БЗ 5-2012

Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.696.016:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС 67.050 КП 06 IDT

Ключевые слова: продукты пищевые, определение, охратоксин А, высокоэффективная жидкостная хроматография, очистка силикагелем

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 мая 2012 г. № 26

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 15141-1:1998 Foodstuffs. Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products. Part 1. High performance liquid chromatographic method with silical gel clean up (Определение содержания охратоксина А в зерне и зернопродуктах. Часть 1. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с очисткой силикагелем.

Международный стандарт разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN) в сотрудничестве с подкомитетом SC 4 «Зерновые и бобовые» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO) в соответствии с Соглашением о техническом сотрудничестве между ISO и CEN (Венское соглашение).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейского стандарта, на который дана ссылка, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылка на европейский стандарт актуализирована.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2012

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура и оборудование 3
6 Методика 4
7 Вычисление 5
8 Точность результатов испытаний 6
9 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Прецизионные данные 7
Библиография 8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ
Определение охратоксина А в зерне и зернопродуктах
Часть 1
Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с очисткой силикагелем

ПРАДУКТЫ ХАРЧОВЫЯ
Вызначэнне вохратаксіну А ў збожжы і зернепрадуктах
Частка 1
Метад высокаэфектыўнай вадкаснай храматаграфіі (ВЭВХ) з ачысткай сілікагелем

Foodstuffs
Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products
Part 1
High performance liquid chromatographic method with silical gel clean up

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения охратоксина А при уровнях, превышающих 0,4 мкг/кг.

Метод был успешно валидирован в ходе двух межлабораторных испытаний согласно [1] на пшеничной муке из цельного зерна, содержащей 0,4 и 1,2 мкг/кг охратоксина А.

Примечание – Многочисленные лабораторные исследования показали, что метод также подходит для зерна, сухофруктов, масличных семян, бобовых, вина, пива, фруктовых соков и сырых зерен кофе, см. [2] – [4].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт. Для недатированной ссылки применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания

3 Сущность метода

Охратоксин А экстрагируют толуолом после окисления соляной кислотой и увеличения ионной силы посредством добавления хлорида магния. Экстракт очищают, используя силикагелевую миниколонку, и определяют охратоксин А методом ВЭЖХ на обращенно-фазовой колонке, идентифицируют и модифицируют при помощи флуоресценции. Результат при необходимости верифицируют посредством дериватизации трехфтористым бором в метаноловом растворе [5], [6].

Предупреждение – Охратоксин А вызывает повреждение почек и печени и, возможно, является канцерогеном. Необходимо соблюдать надлежащие меры предосторожности [7] при работе с такими веществами (особенно в сухом виде), поскольку из-за электростатичности увеличивается вероятность их распыления и возможности вдыхания. Стеклянную посуду можно обеззараживать 4%-ным раствором гипохлорита натрия. Следует обратить внимания на заявление, сделанное Международным агентством по исследованию рака (ВОЗ) [8], [9].

4 Реактивы

Если не установлено иное, используют только химические реактивы признанной аналитической чистоты и воду первой степени чистоты согласно EN ISO 3696. Класс растворителей должен подходить для анализа ВЭЖХ.

Издание официальное

4.1 Сульфат натрия безводный.

4.2 Ледяная уксусная кислота, $\varphi(CH_3COOH) \approx 98$ %.

4.3 Раствор соляной кислоты, $c(HCl) = 2$ моль/л.

4.4 Раствор хлорида магния, $c(MgCl_2) = 0{,}4$ моль/л.

4.5 Ацетонитрил

4.6 Толуол

4.7 н-Гексан

4.8 Дихлорметан

4.9 Ацетон

4.10 Метанол

4.11 Смесь растворителей I: Смешивают 99 объемных частей толуола (4.6) с 1 объемной частью ледяной уксусной кислоты (4.2).

4.12 Смесь растворителей II: Смешивают 5 объемных частей ацетона (4.9) с 95 объемными частями толуола (4.6).

