مجلة جامعة طرطوس للبحوث والدراسات العلمية_ سلسلة العلوم الأساسية المجلد (٥) العدد (٢) 2021
Tartous University Journal for Research and Scientific Studies- basic Sciences Series Vol. (5) No. (2) 2021

# تعيين الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$) في بذور السمسم وذرة البوشار باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء

د.محمد حسان الكردي*

د.هاجر ناصر**

تغريد راهب***

(تاريخ الإيداع ٨ / ٤ / ٢٠٢١ . قُبل للنشر ٢ / ٦ / ٢٠٢١)

**الملخّص**

تناولت هذه الدراسة تحديد تراكيز الأفلاتوكسينات في (90) عينة جُمعت من أسواق مدينة اللاذقية – سورية، (60) عينة بذور سمسم و (30) عينة ذرة بوشار. تمّ تطبيق إجراءات استخلاص وتنقية الأفلاتوكسينات على العينات ومن ثمّ تحديدها كمياً بتقانة الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC–FLD متبوعاً بالاشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية.

بيّنت النتائج وجود الأفلاتوكسينات (على شكل مجموع) في (85.0)% من عينات بذور السمسم، و(38.33)% حاوية على الأفلاتوكسين $B_1$، أما الأفلاتوكسين $B_2$ فكانت نسبته (68.33)% في حين كانت نسبة الأفلاتوكسين $G_1$ هي (70.0)%، ولا يوجد أي عينة ملوثة بالأفلاتوكسين $G_2$. كما بيّنت النتائج وجود الأفلاتوكسينات (على شكل مجموع) في (76.67)% من عينات ذرة البوشار، و(30.0)% حاوية على الأفلاتوكسين $B_1$، أما الأفلاتوكسين $B_2$ فكانت نسبته (20.0)% في حين كانت نسبة الأفلاتوكسين $G_1$ هي (36.67)%، وكانت نسبة الأفلاتوكسين $G_2$ تساوي (26.67)%.

قُورنت النتائج مع المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 فكان (10.0)% من عينات بذور السمسم الحاوية على مجموع الأفلاتوكسينات أعلى من الحد الأقصى المسموح به للمجموع وهو (Aft=15.0 µg/Kg) بينما كانت نسبة (13.33)% حاوية على الأفلاتوكسين $B_1$ بشكل أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو ($AFB_1$=5.0 µg/Kg). كما قُورنت نتائج ذرة البوشار مع المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 فكان (26.67)% حاوية على مجموع الأفلاتوكسينات أعلى من الحد الأقصى المسموح به للمجموع وهو (Aft=4.0 µg/Kg) بينما كانت نسبة (20.0)% حاوية على الأفلاتوكسين $B_1$ بشكل أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو ($AFB_1$=2.0 µg/Kg).

بيّنت نتائج الدراسة أهمية المراقبة الدورية لتراكيز الأفلاتوكسينات في بذور السمسم وذرة البوشار المتوفرة في الأسواق المحلية وغيرها للوصول إلى مدى التلوث الحاصل بالأفلاتوكسينات.

**كلمات مفتاحية:** الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$)، بذور السمسم، ذرة البوشار، الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء، عمود جذب مناعي (IAC)، الاشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية.

(1) أستاذ دكتور، قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة دمشق.

(2) أستاذ دكتور، قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة تشرين.

(3) طالبة دكتوراه، قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة دمشق.

مجلة جامعة طرطوس للبحوث والدراسات العلمية_ سلسلة العلوم الأساسية المجلد (٥) العدد (٢) 2021
Tartous University Journal for Research and Scientific Studies- basic Sciences Series Vol. (5) No. (2) 2021

# Determination of Aflatoxins ($B_1$, $B_2$, $G_1$ and $G_2$) in Sesame seeds and Popcorn using high-performance liquid chromatography HPLC-FLD

**Mohamad Al-kurdi***
**Hagar Nasser****
**Tagreed Raheb*****

**(Received 8 / 4 / 2021 . Accepted 2 / 6 / 2021 )**

**Abstract**

This study dealt with determining the concentrations of aflatoxins in (90) samples collected from the markets of Lattakia city - Syria, (60) samples of sesame seeds and (30) samples of popcorn. Extraction and purification procedures for aflatoxins were applied to the samples and then quantified with HPLC-FLD method after post-column photochemical cell derivatization.

The results showed the presence of aflatoxins (Aft) in (85.0)% of the sesame seed samples, and (38.33)% containing aflatoxin $B_1$, while aflatoxin $B_2$ was (68.33)%, while the percentage of aflatoxin $G_1$ was (70.0)%, There was no sample contaminated with aflatoxin $G_2$. The results also showed the presence of aflatoxins (as a total) in (76.67)% of the popcorn corn samples, and (30.0)% containing aflatoxin $B_1$, while aflatoxin $B_2$ was (20.0)%, while the percentage of aflatoxin $G_1$ was (36.67)%. And the percentage of aflatoxin $G_2$ was (26.67)%.

The results were compared with Syrian National standard (SNS 2680:2008), (10.0)% of the sesame seed samples were contaminated with total aflatoxins above than the maximum tolerable limit Syrian Arab Organization for standardization and Metrology (SASMO) (Aft = 15.0 µg/kg), while the ratio (13.33)% contained aflatoxin $B_1$ Above the maximum tolerable limit ($AFB_1$ = 5.0 µg/Kg). The results of popcorn were also compared with the Syrian National standard (SNS 2680:2008), so (26.67)% containing aflatoxins was above than the maximum tolerable limit (Aft = 4.0 µg/kg), while the ratio (20.0)% contained aflatoxin $B_1$ Above the maximum tolerable limit ($AFB_1$ = 2.0 µg/Kg).

The results of the study showed the importance of periodically monitoring of the concentrations of aflatoxins in the sesame seeds and popcorn corn available in the local markets and others, in order to determine the extent of aflatoxins contamination.

**Keywords:** Aflatoxins, $AFB_1$, $AFB_2$, $AFG_1$, $AFG_2$, Sesame Seeds, Popcorn, HPLC-FLD, Immunoaffinity column (IAC), photochemical derivatization.

* Professor, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, Damascus University.
**Professor, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, Tishreen University.
***Ph. D. Student, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, Damascus University.

## 1- مقدمة:

تمّ تسجيل حوادث عدة بالتسمم الأفلاتوكسيني في تاريخ البشرية، من أهمها التي ظهرت غرب الهند عام 1974 بوفاة 106 حالات من السكان الأصليين الذين كان طعامهم الأساسي هو الذرة، وحادثة كينيا الريفية عام 2004 التي أودت بحياة 125 شخص من السكان الأصليين والتي كان السبب الذرة المزروعة محلياً ملوثة بالأفلاتوكسين [3-1]. بعيداً عن الذرة، لقد تمّ الإبلاغ عن الأفلاتوكسين في الفول السوداني والأرز والخبز واللحوم المطبوخة والذرة البيضاء والشعير [6-4]، وحليب الأم كدليل لتعرض الأم للأفلاتوكسين $B_1$ ($AFB_1$) [7,8].

توصف الأفلاتوكسينات بأنها منتجات أيض ثانوية تنتجها بعض الفطريات مثل: *A. flavus, A. parasiticus, A. nomious, A. tamarii* and *A. ochraceoroseus* [22-9]. ويُعدّ $AFB_1$ الأكثر أهمية من حيث الوجود والسمية، من بين الأنواع الفرعية الأربعة للأفلاتوكسينات [23]. ارتبطت الأفلاتوكسينات بالآثار الصحية بما في ذلك سرطان وأمراض الكبد والكلى والتثبيط المناعي وضعف النمو [27-24].

يساعد معدل درجات الحرارة في المناطق الاستوائية وشبه الاستوائية جنباً إلى جنب مع الرطوبة النسبية التي تزيد عن 70% بشكل كبير غلى نمو العفن، كما يمكن أن يحدث التلوث بالأفلاتوكسين أثناء نمو المحصول عندما يُتلف المحصول (على سبيل المثال، بواسطة الحشرات) أو يتعرض للإجهاد بسبب الحرارة والجفاف وبعد النضج عندما يتعرض المحصول لرطوبة عالية ودرجة حرارة عالية إما قبل الحصاد أو أثناء التخزين [28].

