<sub>1</sub> В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЫРЬЕ И КОМБИКОРМАХ

Методика М 04-32-2004

(Издание 2017 г.)  
(ФР.1.31.2017.27025)

ГОСТ 33780-2016

СТ РК 2358-2013

### 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 «ЛЮМЭК» разработала методику «Продукты пищевые и продовольственное сырье, БАД, комбикорма и сырье для их производства. Методика измерений массовой доли афлатоксина В<sub>1</sub> методом ВЭЖХ с флуориметрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа "ЛЮМАХРОМ®"».

На основе методики «ЛЮМЭК» разработаны и введены в действие: ГОСТ 33780-2016 «Продукты пищевые, корма, комбикорма. Определение содержания афлатоксина В<sub>1</sub> методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением очистки на оксиде алюминия»; СТ РК 2358-2013 «Продукты пищевые, продовольственное сырье, комбикорма и сырье для их производства. Определение содержания афлатоксина В<sub>1</sub> методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием».

Методика М 04-32-2004 и ГОСТ 33780-2016 включены в перечень стандартов технического регламента ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции».

### МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

В зависимости от объекта анализа и предполагаемого содержания афлатоксина В<sub>1</sub>, устанавливаются две схемы подготовки пробы.

**Схема А** основана на экстракции афлатоксина В<sub>1</sub> из образца водно-ацетонитрильной смесью, очистке экстракта на колонке с оксидом алюминия, переводе афлатоксина В<sub>1</sub> в интенсивно флуоресцирующее соединение обработкой трифторуксусной кислотой.

**Схема Б** основана на экстракции афлатоксина В<sub>1</sub> из образца водно-ацетоновой смесью, очистке полученного экстракта жидкостно-жидкостной экстракцией и с использованием колоночной хроматографии на силикагеле, переводе афлатоксина В<sub>1</sub> 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 В<sub>1</sub> 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 В<sub>1</sub> при массе анализируемой навески пробы 5 г составляет 0,0002 – 0,05 млн<sup>-1</sup>.

Диапазон измеряемых значений массовой доли афлатоксина В<sub>1</sub> при массе анализируемой навески пробы 25 г составляет 0,00007 – 0,05 млн<sup>-1</sup>.

Группа продуктов	Допустимые уровни афлатоксина В <sub>1</sub> (ТР ТС 021/2011 и ТР ТС 015/2011), млн <sup>-1</sup> (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;
- СО состава раствора афлатоксина В<sub>1</sub> 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**

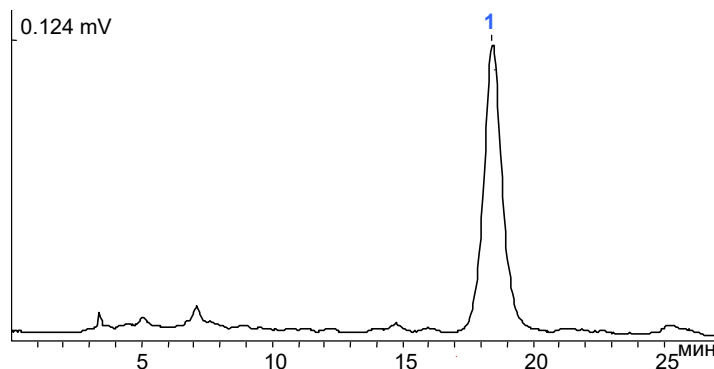
- силикагель для колоночной хроматографии, с размером частиц 100–200 мкм;
- ацетон, х.ч.;
- хлороформ, х.ч.;
- эфир диэтиловый, ч.;
- свинца ацетат, 3-водный, ч.д.а.;
- натрия сульфат безводный х.ч.

Сбор, обработку и вывод данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже «Windows® 7/8/10», на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows®».

## ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

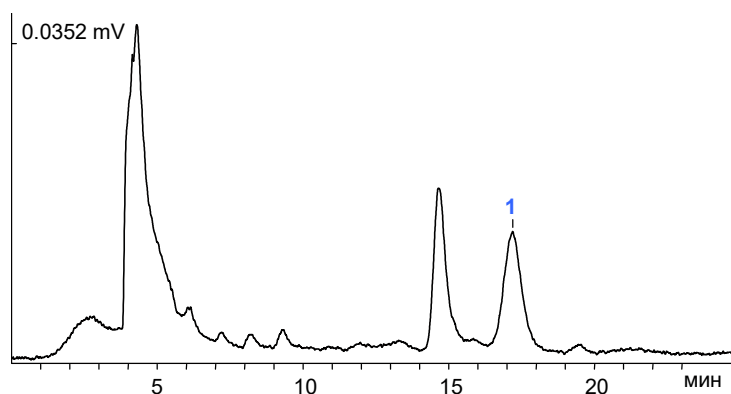
**Проба:** сертифицированный стандартный образец «корм для животных»  
(заявленное содержание 0,0138 млн<sup>-1</sup>)

**Найдено:** 1 – афлатоксин В<sub>1</sub>  
(0,014 млн<sup>-1</sup>),  
пробоподготовка по схеме Б



**Проба:** сертифицированный стандартный образец «кукуруза»  
(заявленное содержание 0,0055 млн<sup>-1</sup>)

**Найдено:** 1 – афлатоксин В<sub>1</sub>  
(0,0051 млн<sup>-1</sup>),  
пробоподготовка по схеме А



## УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

**Элюент:** ацетонитрил /вода (23/77), 150 мкл/мин

**Колонка:** «Alltima® C18» (150x2,1 мм, 5 мкм)

**Объем дозируемой пробы:** 10 мкл

**Детектирование:** флуориметрическое