4.13 Смесь растворителей III: Смешивают 90 объемных частей толуола (4.6) с 10 объемными частями ледяной уксусной кислоты (4.2).

4.14 Подвижная фаза

Смешивают 99 объемных частей ацетонитрила (4.5) с 99 объемными частями воды и 2 объемными частями ледяной уксусной кислоты (4.2). Раствор дегазируют до использования.

4.15 Трехфтористый бор

4.16 Трехфтористый бор в растворе метанола, $\rho(BF_3) = 14$ г/100 мл.

Предупреждение – Используемый вытяжной шкаф должен быть в надлежащем состоянии. Следует избегать контакта с кожей, глазами и дыхательными путями.

4.17 Охратоксин А в кристаллах или в виде пленки в ампулах.

4.18 Исходный раствор охратоксина А

Растворяют 1 мг охратоксина А (кристаллы) (4.17) или содержимое одной ампулы (если охратоксин А был получен в виде пленки) в смеси растворителей I (4.11), чтобы получить раствор, содержащий приблизительно от 20 до 30 мкг/мл охратоксина А.

Чтобы определить точную концентрацию, строят кривую поглощения в диапазоне длины волны от 300 до 370 нм с шагом 5 нм в кварцевой кювете с толщиной погашающего слоя (5.5) со смесью растворителей I (4.11) в качестве эталона. Определяют длину волны для максимального значения поглощения с шагом 1 нм по отношению к эталону. Рассчитывают массовую концентрацию охратоксина А ρ_{OTA}, мкг/мл, по формуле (1)

$$\rho_{OTA} = A_{max} \times \frac{M \times 100}{k \times \delta}, \quad (1)$$

где A_{max} – максимальное значение поглощения, определенное по кривой поглощения (в данном случае при 333 нм);

M – молярная масса охратоксина А ($M = 403{,}8$ г/моль), г/моль;

k – молярный коэффициент поглощения охратоксина А в смеси растворителей I (в данном случае: 544 $м^2$/моль), $м^2$/моль;

δ – толщина поглощающего слоя кварцевой кюветы, см.

4.19 Стандартный раствор охратоксина А, $\rho_{OTA} = 1$ мкг/мл.

1 мл исходного раствора (4.18) или аликвотную порцию, эквивалентную 100 мкг охратоксина А, выпаривают досуха в потоке азота и разбавляют до 100 мл подвижной фазой (4.14).

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4 °С, периодически проверяя его стабильность.

4.20 Калибровочные растворы охратоксина А

Отмеривают пипеткой 1; 2,5; 4 и 5 мл стандартного раствора охратоксина А (4.19) в мерную колбу вместимостью 100 мл (5.12) и разбавляют до метки подвижной фазой (4.14). Количество охратоксина А в калибровочных растворах должно находиться в диапазоне от 0,2 до 1,0 нг на 20 мкл вводимого объема.

4.21 Раствор гипохлорита натрия, ρ(NaOCl) = 4 г/100 мл.

5 Аппаратура и оборудование

Используют стандартное лабораторное оборудование, а также следующее:

5.1 Лабораторная мельница, обеспечивающая измельчение до размеров частиц 1 мм.

5.2 Роторный испаритель с водяной баней, температуру которой можно регулировать в диапазоне от 20 °С до 50 °С.

5.3 Механический встряхиватель

5.4 Спектрометр, обеспечивающий измерение при длине волны от 300 до 370 нм с шириной спектральной полосы не более чем ±2 нм.

5.5 Кварцевые кюветы с толщиной поглощающего слоя 1 см и незначительным поглощением в диапазоне длины волны от 300 до 370 нм.

5.6 Центрифужные пробирки вместимостью 250 мл, пластиковые, изготовленные из полиэтилена высокой плотности, с резьбовыми крышками.

5.7 Охлаждающая центрифуга с центробежной силой не менее 3500*g* в нижней части центрифужных пробирок (5.6).