ينتشر تلوث المنتجات الغذائية بالأفلاتوكسينات، خاصة في البلدان النامية الواقعة في المناطق الحارة والرطبة، ووفقًا لمنظمة الأغذية والزراعة (FAO)، تتأثر 25% من المنتجات الغذائية في العالم بالسموم الفطرية، ومعظمها من الأفلاتوكسينات [29,30]. تحدث الأفلاتوكسينات $B_1$ و$B_2$ و$G_1$ و$G_2$ بشكل طبيعي عندما تصيب هذه الفطريات المنتجات الغذائية بما في ذلك الأرز والفول السوداني والذرة والتوابل [11]. قد تغزو هذه الأعفان المحاصيل الحقلية أو تنمو على الأغذية عند تخزينها بتوفر الظروف الملائمة من رطوبة ودرجات حرارة [31]. يتم إنتاج الأفلاتوكسينات من النوع B بواسطة *A. flavus* ، بينما تنتج *A. parasiticus* كلا النوعين B وG [32]. تشير الأحرف B و G إلى الفلورة الزرقاء والخضراء المنبعثة عندما تتعرض المركبات للأشعة فوق البنفسجية [33]. تم تصنيف الأفلاتوكسينات من قبل الوكالة الدولية لبحوث السرطان (IARC) كمواد مسرطنة من المجموعة (1) [34] ويعدّ الأفلاتوكسين $B_1$، الأكثر شيوعًا، وأكثر المواد المسرطنة فاعلية [12]. يزيد التعرض للأفلاتوكسينات من خطر الإصابة بسرطان الكبد، وإذا كان التعرض مرتفعًا، فقد يؤدي إلى التسمم الحاد والوفاة [29]. من بين السموم الفطرية المختلفة، كانت الأفلاتوكسينات $B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$ موضوع هذا البحث لأنها مركبات مسرطنة قوية ولها العديد من الآثار السلبية على المستهلكين [35,36]. لاسيما الكبد؛ هو العضو المستهدف الرئيس للأفلاتوكسينات. بعد إصابة الأفلاتوكسين للكبد، تدخل الدهون إلى خلايا الكبد مؤدية إلى نخر أو موت خلايا الكبد [37]. حيث تتفاعل مستقلبات الأفلاتوكسين مع بروتينات الخلية المختلفة، مما يؤدي إلى تثبيط الكربوهيدرات المستقلبة واصطناع البروتين [38].

يُعدّ السمسم أحد البذور الزيتية الذي يحتوي على أحماض أوميغا 3 الدهنية والزيوت الأساسية بالإضافة إلى مضادات الأكسدة الطبيعية وكمكمل غذائي، حيث أن استهلاك 40 غ يومياً يُخفض الكوليسترول الكلي في الدسم وكوليسترول الدم من تصلب الشرايين [39,40]، كما أن زيت السمسم يخفف من السعال عند الأطفال [41].

تتعرض بذور السمسم لخطر التلوث أثناء التخزين بالسموم الفطرية وبشكل خاص الأفلاتوكسينات، والتي يتم إنتاجها عند تخزين البذور في ظروف مواتية لنمو هذه الفطريات. ويُعدّ تلوث بذور السمسم مصدر قلق كبير للصحة العامة والتجارة [3]. تُعدّ الذرة الصفراء واحدة من أهم ثلاثة محاصيل زراعية واسعة الانتشار في العالم إذ تؤلف (78)% من التغذية الحيوانية و (13)% من التغذية البشرية [42]، ويُعدّ تلوثها بالسموم الفطرية (Mycotoxins) من العوامل المؤثرة على نوعية المحصول وبالتالي يؤثر على مدى صلاحيته للتغذية البشرية أو الحيوانية وما يتعلق بذلك من انخفاض القيمة الغذائية لمحصول الذرة وما يسببه من خسائر اقتصادية كبيرة في المحصول، ومن أهم السموم المرافقة لمثل هذه المشاكل في هذا المحصول هي سموم الأفلاتوكسينات Aflatoxins [43]. ولعل هذا المحصول يكون عرضة للتلوث بهذه السموم بشدة أكثر من غيره وذلك بسبب محتواه العالي من النشا والدهون [44]. تُعدّ ذرة البوشار شكل من أشكال الذرة والذي يحظى بشعبية كبيرة كوجبة خفيفة في العديد من البلدان، كما أنها عرضة للتلوث بالسموم الفطرية. ولأن هذه السموم تشكل تهديداً خطيراً على صحة الإنسان فقد أتت هذه الدراسة لمعرفة مدى تلوث ذرة البوشار بسموم الأفلاتوكسينات وتقديرها. يشكل التلوث بالأفلاتوكسين عقبة كبيرة أمام تجار تصدير الحبوب، ونتيجة لذلك فإنه يشكل تحدياً للأمن الغذائي في المناطق التي تعتمد على هذه المواد الغذائية. كما يتسبب الوجود الطبيعي للسموم الفطرية في المواد الغذائية الأساسية في خسائر اقتصادية خطيرة للقطاعات التجارية بما في ذلك منتجي المحاصيل والثروة الحيوانية والدواجن وكذلك لمصنعي الأغذية والأعلاف.

## 2. أهمية وهدف البحث:

تتجلى أهمية البحث في كون الأفلاتوكسينات من السموم الفطرية المسرطنة والتي تصيب معظم المواد الغذائية والعلفية، ويُعد تلوث الأغذية بالأفلاتوكسين حالة مهمة جداً يركز عليها أكثر علماء الصحة والزراعة. إنّ بذور السمسم وذرة البوشار معرّضة لهذا التلوث بسبب تركيبتها وظروف التخزين، ولم تتوفر معلومات بشأن تلوث بذور السمسم وذرة البوشار ومنتجاتهم في أسواق اللاذقية. جاء هدف هذا البحث لتحديد الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$) في المحاصيل مثل بذور السمسم وذرة البوشار باستخدام طريقة تحليلية حساسة ودقيقة للتعيين المتزامن باستعمال تقانة HPLC–FLD، ثم مقارنة نتائج الدراسة مع نتائج بحوث ودراسات أخرى ومع المواصفة القياسية السورية رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى للسموم الفطرية المسموح بها في الأغذية والأعلاف (ميكوتوكسينات) والصادرة عن هيئة المواصفات والمقاييس السورية SASMO.

## 3. مواد وطرائق البحث:

### 1.3. المواد والمحاليل المستخدمة:

تم نقع جميع الأدوات الزجاجية المستخدمة في هذه الدراسة، قبل الاستخدام، في حمض الكبريت الممدد (2M) لعدة ساعات ثم تغسل بالماء المنزوع الشوارد ثنائي التقطير جيداً (ثلاث مرات على الأقل) لإزالة أي أثر للحمض، وللتأكد من ذلك تستخدم ورقة pH، لأن الحمض قد يسبب فقدان الأفلاتوكسين [45].

تتمتع المركبات والمحاليل المستخدمة جميعها بدرجة عالية من النقاوة (HPLC–grade):

- مزيج عياري للأفلاتوكسينات بنقاوة عالية ≤ 99.0%، إنتاج شركة SUPELCO من (SIGMA – ALDRICH – USA).

- ميثانول (Methanol) ≤ 99.9%، إنتاج شركة (Lichrosolv–Germany).
- أسيتونتريل (Acetonitrile) ≤ 99.9%، إنتاج شركة (Lichrosolv–Germany).
- نظامي الهكسان (n–Hexan) ≤ % 99.0، إنتاج شركة Chem–Lab NV.
- ماء ثنائي التقطير منزوع الشوارد (de–ionized).
- ملح كلوريد الصوديوم عالي النقاوة ≤ % 99.5، إنتاج شركة TEK IM
- محلول موقي PBS (pH=7.2).

ملاحظة هامة: عند حدوث تلوث بالأفلاتوكسين في مكان التحليل، أو في المخبر يستخدم محلول (10%) هيبوكلوريت الصوديوم لمسح مكان التلوث بالأفلاتوكسين. كما يتم إزالة التلوث من الأواني الزجاجية المستخدمة بالتحليل باستخدام محلول هيبوكلوريت الصوديوم وغسلها جيداً بالماء المقطر عدة مرات [17].

**2.3. الأجهزة والأدوات المستعملة:**

- جهاز الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء HPLC (SHIMADZU).
- ميزان تحليلي حساس بدقة 0.0001 gr إنتاج شركة Precisa (XB 220A).
- جهاز pH METER ماركة CRISON GLP22.
- حمام مائي يعمل بالأمواج فوق الصوتية (Ultrasonic water–bath) ماركة Grant.
- خلية الاشتقاق الكيميائية الضوئية Photochemical Derivatization ماركة LCtech.
- عمود فصل كروماتوغرافي من النوع $C_{18}$ (150L×4.6mm I.D., 5µm) من شركة MN (MACHEREY–NAGEL, Germany) مع عمود حماية $C_{18}$ (10L×4.6mm I.D., 5µm, MN).
- عمود الجذب المناعي (IAC) AflaCLEAN$^{TM}$ ماركة (LCTech, Germany).
- آلة طحن وخلاّط أو مجانس للعينة بسعة (1) ليتر مع غطاء، متعدد السرعات ماركة Panasonic (MX–151SG2).
- ورق ترشيح بقطر 15 Cm، إنتاج شركة ZELPA (Belgium Paper).
- ورق ترشيح مصنوع من ألياف زجاجية دقيقة قطرها 12.5 Cm، إنتاج شركة (Schleicher & Schüll W–Germany).
- فلاتر غشائية (Milliporemembrance–Filters) 25 mm, 0.45 µm إنتاج شركة Albet–Germany.
- دوارق حجمية وماصات زجاجية عيارية بحجوم مختلفة.

