



Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 4 «Комбикорма, БВД, премиксы», АООТ «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АООТ «ВНИИКП»)

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 25 декабря 1997 г. № 426

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

**КОМБИКОРМА, ЗЕРНО, ПРОДУКТЫ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ****Метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина)**

Compound feeds, grain and grain by-products.  
Method for determination of desoxinivalenol (vomitoxin) content

Дата введения 1998—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на зерно (пшеницу, кукурузу, ячмень, овес), продукты его переработки (муку, крупу, отруби и др.), комбикорма и устанавливает метод определения содержания дезоксиниваленола (вомитоксина) с использованием жидкостного хроматографа «Милихром».

Сущность метода заключается в экстракции дезоксиниваленола (вомитоксина) из испытуемой пробы смесью ацетонитрила с водой, очистке экстракта на двух последовательных колонках с активированным углем и количественном определении дезоксиниваленола (вомитоксина) с помощью жидкостного хроматографа «Милихром» со спектрофотометрическим детектором на ультрафиолетовую область (далее с УФ-детектором) в двухволновом режиме.

Пределы определения в пробе — 0,2—4,0 мг/кг, в растворе — 1—20 нг/мкдм<sup>3</sup>.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 13496.0—80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3—83 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26312.1—84 Крупа. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 27668—88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

**3 Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г по ГОСТ 24104.

Мельница лабораторная электрическая типа ЭМ-3А, обеспечивающая измельчение пробы до прохода без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С, обеспечивающий частоту встряхивания 200 колебаний в минуту.

Хроматограф жидкостный «Миличром» с УФ-детектором со спектральным диапазоном 190—360 нм, обеспечивающий одновременное измерение на не менее двух длинах волн, уровень шумов не более  $10^{-4}$  единиц оптической плотности (е. о. п.).

Спектрофотометр типа СФ-26, СФ-46 со спектральным диапазоном 186—1100 нм, основная погрешность измерений коэффициента пропускания не более 1 %, градуировки длин волн в УФ области — не более 0,1 нм.

Колонка аналитическая хроматографическая для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) размером  $80 \times 2$  мм, заполненная сорбентом диабонд С 16 с эффективностью не ниже 5000 теоретических тарелок (далее — т. т.).

Колонки хроматографические для жидкостной хроматографии (ЖХ) размером  $100 \times 5$  мм с оттянутым концом и шарообразной верхней частью вместимостью  $25 \text{ см}^3$ .

Баллон с азотом.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Испаритель ротационный марки ИР-2М или насос водоструйный.

Колбы мерные 1 (2)-25 (50, 100) — 2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1 (3)-25 (100, 250) по ГОСТ 1770.

Колбы 0-25 (50) -14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки типа П1 по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-1-2-0,5 (1, 2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Колбы плоскодонные конические с притертыми стеклянными или полиэтиленовыми пробками вместимостью  $500 \text{ см}^3$ .

Склянки из темного стекла с притертыми пробками.

Уголь активированный марки ФАС размером частиц от 0,08 до 0,10 мм по НД [1].

Фильтры бумажные обеззоленные марки ФОМ по НД [2].

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Метанол - яд по ГОСТ 6995.

Ацетонитрил для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5 % (оптическая плотность ацетонитрила при длине волны 210 нм относительно воды должна быть не более 0,3 е. о. п.)

Дезоксиниваленол (вомитоксин) кристаллический массовой долей основного вещества не менее 90 %.

Вода бидистиллированная электрическим сопротивлением не менее 12 МОм.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

#### 4 Подготовка к испытанию

4.1. Отбор проб по ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 26312.1, ГОСТ 27668.

Масса средней пробы исследуемого продукта должна быть не менее 2 кг.

4.2 Подготовка пробы к испытанию

Из средней пробы исследуемого продукта методом квартования выделяют часть пробы массой не менее 100 г и измельчают на лабораторной мельнице до такого состояния, чтобы она проходила без остатка через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Выделенную часть размолотой пробы тщательно перемешивают.

Выделенную часть пробы муки используют для анализа без предварительного размалывания.

4.3 Приготовление элюирующих растворов

Приготавливают смеси ацетонитрила и воды в объемных соотношениях: 0,05 : 1; 0,125 : 1; 0,5 : 1; 1 : 1.

4.4 Приготовление исходного раствора дезоксиниваленола (вомитоксина)

Навеску кристаллического дезоксиниваленола (вомитоксина) массой  $(10 \pm 0,01)$  мг помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем раствора бидистиллированной водой до метки.

Для определения массовой концентрации дезоксиниваленола (вомитоксина) в исходном растворе  $3 \text{ см}^3$  исходного раствора переносят в пробирку. Растворитель испаряют в токе азота или при вакууме с помощью водоструйного насоса при нагревании не выше  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  досуха. К остатку добавляют  $3 \text{ см}^3$  метилового спирта и измеряют оптическую плотность полученного раствора на