5.8 Колонки для твердофазной экстракции, например колонка SEP-PAK® [1] с картриджем, заполненным силикагелем одноразового использования.

После открытия пакета колонку выдерживают при температуре 105 °С в течение 2 ч и хранят с активированным силикагелем с индикатором влажности. Перед использованием промывают его 10 мл толуола (4.6). Процедуру проводят в каждой новой партии. В случае использования колонок SEP-PAK картриджи к ним имеют следующие характеристики:

– вместимость пропиленовой трубки: 3 мл;
– средняя масса наполнителя: 690 мг;
– размер пор: 12,5 нм;
– размер частиц: от 55 до 105 мкм.

5.9 Контейнеры для растворителей, например шприцы вместимостью 50 мл.

5.10 Грушевидные колбы вместимостью 50 мл, с притертой пробкой.

5.11 Делительная воронка вместимостью 50 мл.

5.12 Мерная колба вместимостью 100 мл.

5.13 Мембранный фильтр для водных растворов, изготовленный из политетрафторэтилена, диаметром 4 мм и размером пор 0,45 мкм.

5.14 Сито размером отверстия не более 1 мм.

5.15 Виалы с зажимными или резьбовыми крышками.

5.16 Микрошприц вместимостью 500 мкл.

5.17 Аппаратура для ВЭЖХ, состоящая из:

5.17.1 Высокоэффективного жидкостного хроматографа, резервуара для элюента, насоса, системы ввода проб, флуоресцентного детектора с устройством регулирования длины волны и обработкой данных, например интегратором с плоттером.

5.17.2 Аналитической разделительной колонки для ВЭЖХ с обращенной фазой, C_{18}, например Lichrospher® 100 RP 18 [2], которая обеспечивает удовлетворительную способность отделения пика охратоксина А от всех других пиков и имеет следующие характеристики:

– длина: 250 мм;
– внутренний диаметр: 4 мм;
– размер сферических частиц: 5 мкм.

Примечание – Можно также использовать колонки меньшего размера (например, колонки длиной от 120 до 150 мм).

[1] SEP-PAK® является примером продукта, имеющегося в продаже. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанного продукта.

[2] Lichrospher® 100 RP 18 является примером продукта, имеющегося в продаже. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанного продукта.

5.17.3 Предколонки, C_{18}, с характеристиками:
– длина: 40 мм;
– внутренний диаметр: 4 мм;
– размер сферических частиц: 5 мкм.

6 Методика

6.1 Общие положения

Определение должно выполняться за один рабочий день. При необходимости продолжения испытания после окончания рабочего дня используют автоматический дозатор.

6.2 Подготовка анализируемых проб

Анализируемые пробы измельчают с помощью лабораторной мельницы (5.1), полностью пропускают через сито (5.14) и тщательно перемешивают.

Примечание – Измельчение не требуется для пшеничной муки с максимальным размером частицы 250 мкм.

6.3 Экстракция охратоксина А из пробы

20 г пробы (m_0), подготовленной в соответствии с 6.2, взвешивают с точностью до 0,1 г и помещают в центрифужную пробирку (5.6). Если массовая доля охратоксина А превышает 0,5 мкг/кг, повторяют анализ, используя навеску массой 10 г, чтобы избежать риска неполного извлечения. Последовательно добавляют 30 мл раствора соляной кислоты (4.3), 50 мл раствора хлорида магния (4.4), перемешивают стеклянной палочкой и добавляют 100 мл толуола (4.6) (V_1).

Полученную суспензию встряхивают в течение 60 мин и центрифугируют. Время центрифугирования зависит от характеристик центрифуги. Для предотвращения потери толуола используется охлаждающая центрифуга.

Отбирают 50 мл (аликвотная порция толуола V_2) с верхнего слоя толуола и заливают в колонку для твердофазной экстракции, подготовленную в соответствии с 5.8, присоединенную к шприцу (5.9), используемому в качестве резервуара для растворителя.

Примечание 1 – Колонку не следует перегружать.