**3.3. تحضير المحاليل والمذيبات**

- الطور المتحرك Mobile Phase: هو مزيج من الماء منزوع الشوارد والميثانول والأسيتونتريل بنسبة مزج حجمية (20:20:60) على الترتيب، وبعد تمام مزج مكونات الطور رُشّح الطور المتحرك باستخدام مرشحة ميكروية 0.45 µm، ويوضع الطور في حمام جهاز أمواج فوق صوتية مدة (15) دقيقة قبل تمريره في جهاز الكروماتوغرافيا السائلة لطرد الغازات المنحلة في الطور المتحرك.
- محلول الوقاء PBS: حيث حُلّ (8.0 gr) ملح كلوريد الصوديوم، (0.2 gr) ملح كلوريد البوتاسيوم، (0.2 gr) $KH_2PO_4$ و (2.92 gr) $Na_2HPO_4$ بنحو (900 ml) من الماء المنزوع الشوارد وضُبطت بعدها قيمة الـ pH

عند القيمة 0.05 ± 7.2 باستخدام حمض كلور الماء المركز أو محلول (1 M) من هيدروكسيد الصوديوم، ويُتمم حجم المحلول حتى (1000 ml) في دورق حجمي سعة (1) ليتر بالماء المنزوع الشوارد [46].

- تحضير المحاليل العيارية:

تمّ تحضير المحاليل العيارية لمزيج الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$) ابتداءً من إنبولة (1 ml) من شركة SUPELCO (USA) بنقاوة ≤ 99.0% وتراكيز µg/ml (0.32, 1.06, 0.33, 1.07) على الترتيب. حيث نُقل محتوى الإنبولة (1 ml) إلى دورق مُعايرة سعة (10 ml) ومُدّد الحجم حتى إشارة التدريج بالأسيتونتريل، زوّد الدورق ببطاقة تعريف، وحُفظ بعد لفه بورق الألمنيوم في مكان مظلم في المجمدة في درجة حرارة (−20 ºC) إلى حين استخدامه في تحضير سلسلة المحاليل العيارية.

**4.3. العينات:**

جُمعت (60) عينة من بذور السمسم و(30) عينة من ذرة البوشار خلال شهري تموز وآب، 2020 من الأسواق المحلية في مدينة اللاذقية، حوالي (500 gr) من كل عينة. تمّ شراء العينات بشكل عشوائي من أسواق مختلفة من اللاذقية. وتمّ تخزين العينات في الدرجة (−20ºC) في أكياس بلاستيكية حتى يتم تحليلها بتقانة HPLC–FLD.

**5.3. استخلاص وتنقية الأفلاتوكسين:**

حُضرت العينة المدروسة على النحو الآتي (وفق الاجراءات في النشرة المرفقة بأعمدة الجذب المناعي IAC):

–تطحن العينة باستخدام آلة الطحن المخبرية، يوزن منها (20) غ، ويضاف إليها (2.0) غ كلوريد الصوديوم في وعاء الخلاط.

–يُضاف (100) مل من ميثانول:ماء (20:80 v:v) و(50) مل نظامي الهكسان إلى العينة (إلى عينة بذور السمسم فقط وأما عينة ذرة البوشار لا يضاف)، حيث تمزج بسرعة عالية لمدة خمس دقائق.

–يرشح المزيج عبر ورقة الترشيح. (يتم استخدام الطور السفلي إذا وجد فصل بالأطوار من أجل الخطوات التالية).

–ينقل (14) مل من الرشاحة إلى دورق مخروطي ذو حجم مناسب مزود بسدادة زجاجية، ويضاف إليه (86) مل محلول موقي PBS (pH 7.2) ويمزج.

– ترشح الخلاصة الممددة عبر ورقة ترشيح مصنوعة من ألياف زجاجية دقيقة لإزالة العكر المتبقي.

– يمرر (5–50) مل من المستخلص المخفف خلال عمود الجذب المناعي بمعدل تدفق (2 مل/دقيقة) (1–2 نقطة في الثانية).

–يغسل العمود بتمرير (10) مل ماء منزوع الشوارد خلال العمود، ثمّ تجفيفه بتمرير هواء من خلاله.

– تجرى عملية اقتلاع الأفلاتوكسينات بتمرير (2) مل ميثانول مرتين بفاصل زمني (5) دقائق.

-تُرشح الخلاصة النهائية باستخدام فلتر ترشيح مساميته 0.45 µm، لتصبح بعدها جاهزة للحقن في جهاز HPLC-FLD.

### 6.3. تحديد الأفلاتوكسينات بتقانة HPLC-FLD

استخدمت تقانة (HPLC-FLD) لتحليل العينات، بجهاز من شركة (Shimadzu, Kyoto, Japan) مع مكشاف الفلورة (FLD). كان عمود الفصل الكروماتوغرافي المستخدم $C_{18}$ (150L×4.6mm I.D., 5µm) من شركة MN (MACHEREY-NAGEL, Germany) مع عمود حماية $C_{18}$ (10L×4.6mm I.D., 5µm, MN) يوضع بين الحاقن الآلي والعمود الكروماتوغرافي. وطور متحرك من الماء:الميثانول:الأسيتونتريل بنسب مزج حجمية (20:20:60) على الترتيب، ومعدل سرعة تدفق (1 ml/min)، وحجم الحقنة (20µm)، عند درجة حرارة للعمود 40°C، وعند أطوال موجية لمكشاف الفلورة (طول موجة الإثارة 365nm، طول موجة الإصدار 435nm) خلال زمن تحليل لم يتجاوز 13 دقيقة. تمّ استخدام الاشتقاق بالخلية الكيميائية الضوئية (LC Tech, Germany) UVE حيث توضع بين عمود الفصل الكروماتوغرافي ومكشاف FLD. يتم إظهار المنحنيات البيانية باستخدام برنامج LCsolution موجود على الحاسوب.

طُبقت طريقة المعيار الخارجي External Standard لحساب كمية الأفلاتوكسين في العينات، حيث تمّ إنشاء منحني معايرة منفصل لكل أفلاتوكسين باستخدام سلسلة محاليل عيارية لمركبات الأفلاتوكسين ($G_2$, $G_1$, $B_2$, $B_1$) وكانت قيم تراكيز المحاليل العيارية ضمن المجال الخطي لكل مركب؛ إذْ حُقن (20 µl) من المحلول العياري خمس مرات متتالية ورُسم منحني المُعايرة اعتماداً على تابعية مساحة القمة (Y) مقابل التركيز (X) لكل مركب والذي تميز بمعامل ارتباط (correlation coefficients) $R^2 > 0.999$. كما تمّ إجراء اختبار نسبة الاسترجاع المئوية (Recovery Percentage) وذلك بإضافة ثلاثة تراكيز عيارية من مزيج الأفلاتوكسينات إلى عينات خالية من الأفلاتوكسينات، وأُعيد استخلاصها وفق الطريقة الموصوفة لنحصل على النتائج في الجدول (1). تمّ تحديد حد الكشف (LOD) وحد التحديد الكمي (LOQ) كما هو موضح في الجدول (2) حيث طُبقت في حساب حد الكشف وحد التحديد الكمي [47] العلاقتين الآتيتين:

$$LOD = 3\times SD/gA \ (\mu g/Kg)$$

$$LOQ = 10\times SD/gA \ (\mu g/Kg)$$

SD: الانحراف المعياري لمتوسط قيم ارتفاع ضجيج خلفية إشارة مكشاف FLD.

gA: ميل منحني مُعايرة مركبات الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$).

**الجدول (1): يبين نسبة الاسترجاع المئوية للأفلاتوكسينات في بذور السمسم وذرة البوشار**

| Aflatoxins | spiked aflatoxins µg/Kg | Sesame Seeds Mean* Recovery (%) ± RSD** (%) | Popcorn Mean* Recovery (%) ± RSD** (%) |
|---|---|---|---|
| AFB1 | 2.675 | 96.8 ± 2.1 | 95.6 ± 2.3 |
| | 5.350 | 97.3 ± 1.58 | 96.8 ± 1.7 |
| | 10.70 | 99.4 ± 1.7 | 97.4 ± 1.5 |
| AFB2 | 0.825 | 93.7 ± 1.6 | 94.2 ± 1.5 |
| | 1.650 | 95.8 ± 2.3 | 95.6 ± 1.8 |
| | 3.30 | 96.9 ± 1.8 | 96.8 ± 2.3 |
| AFG1 | 2.650 | 94.6 ± 2.2 | 95.4 ± 2.2 |
| | 5.30 | 94.9 ± 1.7 | 96.3 ± 1.9 |
| | 10.60 | 96.4 ± 1.5 | 97.5 ± 1.4 |
| AFG2 | 0.80 | 95.3 ± 2.2 | 96.5 ± 1.8 |
| | 1.60 | 96.5 ± 1.9 | 96.7 ± 1.4 |
| | 3.20 | 98.6 ± 1.6 | 98.9 ± 1.2 |

*متوسط نسبة الاسترجاع المئوية لكل من المركبات لخمس مكررات. **متوسط الانحراف المعياري النسبي المئوي

**الجدول (2): حد الكشف LOD وحد الكشف الكمي LOQ للأفلاتوكسينات**

| Aflatoxin | LOD (µg/kg)[a] | LOQ (µg/kg)[b] | $R^2$ |
|---|---|---|---|
| $AFB_1$ | 0.0025 | 0.0084 | 0.9999 |
| $AFB_2$ | 0.0012 | 0.0040 | 0.9999 |
| $AFG_1$ | 0.0072 | 0.0238 | 0.9999 |
| $AFG_2$ | 0.0030 | 0.0100 | 0.9999 |

[a] حد الكشف (LOD) [b] حد الكشف الكمي (LOQ) $R^2$: مربع معامل الارتباط

## 4. النتائج والمناقشة:

أظهرت نتائج هذه الدراسة أنه (85.0)% من عينات بذور السمسم المدروسة ملوثة بمجموع الأفلاتوكسينات بمعدل يتراوح من µg/Kg (29.379 – 0.531) ; (38.33)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $B_1$ بمعدل يتراوح من µg/Kg (29.014 – 0.199) ; (68.33)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $B_2$ بمعدل يتراوح من µg/Kg (1.173 – 0.044) ; (70.0)% من العينات ملوثة

بالأفلاتوكسين $G_1$ بمعدل يتراوح من µg/Kg (15.411 – 0.350). يوضح الجدول (3) القيم الوسطية ومجال تركيز الأفلاتوكسينات في عينات بذور السمسم التي تمّ تحليلها.

كما أظهرت النتائج أن (10.0)% من عينات بذور السمسم كان تركيز مجموع الأفلاتوكسينات AFt أعلى من الحد الأقصى المسموح به والمحدد من قبل هيئة المواصفات والمقاييس السورية بالمواصفة رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى للسموم الفطرية المسموح بها في الأغذية والأعلاف وهو µg/Kg (15.0). وأظهرت العينات الملوثة بنسبة (38.33)% بالأفلاتوكسين $B_1$، تلوثاً بنسبة (13.33)% أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو µg/Kg (5.0) كما هو موضح بالجدول رقم (3).

وأظهرت نتائج هذه الدراسة بالنسبة لعينات ذرة البوشار المدروسة أنه (76.67)% ملوثة بمجموع الأفلاتوكسينات بمعدل يتراوح من µg/Kg (19.317 – 0.475) ; (30.0)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $B_1$ بمعدل يتراوح من µg/Kg (18.401 – 0.732) ; (20.0)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $B_2$ بمعدل يتراوح من µg/Kg (0.916 – 0.144) ; (36.67)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $G_1$ بمعدل يتراوح من (0.796 – 16.072) µg/Kg و (26.67)% من العينات ملوثة بالأفلاتوكسين $G_2$ بمعدل يتراوح من (0.783 – 0.296) µg/Kg . يوضح الجدول (4) القيم الوسطية ومجال تركيز الأفلاتوكسينات في عينات بذور السمسم التي تمّ تحليلها.

كما أظهرت النتائج أن (26.67)% من عينات ذرة البوشار كان تركيز مجموع الأفلاتوكسينات AFt أعلى من الحد الأقصى المسموح به والمحدد من قبل هيئة المواصفات والمقاييس السورية بالمواصفة رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى للسموم الفطرية المسموح بها في الأغذية والأعلاف وهو µg/Kg (4.0). وأظهرت العينات الملوثة بنسبة (30.0)% بالأفلاتوكسين $B_1$، تلوثاً بنسبة (20.0)% أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو (2.0) µg/Kg كما هو موضح بالجدول رقم (4).

أظهر تحليل HPLC–FLD لعينات بذور السمسم وذرة البوشار الملوثة طبيعياً وجود الأفلاتوكسينات. وتمّ تقدير كمية الأفلاتوكسينات الموجودة في العينات باستخدام منحني معايرة لمحاليل عيارية للأفلاتوكسينات. يبيّن الشكل (2) كروماتوغرام لمحلول عياري لمزيج الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$)، على الترتيب بتركيز µg/L (27.80). من بين العينات في هذه الدراسة، يبيّن الشكل (3) كروماتوغرام عينة ذرة البوشار (M11)، والشكل (4) كروماتوغرام عينة بذور السمسم (M59)، ويبيّن الشكل (5) كروماتوغرام عينة ذرة البوشار (A6) والشكل (6) عينة بذور السمسم (TB1)، عدم اكتشاف أي قمة مما يؤكد أن الأفلاتوكسينات الموجودة في هذه العينات أقل من حد الكشف أو أنها غير مصابة بالفطريات المنتجة للأفلاتوكسينات.

**الجدول (3): تركيز الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$, AFt) (µg/Kg) في عينات بذور السمسم التي تمّ جمعها من أسواق اللاذقية – سورية.**

| Sample Code | $AFB_1$* | $AFB_2$* | $AFG_1$* | $AFG_2$* | AFt* | Safety Status |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | **$CL = \overline{X} \pm \frac{t.SD}{\sqrt{n}}$ | | | | | |
| TB1 | ND*** | ND | ND | ND | ND | Safe |
| TB2 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| AB3 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| A4 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| SH5 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| JO6 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| JO7 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| W8 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| W9 | 0.560±1.141 | 0.077±2.053 | ND | ND | 0.637±1.051 | Safe |
| | 0.560±0.007 | 0.077±0.002 | | | 0.637±0.008 | |
| SM10 | 0.913±2.172 | 0.111±2.467 | 0.390±2.512 | ND | 1.414±2.065 | Safe |
| | 0.913±0.023 | 0.111±0.003 | 0.390±0.011 | | 1.414±0.033 | |
| SH11 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M12 | ND | ND | 2.571±1.160 | ND | 2.571±1.160 | Safe |
| | | | 2.571±0.033 | | 2.571±0.033 | |
| M13 | ND | ND | 1.961±1.048 | ND | 1.961±1.048 | Safe |
| | | | 1.961±0.023 | | 1.961±0.023 | |
| M14 | ND | 0.347±1.387 | 2.946±1.033 | ND | 3.293±1.056 | Safe |
| | | 0.347±0.006 | 2.946±0.034 | | 3.293±0.040 | |
| M15 | ND | ND | 0.952±1.233 | ND | 0.952±1.233 | Safe |
| | | | 0.952±0.014 | | 0.952±0.014 | |
| M16 | ND | 0.178±1.079 | 2.468±2.039 | ND | 2.646±1.038 | Safe |
| | | 0.179±0.002 | 2.468±0.057 | | 2.646±0.059 | |
| M17 | 0.346±1.549 | 0.173±1.653 | 3.759±1.114 | ND | 4.278±1.024 | Safe |
| | 0.346±0.006 | 0.173±0.003 | 3.759±0.049 | | 4.278±0.050 | |
| M18 | ND | ND | 1.422±1.104 | ND | 1.422±1.104 | Safe |
| | | | 1.422±0.018 | | 1.422±0.018 | |
| M19 | ND | 0.044±1.910 | 0.487±1.795 | ND | 0.531±1.716 | Safe |
| | | 0.044±0.001 | 0.487±0.010 | | 0.531±0.010 | |
| M20 | ND | 0.121±1.719 | 4.549±1.047 | ND | 4.670±1.006 | Safe |
| | | 0.121±0.002 | 4.549±0.055 | | 4.670±0.054 | |
| M21 | ND | 0.144±1.553 | 1.386±2.316 | ND | 1.530±2.178 | Safe |
| | | 0.144±0.002 | 1.386±0.037 | | 1.530±0.038 | |
| M22 | ND | ND | 10.610±1.022 | ND | 10.610±1.022 | Safe |
| | | | 10.610±0.124 | | 10.610±0.124 | |
| M23 | 3.857±1.639 | 0.151±1.583 | 0.453±1.435 | ND | 4.461±1.558 | Safe |
| | 3.857±0.072 | 0.151±0.002 | 0.453±0.007 | | 4.461±0.079 | |
| M24 | ND | 1.083±1.723 | 12.063±1.146 | ND | 13.146±1.098 | Safe |
| | | 1.083±0.022 | 12.063±0.159 | | 13.146±0.166 | |
| M25 | 2.551±1.704 | 0.108±1.464 | 0.350±1.449 | ND | 3.009±1.504 | Safe |
| | 2.551±0.049 | 0.108±0.002 | 0.350±0.006 | | 3.009±0.052 | |
| M26 | ND | ND | 4.229±1.499 | ND | 4.229±1.499 | Safe |
| | | | 4.229±0.072 | | 4.229±0.072 | |
| M27 | ND | 0.239±1.463 | 0.786±1.421 | ND | 1.025±1.012 | Safe |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 0.239±0.003 | 0.786±0.013 | | 1.025±0.011 | |
| M28 | 0.845±1.173 | 0.148±1.009 | ND | ND | 0.993±1.959 | Safe |
| | 0.845±0.011 | 0.148±0.017 | | | 0.993±0.022 | |
| M29 | 2.511±1.368 | 0.286±1.907 | ND | ND | 2.797±1.286 | Safe |
| | 2.511±0.039 | 0.286±0.006 | | | 2.776±0.041 | |
| M30 | 1.577±1.119 | 0.341±1.412 | ND | ND | 1.918±1.133 | Safe |
| | 1.577±0.021 | 0.341±0.006 | | | 1.918±0.025 | |
| M31 | 0.444±1.636 | 0.094±1.682 | 1.545±1.392 | ND | 2.083±1.636 | Safe |
| | 0.444±0.008 | 0.094±0.002 | 1.545±0.025 | | 2.083±0.024 | |
| M32 | 0.672±1.027 | ND | ND | ND | 0.672±1.027 | Safe |
| | 0.672±0.008 | | | | 0.672±0.008 | |
| M33 | 2.671±1.027 | ND | ND | ND | 2.671±1.027 | Safe |
| | 2.671±0.031 | | | | 2.671±0.031 | |
| M34 | ND | ND | 1.841±1.279 | ND | 1.841±1.279 | Safe |
| | | | 1.841±0.028 | | 1.841±0.028 | |
| M35 | 6.813±1.325 | 1.080±1.671 | 2.972±2.042 | ND | 10.865±1.025 | Unsafe |
| | 6.813±0.103 | 1.080±0.021 | 2.972±0.070 | | 10.865±0.128 | |
| M36 | 2.678±1.914 | 0.341±2.296 | 1.947±1.846 | ND | 4.966±1.060 | Safe |
| | 2.678±0.059 | 0.341±0.009 | 1.947±0.041 | | 4.966±0.061 | |
| M37 | 0.502±1.516 | 0.174±1.788 | 10.548±1.129 | ND | 11.225±1.025 | Safe |
| | 0.502±0.009 | 0.174±0.003 | 10.548±0.137 | | 1.225±0.132 | |
| M38 | 0.199±2.228 | 0.076±2.080 | 6.249±1.130 | ND | 6.524±0.078 | Safe |
| | 0.199±0.004 | 0.076±0.002 | 6.249±0.080 | | 6.524±1.043 | |
| M39 | ND | 0.253±1.518 | 9.365±1.028 | ND | 9.618±1.005 | Safe |
| | | 0.253±0.004 | 9.365±0.110 | | 9.618±0.112 | |
| M40 | ND | 0.166±1.782 | 4.594±1.021 | ND | 4.760±1.002 | Safe |
| | | 0.166±0.054 | 4.594±0.003 | | 4.760±0.055 | |
| M41 | ND | 0.767±1.652 | 1.464±1.635 | ND | 2.231±1.043 | Safe |
| | | 0.767±0.015 | 1.164±0.028 | | 2.231±0.026 | |
| M42 | ND | ND | 3.327±1.260 | ND | 3.327±1.260 | Safe |
| | | | 3.327±0.048 | | 3.327±0.048 | |
| M43 | ND | 0.228±2.497 | 9.859±1.968 | ND | 10.087±1.963 | Safe |
| | | 0.228±0.007 | 9.859±0.223 | | 10.087±0.228 | |
| M44 | ND | 0.169±2.404 | 4.219±1.358 | ND | 4.388±1.324 | Safe |
| | | 0.169±0.004 | 4.219±0.066 | | 4.388±0.067 | |
| M45 | ND | 0.614±1.784 | 10.140±1.069 | ND | 10.754±1.024 | Safe |
| | | 0.614±0.013 | 10.140±0.124 | | 10.75±0.126 | |
| M46 | ND | 0.136±1.412 | 4.455±1.075 | ND | 4.591±1.026 | Safe |
| | | 0.136±0.002 | 4.455±0.055 | | 4.591±0.054 | |