Колонку промывают два раза 10 мл *н*-гексана (4.7), два раза 10 мл смеси растворителей II (4.12) и один раз 5 мл толуола. Промывочные жидкости отбрасывают.

Элюируют охратоксин А двумя порциями по 15 мл смеси растворителей III (4.13) в грушевидную колбу (5.10) вместимостью 50 мл. Осторожно, не превышая температуру 40 °С, выпаривают элюат в условиях пониженного давления до состояния сухости. Полученный остаток смешивают с 1 мл (V_3) подвижной фазы (4.14) в грушевидной колбе и фильтруют через мембранный фильтр (5.13) в виалу (5.15) (раствор анализируемой пробы).

Примечание 2 – Элюирование охратоксина А и последующие этапы методики, описанные в данном разделе, могут зависеть от типа используемых колонок для твердофазной экстракции. Объем элюирования следует проверить на соответствие типу используемой колонки.

Примечание 3 – Размер и/или форма колбы может отрицательно сказаться на степени извлечения.

6.4 Рабочие условия ВЭЖХ

При использовании колонки согласно 5.17.2 и подвижной фазы согласно 4.14 следующие настройки являются оптимальными:

– скорость потока: 1 мл/мин;

– флуоресцентное детектирование: длина волны возбуждения – 330 нм, длина волны эмиссии – 460 нм;

– вводимый объем: 20 мкл (V_4).

6.5 Калибровочный график

В начале анализа и каждый раз, когда изменяются условия хроматографии, готовят калибровочный график.

Вводят не менее четырех калибровочных растворов с разными концентрациями (см. 4.20).

На график наносят значения флуоресценции калибровочных растворов охратоксина А (4.20) в зависимости от массовых концентраций охратоксина А в нанограммах.

Обеспечивают выполнение проверки линейности [10].

6.6 Идентификация

Идентифицируют охратоксин А, сравнивая время удерживания пробы с временем удерживания стандартного вещества.

Иногда может потребоваться идентифицировать пик охратоксина А посредством одновременного введения раствора анализируемой пробы и стандартного раствора.

6.7 Определение

Сразу проводят хроматографический анализ пробы. Чтобы выполнить анализ методом внешнего стандарта, интегрируют площадь пика или определяют высоту пика и сравнивают результаты с соответствующими значениями для стандартного вещества с ближайшей площадью/высотой пика или используют калибровочный график. В случае использования калибровочного графика необходимо приготовить дополнительные растворы с концентрациями в пределах линейного диапазона.

Вводят равные объемы раствора анализируемой пробы и стандартного раствора, используемого для калибровочного графика.

По калибровочному графику определяют массу охратоксина А (m_1), нг, соответствующую флуоресценции раствора анализируемой пробы.

Если количество охратоксина А в растворе анализируемой пробы находится за пределами диапазона значений калибровочного графика, увеличивают вводимый объем раствора анализируемой пробы или разбавляют его.

6.8 Подтверждение

Если необходимо, подтверждают отсутствие пика, соответствующего времени удерживания охратоксина А, наличием нового пика, соответствующего времени удерживания стандарта сложного метилового эфира охратоксина А, следующим образом.

500 мкл экстракта, приготовленного согласно 6.3, помещают в грушевидную колбу и выпаривают до состояния сухости в роторном испарителе (5.2). Смешивают полученный остаток с 1 мл дихлорметана (4.8) и добавляют 2 мл трехфтористого бора в растворе метанола (4.16).

Плотно закрывают колбу и нагревают на водяной бане при температуре от 50 °С до 60 °С в течение 15 мин. После охлаждения переливают раствор в делительную воронку вместимостью 50 мл, содержащую 30 мл воды, взбалтывают три раза с 10 мл дихлорметана, каждый раз в течение 30 с. Соединяют органические фазы во второй делительной воронке вместимостью 50 мл, добавляют 20 мл воды для промывки и встряхивают в течение 30 с.