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| M47 | 7.119±1.704 | 0.212±2.394 | 4.143±2.232 | ND | 11.474±1.526 | Unsafe |
| | 7.119±0.139 | 0.212±0.006 | 4.143±0.106 | | 11.474±0.201 | |
| M48 | 5.935±1.144 | 0.366±2.305 | 3.984±1.575 | ND | 10.285±1.036 | Unsafe |
| | 5.935±0.078 | 0.366±0.009 | 3.984±0.072 | | 10.285±0.122 | |
| M49 | 19.210±1.162 | 0.886±1.659 | 0.404±1.541 | ND | 20.500±1.104 | Unsafe |
| | 19.210±0.256 | 0.886±0.018 | 0.404±0.007 | | 20.500±0.260 | |
| M50 | 5.783±1.822 | 0.595±1.950 | 1.363±1.790 | ND | 7.742±1.003 | Unsafe |
| | 5.783±0.121 | 0.595±0.014 | 1.363±0.028 | | 7.742±0.090 | |
| M51 | ND | 0.263±1.984 | 4.014±1.811 | ND | 4.277±1.611 | Safe |
| | | 0.263±0.006 | 4.014±0.084 | | 4.277±0.079 | |
| M52 | ND | 0.744±1.522 | 15.411±1.320 | ND | 16.155±1.211 | Unsafe |
| | | 0.744±0.013 | 15.411±0.233 | | 16.155±0.225 | |
| M53 | ND | 0.111±1.736 | 3.259±1.756 | ND | 3.370±1.692 | Safe |
| | | 0.111±0.002 | 3.259±0.066 | | 3.370±0.066 | |
| M54 | ND | 0.290±1.372 | 6.920±1.043 | ND | 7.210±1.026 | Safe |
| | | 0.290±0.007 | 6.920±0.083 | | 7.210±0.085 | |
| M55 | ND | 0.581±1.582 | 12.328±1.307 | ND | 12.909±1.290 | Safe |
| | | 0.581±0.010 | 12.328±0.185 | | 12.909±0.191 | |
| M56 | ND | 0.498±1.233 | 15.158±1.669 | ND | 15.656±1.642 | Unsafe |
| | | 0.498±0.007 | 15.158±0.291 | | 15.656±0.296 | |
| M57 | 29.014±1.269 | 0.364±1.876 | ND | ND | 29.379±1.236 | Unsafe |
| | 29.014±0.423 | 0.364±0.008 | | | 29.379±0.417 | |
| M58 | 16.978±1.088 | 1.173±1.297 | ND | ND | 18.151±1.095 | Unsafe |
| | 16.978±0.213 | 1.173±0.017 | | | 18.151±0.213 | |
| M59 | 21.705±1.083 | 0.311±1.645 | ND | ND | 22.016±1.080 | Unsafe |
| | 21.705±0.270 | 0.311±0.006 | | | 22.016±0.274 | |
| M60 | 0.768±1.464 | 0.182±1.320 | 2.867±1.760 | ND | 3.817±1.510 | Safe |
| | 0.768±0.013 | 0.182±0.002 | 2.867±0.057 | | 3.817±0.067 | |

* تمّ التعبير عن النتائج كمتوسط القيم ± الانحراف المعياري النسبي المئوي. وتعتمد على خمس مكررات للعينة الواحدة.

** حد الثقة عند مستوى ثقة 95%. *** ND: لم يكتشف

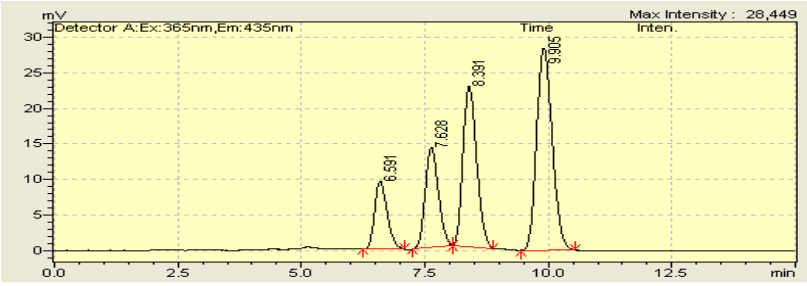
**الجدول (4): تركيز الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$, AFt) (µg/Kg) في عينات ذرة بوشار التي تمّ جمعها من أسواق اللاذقية – سورية.**

| Sample Code | $AFB_1$* | $AFB_2$* | $AFG_1$* | $AFG_2$* | AFt* | Safety Status |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | **CL = $\overline{X} \pm \frac{t.SD}{\sqrt{n}}$ | | | | | |
| SH1 | ND*** | ND | ND | 0.530±2.199 | 0.530±2.199 | Safe |
| | | | | 0.530±0.014 | 0.530±0.014 | |
| JO2 | ND | ND | ND | 0.596±2.914 | 0.596±2.914 | Safe |
| | | | | 0.596±0.020 | 0.596±0.020 | |
| TB3 | ND | ND | ND | 0.604±2.422 | 0.604±2.422 | Safe |
| | | | | 0.604±0.017 | 0.604±0.017 | |
| SM4 | ND | ND | ND | 0.578±1.542 | 0.578±1.542 | Safe |
| | | | | 0.578±0.010 | 0.578±0.010 | |
| SH5 | ND | ND | ND | 0.516±2.768 | 0.516±2.768 | Safe |
| | | | | 0.516±0.023 | 0.516±0.023 | |
| A6 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| AB7 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M8 | 0.913±2.278 | ND | ND | ND | 0.913±2.278 | Safe |
| | 0.913±0.024 | | | | 0.913±0.024 | |
| M9 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M10 | 3.202±1.040 | ND | ND | ND | 3.202±1.040 | Unsafe |
| | 3.202±0.038 | | | | 3.202±0.038 | |
| M11 | 18.401±1.084 | 0.916±2.785 | ND | ND | 19.317±1.008 | Unsafe |
| | 18.401±0.224 | 0.916±0.030 | | | 19.317±0.224 | |
| M12 | 7.434±1.292 | 0.634±2.819 | 1.777±1.408 | ND | 9.845±1.232 | Unsafe |
| | 7.434±0110 | 0.643±0.021 | 1.777±0.029 | | 9.845±0.139 | |
| M13 | 0.877±2.681 | ND | ND | ND | 0.877±2.681 | Safe |
| | 0.877±0.028 | | | | 0.877±0.028 | |
| M14 | 0.732±2.693 | ND | ND | ND | 0.732±2.693 | Safe |
| | 0.732±0.023 | | | | 0.732±0.023 | |
| M15 | ND | 0.114±2.518 | ND | 0.358±2.013 | 0.475±1.742 | Safe |
| | | 0.114±0.003 | | 0.358±0.008 | 0.475±0.009 | |
| M16 | ND | ND | 3.810±1.044 | ND | 3.810±1.044 | Safe |
| | | | 3.810±0.046 | | 3.810±0.046 | |
| M17 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M18 | ND | ND | 4.623±1.015 | ND | 4.623±1.015 | Unsafe |

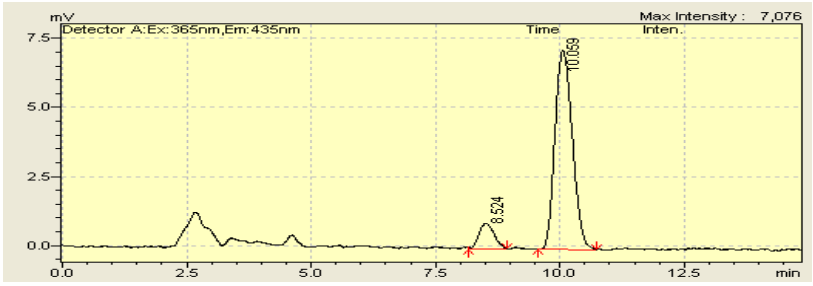
| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | 4.623±0.054 | | 4.623±0.054 | |
| M19 | ND | ND | 3.051±1.009 | ND | 3.051±1.009 | Safe |
| | | | 3.051±0.036 | | 3.051±0.036 | |
| M20 | ND | ND | 4.094±1.053 | ND | 4.094±1.053 | Unsafe |
| | | | 4.094±0.049 | | 4.094±0.049 | |
| M21 | ND | ND | 16.072±1.735 | ND | 16.072±1.735 | Unsafe |
| | | | 16.072±0.321 | | 16.072±0.321 | |
| M22 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M23 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M24 | ND | ND | 1.101±1.607 | 0.783±1.888 | 1.884±1.570 | Safe |
| | | | 1.101±0.021 | 0.783±0.017 | 1.884±0.034 | |
| M25 | ND | ND | 2.424±1.394 | ND | 2.424±1.394 | Safe |
| | | | 2.424±0.039 | | 2.424±0.039 | |
| M26 | ND | ND | 0.953±1.098 | 0.296±1.577 | 1.246±1.119 | Safe |
| | | | 0.953±0.011 | 0.296±0.006 | 1.246±0.016 | |
| M27 | ND | ND | ND | ND | ND | Safe |
| M28 | 3.743±1.008 | 0.327±1.815 | 0.796±1.249 | ND | 4.866±1.007 | Unsafe |
| | 3.743±0.044 | 0.327±0.007 | 0.796±0.011 | | 4.866±0.056 | |
| M29 | 11.563±1.068 | 0.529±1.597 | ND | ND | 12.092±1.067 | Unsafe |
| | 11.563±0.142 | 0.529±0.009 | | | 12.092±0.148 | |
| M30 | 5.922±1.310 | 0.516±1.310 | 1.267±1.219 | ND | 7.705±1.085 | Unsafe |
| | 5.922±0.090 | 0.516±0.008 | 1.267±0.017 | | 7.705±0.096 | |

* تمّ التعبير عن النتائج كمتوسط القيم ± الانحراف المعياري النسبي المئوي. وتعتمد على خمس مكررات للعينة الواحدة.

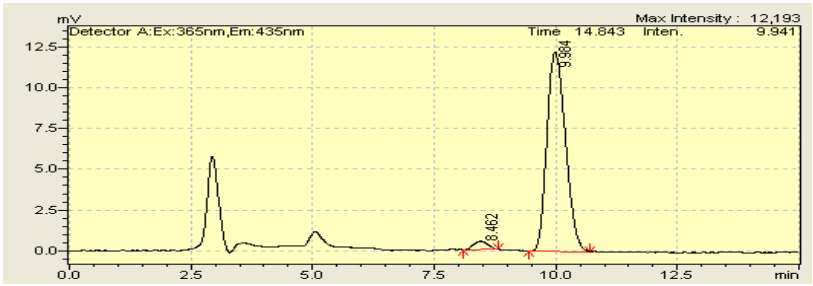
** حد الثقة عند مستوى ثقة 95%. *** ND: لم يكتشف



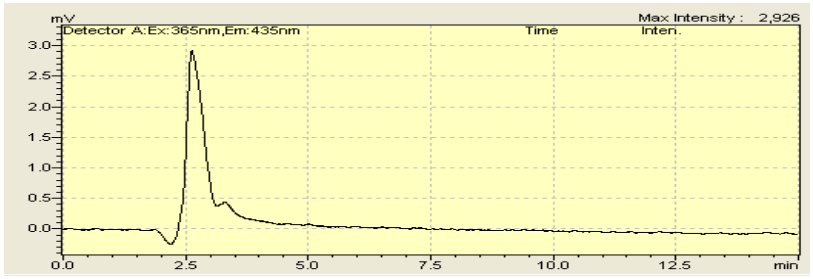

**الشكل (2): كروماتوغرام لمحلول عياري لمزيج الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$)، على الترتيب بتركيز µg/Kg (27.80).**



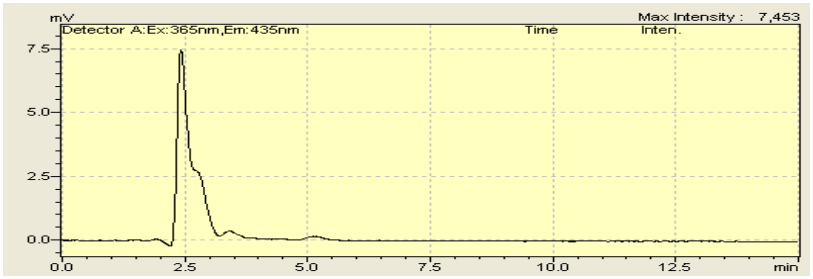

**الشكل (3): كروماتوغرام العينة (M11 Popcorn).**




**الشكل (4): كروماتوغرام العينة (M59 Sesame).**




**الشكل (5): كروماتوغرام العينة (A6 Popcorn).**




**الشكل (6): كروماتوغرام العينة (TB1 Sesame).**

يوجد في البلدان المتقدمة شروط متطورة لمراقبة جودة الأغذية على عكس الكثير من البلدان النامية ليس لديهم أنظمة غذائية ولا معايير جودة، حيث يتعرض العديد من الأفراد بشكل دوري لتراكيز منخفضة من الأفلاتوكسين في نظامهم الغذائي [36]. ونظراً لعدم توفر أي معلومة بشأن دراسة تلوث بذور السمسم وذرة البوشار كأحد المنتجات الغذائية في اللاذقية، لذلك كان لا بد من إجراء دراسة لتحديد الأفلاتوكسينات ($B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$) في هذين النوعين من المواد الغذائية التي تمّ جمعها من الأسواق المحلية الموجودة في اللاذقية ثمّ تمّ تحليلها باستخدام تقانة HPLC– FLD. كان استخلاص وتنقية الأفلاتوكسينات جيداً، حيث كانت نسبة الاسترجاع المئوية (Recovery

(Percentage 99.4 – 93.7)% مع انحراف معياري نسبي أقل من (3)% بالنسبة لعينات بذور السمسم وكانت نسبة الاسترجاع المئوية (98.9 – 94.2)% مع انحراف معياري نسبي أقل من (3)% بالنسبة لعينات ذرة البوشار.

بالمقارنة مع دراسات في بلدان أخرى:

في عام 2001، قام Luciana de Castro و Eugenia Vargas بتحديد الأفلاتوكسينات $B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$ في الذرة باستخدام كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) [48]، بيّنت نتائج الدراسة أن معدل تلوث العينات بالأفلاتوكسين $B_1$ µg/Kg (242 – 1.0) ; معدل التلوث بالأفلاتوكسين $B_2$ µg/Kg (85 – 0.3) ; معدل التلوث بالأفلاتوكسين $G_1$ µg/Kg (148 – 0.6) ومعدل التلوث بالأفلاتوكسين $G_2$ (140 – 0.6) µg/Kg. توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن تركيز الأفلاتوكسينات $B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$ كانت أقل من نتائج هذه الدراسة في اللاذقية.