Далее фильтруют дихлорметановую фазу через сульфат натрия (4.1) в грушевидную колбу, выпаривают до состояния сухости, смешивают с 500 мкл подвижной фазы (4.14) и проводят хроматографическое разделение при условиях, описанных в 6.4. Завершение дериватизации можно проверить по хроматограммам. При помощи настоящей методики проверяют массовые доли охратоксина А не менее 0,4 мкг/кг.

Соответствующий стандартный раствор (4.19) должен быть обработан отдельно, чтобы проверить время удерживания сложного метилового эфира охратоксина А и завершение дериватизации.

7 Вычисление

Вычисляют массовую долю охратоксина А w_{OTA}, мкг/кг, по формуле (2) (метод внешнего стандарта)

$$w_{OTA} = \frac{V_1 \times V_3 \times m_1}{V_2 \times V_4 \times m_0}, \quad (2)$$

где V_1 – объем растворителя, используемого для экстракции (6.2), мл (в данном случае 100 мл);

V_2 – объем центрифугата (аликвотная порция толуола), мл (в данном случае 50 мл);

V_3 – полный объем раствора анализируемой пробы, мл (в данном случае 1 мл);

V_4 – введенный объем, мл;

m_1 – масса охратоксина А, соответствующая измеренной площади пика или высоты пика, определенной по калибровочному графику, нг;

m_0 – масса навески, г.

Результаты регистрируют в соответствии с принятыми правилами, округляя их до двух знаков после запятой.

В случае осуществления каких-либо действий во избежание риска неполного извлечения необходимо их указывать.

8 Точность результатов испытаний

8.1 Общие положения

В приложении А приведена подробная информация межлабораторных испытаний прецизионности метода согласно [1]. Значения, полученные в ходе межлабораторных испытаний, не следует использовать для диапазонов концентраций и матриц, отличающихся от приведенных в приложении А.

8.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, которые были получены на идентичном испытательном материале одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должна превышать предел повторяемости r более чем в 5 % случаев.

Значения для муки из цельного зерна:

$\bar{x}$ = 0,41 мкг/кг; r = 0,18 мкг/кг;

$\bar{x}$ = 1,23 мкг/кг; r = 0,70 мкг/кг.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытаний, полученными на идентичном испытательном материале двумя лабораториями, не должна превышать предел воспроизводимости R более чем в 5 % случаев.

Значения для муки из цельного зерна:

$\bar{x}$ = 0,41 мкг/кг; R = 0,30 мкг/кг;

$\bar{x}$ = 1,23 мкг/кг; R = 1,10 мкг/кг.

9 Протокол испытаний

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

– всю информацию, необходимую для идентификации пробы;

– ссылку на настоящий стандарт;

– результаты испытания и единицы, в которых выражаются результаты;

– дату и методику отбора проб (если известна);

– дату получения пробы;

– дату проведения испытания;

– все особенности, которые были установлены в ходе проведения испытания;

– все операции, не установленные в методе или рассматриваемые как дополнительные, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)

Прецизионные данные

Данные, указанные ниже, были получены в ходе межлабораторных испытаний по [1], проводимых на пшеничной муке из цельного зерна Институтом Макса Петтенкофера Министерства здравоохранения, отдел пищевой химии, Берлин, Германия, [5], [6].

Таблица А.1

Проба	Мука из цельного зерна	Мука из цельного зерна
Год межлабораторного испытания	1993	1991
Количество лабораторий	13	13
Количество проб	1	1
Количество лабораторий, оставшихся после вычитания выбросов	13	13
Количество выбросов	0	0
Количество полученных результатов	65	65
Среднее значение $\bar{Ч}$, мкг/кг	0,407	1,227
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мкг/кг	0,062	0,248
Относительное стандартное отклонение повторяемости RSD_r, %	15,32	20,21
Предел повторяемости r, мкг/кг	0,176	0,702
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мкг/кг	0,105	0,388
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости RSD_R, %	25,80	31,62
Предел воспроизводимости R, мкг/кг	0,298	1,097
Степень извлечения, %	90 ± 15	80 ± 15