في عام 2014، قام Mukum Anthony وآخرون بتحديد الأفلاتوكسينات في (30) عينة سمسم من نيجيريا بطريقة HPLC [3]، بيّنت نتائج الدراسة أن (8) عينات تحتوي على الأفلاتوكسين $B_1$ بمعدل (14.71 – 140.9) µg/Kg، بينما احتوت عينة واحدة على 2.61 µg/Kg أفلاتوكسين $G_1$. توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن تركيز الأفلاتوكسين $B_1$ كان أعلى من نتائج هذه الدراسة في اللاذقية، بينما تركيز الأفلاتوكسين $G_1$ كان أقل من نتائج هذه الدراسة.

في عام 2016، قام Bassem Sabry وآخرون بتحديد انتشار الأفلاتوكسينات في بذور السمسم في مصر بطريقة HPLC [49]، بيّنت نتائج الدراسة أن أعلى تركيز للأفلاتوكسين $B_1$ (66.74 , 42.37) µg/Kg كان في محافظتي الدقهيلة والبحيرة على الترتيب. توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن تركيز الأفلاتوكسين $B_1$ كان أعلى من نتائج هذه الدراسة في اللاذقية.

في عام 2018، قام Stephen Fapohunda وآخرون بتحديد السموم الفطرية الرئيسة في بذور السمسم في إقليم العاصمة الفيدرالية، أبوجا، نيجيريا بطريقة LC–MS/MS [50]، بيّنت الدراسة أن معدل تلوث العينات بالأفلاتوكسين $B_1$ هو µg/Kg (7.2 – 0.4) وبالأفلاتوكسين $B_2$ هو µg/Kg (1.6 – 0.8). توضح مقارنة النتائج مع هذا البحث أن تركيز الأفلاتوكسين $B_1$ و $B_2$ كانت أقل من نتائج هذه الدراسة في اللاذقية.

## 5. الاستنتاجات والتوصيات:

تبيّن هذه الدراسة أن:

- 85.0% من عينات بذور السمسم وعددها (60) عينة ملوثة بمجموع الأفلاتوكسينات بمعدل يتراوح من µg/Kg (29.379 – 0.531) و 76.67% من عينات ذرة البوشار وعددها (30) عينة ملوثة بمجموع الأفلاتوكسينات بمعدل يتراوح من (19.317 – 0.475) µg/Kg.
- 13.33% من عينات بذور السمسم ملوثة بالأفلاتوكسين $B_1$ بمعدل يتراوح من (0.199 – 29.014) µg/Kg و 30.0% من عينات ذرة البوشار ملوثة بالأفلاتوكسين $B_1$ بمعدل يتراوح من (0.732 – 18.401) µg/Kg .

- 68.33% من عينات بذور السمسم ملوثة بالأفلاتوكسين $B_2$ بمعدل يتراوح من (0.044 – 1.173) µg/Kg و 20.0% من عينات ذرة البوشار ملوثة بالأفلاتوكسين $B_2$ بمعدل يتراوح من (0.144 – 0.916) µg/Kg .

- 70.0% من عينات بذور السمسم ملوثة بالأفلاتوكسين $G_1$ بمعدل يتراوح من (0.350 – 15.411) µg/Kg و 36.67% من عينات ذرة البوشار ملوثة بالأفلاتوكسين $G_1$ بمعدل يتراوح من (0.796 – 16.072) µg/Kg .

- لا يوجد أي عينة من عينات بذور السمسم ملوثة بالأفلاتوكسين $G_2$، بينما 26.67% من عينات ذرة البوشار ملوثة بالأفلاتوكسين $G_2$ بمعدل يتراوح من (0.296 – 0.783) µg/Kg.

- 10.0% من عينات بذور السمسم ملوثة بمجموع الأفلاتوكسينات أعلى من الحد الأقصى المسموح به والمحدد من قبل هيئة المواصفات والمقاييس السورية بالمواصفة رقم 2680 لعام 2008 الخاصة بالحدود القصوى للسموم الفطرية المسموح بها في الأغذية والأعلاف وهو (15.0) µg/Kg و 26.67% من عينات ذرة البوشار أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو (4.0) µg/Kg.

- أظهرت عينات بذور السمسم الملوثة بنسبة 38.33% بالأفلاتوكسين $B_1$، تلوثاً بنسبة 13.33% أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو (5.0) µg/Kg، كما أظهرت عينات ذرة البوشار الملوثة بنسبة 30.0% بالأفلاتوكسين $B_1$، تلوثاً بنسبة 20.0% أعلى من الحد الأقصى المسموح به وهو(2.0) µg/Kg.

- يؤكد التلوث بالأفلاتوكسينات أهمية المراقبة الدورية لتركيز الأفلاتوكسينات في بذور السمسم وذرة البوشار في أسواق اللاذقية – سورية.

- إنّ تلوث ذرة البوشار وبذور السمسم بالأفلاتوكسينات قد يكون مصدر قلق للصحة العامة، لأنه يساهم في تعرض الإنسان لهذه السموم، وخاصة بين الأطفال. لذلك هناك حاجة كبيرة لتطوير طرائق عملية وفعالة لمنع نمو العفن وإزالة السموم من الأغذية التي تحتوي على الأفلاتوكسينات.

**شُكر وتقدير:**

أُجريت الاختبارات والتحاليل كلّها في مديرية المخابر المركزية في مرفأ اللاذقية، كما وفّر المختبر الأجهزة والأدوات والمواد الكيميائية المخبرية اللازمة لإنجاز البحث.

## المراجع

[1] Reddy, B. N. and Raghavender, C. R. *Outbreaks of Aflatoxicoses in India.* African Journal of Food Agriculture Nutrition and Development, Vol. 7, N. 5. 2007.

[2] Azziz-Baumgartner, E., Lindblade, K., Gieseker, K., Rogers, H. S., Kieszak, S., Njopau, H., Schleicher, R., McCoy. L. F., Misore, A., DeCock, K., Rubin, C. and Slutsker, L. *Case-control study of Acute Aflatoxicosis outbreak, Kenya, 2004.* Environmental Health Perspectives, Vol. 113, N. 12, 2005, 1779-1783.

[3] Anthony, M. H., Ojochenemi, A., Yemi, A. H. R., Tahir, N., Okechukwu, O. J., Saidu, M. A. and Ayobami, O. B. *Detrmination of Aflatoxins in Sesame, Rice, Millet and*

*Acha from Nigeria using HPLC.* Chemical Science Transactions, Vol. 3, N. 4, 2014, 1516-1524.

[4] Kpodo, K., Thrane, U. and Hald, B. *Fusaria and Fumonisins in maize from Ghana and their co-occurrence with aflatoxins*. International Journal of Food Microbiology, Vol. 61, N. 2-3, 2000, 147-157.

[5] Fandohan, P., Zoumenou, D., Hounhouigan, D.J., Marasas, W.F.O., Wingfield, M.F.J. and Hell, K. *Fate of aflatoxins and fumonisins during the processing of maize into food products in Benin.* International Journal of Food Microbiology, Vol. 98(3), 2005, 249-259.

[6] Anthony, M.H., Ayinla, G.T., Helmina, A.O., Ezekiel, S.A. and Haruna, O.G. *Health implications of toxigenic fungi found in two Nigerian staples: guinea corn and rice,* African Journal of Food Science, Vol. 3, N. 9, 2009, 250-256.

[7] IARC, *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risk of Chemicals to*

*Humans, Lyon, France*, International Agency for Research on Cancer, 56, 1993, 245.

[8] Sweeney, M.J., White, S., and Dobson, A.D.W. *Mycotoxins in agriculture and food safety,* Irish Journal of Agricultural and Food Research, Vol. 39(2), 2000, 235-244.

[9] Ehrlich, K.C., Kobbeman, K., Montalbano, B.G., and Cotty, P.J. *Aflatoxin-producing Aspergillus species from Thailand,* International Journal of Food Microbiology, Vol. 114(2), 2007, 153–159.

[10] Klich, M.A., Mullaney, E.J., Daly, C.B. and Cary, J.W. *Molecular and physiological aspects of aflatoxin and sterigmatocystin biosynthesis by Aspergillus tamarii and A. ochraceoroseus,* Applied Microbiology and Biotechnology, Vol. 53(5), 2000, 605-609.

[11] Khayoon, W.S., Saad, B., Lee, T.P. and Salleh, B. *High performance liquid chromatographic determination of aflatoxins in chilli, peanut and rice using silica based monolithic column*, Food Chemistry, Vol. 133(2), 2012, 489-496.

[12] Kim, J.G. *Occurrence of aflatoxins in rice and rice products and by-products of rice,* Korean Journal of Environmental Health, Vol. 32(5), 2006, 515-521.

[13] Yilmaz, S.O. *The contamination rat of aflatoxins in Ground Red Pepper, Dried Figs, Walnuts without shell and seedless Black Raisins commercialized in Sakarya city center, Turkey*, Ital. J. Food Sci., Vol. 29, 2017, 591-598.

[14] Set, E. and Erkmen, O. *The aflatoxin contamination of ground red pepper and pistachio nuts sold in Turkey*, Food and Chemical Toxicology, Vol. 48(8-9), 2010, 2532-2537.

[15] Nisa, A., Zahra, N. and Yasha, N.B. *Comparative study of aflatoxins in brown rice samples of local and import quality,* International Food Research Journal, Vol. 23(1), 2016, 243-247.

[16] Binder, E.M., Tan, L.M., Chin, L.J., Handl, J. and Richard, J. *Worldwide occurrence of mycotoxins in commodities feeds and feed ingredients,* Animal Feed Science and Technology Journal, Vol. 137(3-4), 2007, 265–282.

[17] Gotah, A., Whang, K. and Garcia, G.V. *Determination of Aflatoxins in Rice using QUECHERS and Fluorescence HPLC,* St. Cerc. St. CICBIA, 19(2), 2018, 133-141.

[18] Anthony, M.H., Ojochenemi, A.D., Yemi, H.R., Tahir, N., Okechukwu, O.J., Saidu, M.A. and Ayobami, O.B. *Determination of Aflatoxins in Sesame, Rice, Millet and Acha from Nigeria using HPLC,* Chemical sciences transactions, 3(4), 2014, 1516- 1534.

[19] Salau, I.A., Shehu, K., Muhammad, S. and Umar, R.A. *Determination of Aflatoxin levels in groundnut oils marketed in Sokoto State, Nigeria,* International Research Journal of Biochemistry and Biotechnology, Vol. 4(1), 2017, 55-60.

[20] Ismail, A., Riaz, M., Akhtar, S., Yoo, S.H. ,Park, S., Abid, M., Aziz, M. and Ahmad, Z. *Seasonal Variation of Aflatoxin $B_1$ content in dairy Feed,* Journal of animal and Feed Sciences, Vol. 26(1), 2017, 33-37.

[21] Mousavizaden, A., Peikar, A., Hoseinian, A., Ghaydie, E., and Pourmahmoudi, A. *Determination of total aflatoxin in rice consumption in Yasuj, Iran,* Biosc. Biotech. Res. Comm. (BBRC), Special Issue No., 1, 2017, 195-198.

[22] Adibian, M. *Aflatoxins in Pistachio, Detection and prevention,* Journal of novel Applied Sciences, Vol. 5(1), 2016, 27-33.

[23] Abdel-Wahhab, M. A., Nada, S.A. and Khalil, F.A. *Physiological and toxicological responses in rats fed aflatoxin-contaminated diet with or without sorbent materials,* Animal Feed Science and Technology, Vol. 97(3-4), 2002, 209-219.

[24] IARC, IARC press, Lyon France, *Monographs on the Evaluation of Carcinogenic*

*Risks to Humans: Some Traditional Herbal Medicines, Some Mycotoxins, Napthalene and Styrene,* International Agency for Research on Cancer, Vol. 82, 2002, 171-300.

[25] Wagacha, J.M. and Muthomi, J.W. *Mycotoxin proplem in Africa: Current status, implications to food safety and health and possible management strategies,* Int. J. Food Microbiol., Vol. 124(1), 2008, 1-12.

[26] Murphy, P.A., Hendrich, S., Langren, C. and Bryant, C.M. *Food Mycotoxins: An update,* J. Food Sci., Vol. 71(5), 2006, 51-65.

[27] Khlangwiset, P., Shephard, G.S. and Wu, F. *Aflatoxins and growth impairment: A review,* Crit. Rev. Toxicol., Vol. 41(9), 2011, 740-755.

[28] Atehnkeng, J., Ojiambo, P.S., Ikotun, T., Sikora, R.A., Cotty, P.J. and Bandyopadhyay, R. *Evaluation of atoxigenic isolates of Aspergillus Flavus as potential biocontrol agents for aflatoxin in maize,* Food Additives & Contaminants: Part A, Vol. 25(10), 2008, 1264-1271.

[29] WILD, C.P. *Aflatoxin exposure in developing countries: the critical interface of agriculture and health,* Food and Nutrition Bulletin, Vol. 28, 2007, S372-S80.

[30] Leslie, J., Bandyopadhyay, R. and Visconti, A. *Mycotoxins: Detection methods, management, public health and agricultural trade,* CABI, 2008.

[31] Fazekas, B., Tar, A. and Kovacs, M. *Aflatoxin and Ochratoxin A content of spices in Hungary,* Food Addit. Contam., Vol. 22, 2005, 856–863.

[32] Creppy, E.E. *Update of survey, regulation and toxic effects of mycotoxins in Europe,* Toxicol. Lett. Vol. 127, 2002, 19–28.

[33] Sirhan, A.Y., Tan, G.H. and Wong, R.C.S. *Method validation in the determination of aflatoxins in noodle samples using the QuEChERS method (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) and high performance liquid chromatography coupled to a fluorescence detector (HPLC–FLD),* Food Control, Vol. 22, 2011, 1807-1813.

[34] IACR, *IARC Monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans,* 2002, (https://monographs.iarc.fr/ENG/Monographs/vol82/mono82.pdf).

[35] Hong, L.S., Yusof, N.I.M. and Lingh, H.M. *Determination of Aflatoxins B1 and B2 in Peanuts and Corn Based Products,* Sains Malaysiana, Vol. 39(5), 2010, 731-735.

[36] WILD, C.P. and GONG Y.Y. *Mycotoxins and human disease: a largely ignored global health issue,* Carcinogenesis, Vol. 31, 2010, 71-82.

[37] Hussein, H.S. and Brasel, J.M. *Toxicity, metabolism, and impact of mycotoxins on humans and animals,* Toxicology, Vol. 167, 2001, 101-134.

[38] Wild, C. and Turner, P. *The toxicology of aflatoxins as a basis for public health decisions,* Mutagenesis, Vol. 17, 2002, 471-481.

[39] Chen, P.R., Lee, C.C., Chang, H. and Tsai, C.E. *Sesamol regulates plasminogen activator gene expression in cultured endothelial cells: a potential effect on the fibrinolytic system,* J. Nutri. Biochem., Vol. 16(1), 2005, 59-64.

[40] Visavadiya, N.P. and Narasimhacharya, A.V.R.L. *Sesame as ahypocholesteramic and antioxidant dietary component,* Food Chem. Toxicol., Vol. 46(6), 2008, 1889-1895.

[41] Saab, B.R., Pashayan, N., El-Chemaly, S. and Sabra R. *Sesame use in ameliorating cough in children: A randomised controlled trial,* Complement. Ther. Med., Vol. 14(2), 2006, 92-99.

[42] Igawa, T., Takahashi-Ando, N., Ochiai, N., Ohsato, S., Shimizu, T., Kudo, T., Yamaguchi, I. and Kimura, M. *Reduced contamination by Fusarium mycotoxin Zearalenone in Maize Kernels through Genetic Modification with a Detoxification Gene,* Applied Environ. Microbiol., Vol. 73(5), 2007, 1622-1629.

[43] Pearson, T.C., Wicklow, D.T. and Pasikatan, M. C. *Reduction of aflatoxin and fumonisin contamination in yellow corn by high-speed dual-wavelength sorting,* Cereal Chemistry, Vol. 81(4), 2004, 490-498.

[44] Gao, X. and Kolomiets, M.V. *Host-derived Lipids and Oxylipins are crucial signals in modulating mycotoxin production by fungi,* Toxin Reviews, Vol. 28(2-3), 2009, 79-88.

[45] Khorasgani, Z.N., Nakisa, A. and Farshpira, N.R. *The occurrence of Aflatoxins in Peanuts in Supermarkets in Ahvaz, Iran,* Journal of Food Research, Vol. 2(1), 2013, 94-100.

[46] Stefano, V.D., Pitonzo, R., Cicero, N. and D'Oca, M.C. *Mycotoxin contamination of animal feeding stuff: detoxification by gamma-irradiation and reduction of aflatoxins and ochratoxin A concentrations,* Food Additives & Contaminants: Part A, Vol. 31(12), 2014, 2034-2039.

[47] Shrivastava, A. and Gupta, B.V. *Methods for the determination of limit of detection and limit of quantitation of the analytical methods,* Chronicles of Young Scientists, Vol. 2(1), 2011, 21-25.

[48] Castro, L. and Vargas, E.A. *Determination Aflatoxins $B_1$, $B_2$, $G_1$ and $G_2$ in Maize using Florisil clean up with thin Layer Chromatography and visual and Densitometric Quantification,* Cienc. Tecnol. Aliment., Campinas, Vol. 21(1), 2001, 115-122.

[49] Sabry, B.A., Hathout, A.S., Nooh, A., Aly, S.E. and Shehata, M.G. *The prevalence of aflatoxin and Aspergillus parasiticus in Egyption sesame seeds,* International Journal of ChemTech Research, Vol. 9(11), 2016, 308-319.

[50] Fapohunda, S.O., Anjorin, T.S., Sulyok, M. and Krska, R. *Profile of major and emerging mycotoxins in sesame and soybean grains in the Federal Capital*

*Territory, Abuja, Nigeria*, European Journal of Biological Research, Vol. 8(3), 2018, 121-130.