Библиография

[1] ISO 5725-:1986 Precision of test methods. Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
(Точность (правильность и прецизионность) методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью лабораторных испытаний)

[2] Majerus, P., Cutka, I., Dreyer, A., El-Dessouki, S., Eyrich, W., Reusch, H., Schurer, B., and Waiblinger, H.U.: Zur Belastungssituation von Ochratoxin A in Lebensmitteln pflanzlichen Ursprungs. In: Dt. Lebensm. Rundsch., 89, Vol 4 (1993) pp 112 ff
(Стрессовая ситуация от охратоксина А в пищевых продуктах растительного происхождения)

[3] Jiao, Y., Blaas, W., Rühl, Ch., and Weber, R.: Ochratoxin A in Lebensmitteln pflanzlicher Herkunft. In: Dt. Lebensm. Rundsch., 90, Vol 10 (1994) pp 318 ff
(Охратоксин А в продуктах растительного происхождения)

[4] Jiao, Y., Blaas, W., Rühl, Ch., and Weber, R.: Identification of ochratoxin A in food samples by chemical derivatization and gas chromatography – mass spectrometry. In: J. Chromat. 595 (1992) pp. 364 – 367
(Идентификация охратоксина А в пробах пищевых продуктов посредством химической дериватизации и газовой хроматографии – масс-спектрометрии).

[5] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Ochratoxin A: L 15.00-1 1992-12 (Food Analysis: Determination of Ochratoxin A in cereals and cereal products L 15.00-1 1992-12) in: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesgesundheitsamt (In: Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act; Methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods/Federal Health Office) Loseblattausgabe, Stand Aug. 1993 Bd. 1(Loose leaf edition, as of 1993 – 08 Vol. I.). Berlin, Köln, Beuth Verlag GmbH
(Анализ пищевых продуктов: определение охратоксина А в зерне и зерновых продуктах L 15.00-1 1992-12 в сборнике официальных методов согласно статье Немецкого федерального акта о пищевых продуктах. Методы отбора проб и анализа пищевых продуктов, табачных изделий, косметических продуктов и промышленных товаров)

[6] Majerus, P., Weber, R., and Wolff, J.,: Nachweis und Bestimmung von Ochratoxin A in Getreide und Getreideprodukten (Detection and determination of Ochratoxin A in cereals and cereal products) In: Bundesgesundheitsblatt (Journal of the Federal Health Office), 37,Nov. 1994, no 11, pp. 454 – 458
(Обнаружение и определение охратоксина А в зерне и зерновых продуктах в журнале Министерства здравоохранения)

[7] Tauchmann, F.; Mintzlaff, H.-J.; Leistner, L.: Schutzmaßnahmen beim Arbeiten mit Mykotoxinen (Protective measures for working with mycotoxins). Alimenta 1972, 11, 85
(Меры предосторожности при работе с микотоксинами)

[8] Castegnaro, M., Hunt, D.C., Sansone, E.B., Schuller, P.L., Siriwardana, M.G., Telling, G.M.,van Egmond, H.P., and Walker, E.A.: Laboratory decontamination and destruction of aflatoxins B1 , B2 , G1 and G2 in laboratory wastes. In: IARC Scientific publication no 37, International Agency for Research on Cancer (WHO), Lyon, France; 1980, 59 p
(Лабораторное обеззараживание и уничтожение афлатоксинов B_1, B_2, G_1 и G_2 в лабораторных отходах)

[9] Castegnaro, M., Barek, J., Fremy, J.M., Lafontaine, M., Miraglia, M., Sansone, E.B., and Telling, G.M.: Laboratory decontamination and destruction of carcinogens in laboratory wastes. In: IARC Scientific publication no 113, International Agency for Research on Cancer (WHO), Lyon, France; 1991, 63 p
(Лабораторное обеззараживание и уничтожение канцерогенов в лабораторных отходах)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 26.07.2012. Подписано в печать 14.09.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,39 Уч.- изд. л. 0,60 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru