ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОХРАТОКСИНА А В ЗЕРНЕ И ЗЕРНОВЫХ ПРОДУКТАХ

Часть 1

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с очисткой силикагелем

СТ РК ИСО 15141-1-2011

ISO 15141-1:1998 Foodstuffs. Determination of ochratoxin A in cereals and cereal products. Part 1. High performance liquid chromatographic method with silica gel clean up (IDT)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации», объединением юридических лиц «Казахстанская ассоциация технического нормирования и сертификации».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 4 ноября 2011 года № 595-од.

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 silica gel clean up (Продукты пищевые. Определение содержания охратоксина А в зерне и зерновых продуктах. Часть 1. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с очисткой силикагелем). Официальной версией является текст на государственном и русском языке.

Международный стандарт разработан Техническим Комитетом ISO ТК 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты», Подкомитет SC 4 «Злаковые и бобовые», согласно Соглашению о техническом сотрудничестве между ISO и CEN (Венское соглашение).

Перевод с английского языка (en)

Степень соответствия – идентичная, IDT

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2018 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОХРАТОКСИНА А В ЗЕРНЕ И ЗЕРНОВЫХ ПРОДУКТАХ ЧАСТЬ 1 МЕТОД ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ОЧИСТКОЙ СИЛИКАГЕЛЕМ

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

В настоящем стандарте установлен метод определения содержания охратоксина А в зерне и зерновых продуктах, превышающий 0,4 мкг/кг, с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с очисткой силикагелем.

Настоящий метод успешно подтвержден двумя межлабораторными исследованиями муки из цельного зерна пшеницы с содержанием 0,4 мкг/кг и 1,2 мкг/кг охратоксина А, проведенными согласно [1].

ПРИМЕЧАНИЕ Многочисленные лабораторные опыты показали, что настоящий метод также может применяться для зерновых, сухофруктов, масленичных культур, бобовых, вина, пива, фруктовых соков и сырого кофе, [2], [3], [4].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

СТ РК 1.9 – 2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан

EN ISO* 3696:2005 Water for analytical laboratory use. Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний).

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Нормативные документы по стандартизации», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Охратоксин А (ОТА) экстрагируют при помощи толуола после окисления соляной кислотой и после того, как ионная сила раствора была повышена путем добавления хлорида магния. Экстрагированное вещество очищают при помощи мини-силикагелевой колонки, содержание охратоксина А определяется при помощи высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с колонкой для обращёно-фазовой хроматографии и флуоресцентного детектора. Результат испытания подтверждают, если необходимо, путем дериватизации с трёхфтористым бором в растворе метанола [5], [6].

ПРИМЕЧАНИЕ Охратоксин А вызывает разрушение почек и печени, и вероятно, является канцерогеном. Необходимо соблюдать надлежащие меры осторожности [7] при обращении с такими соединениями, и в особенности избегать обращения с такими соединениями в сухом виде, так как электростатика может привести к их рассеиванию и вдыханию. Стеклянную лабораторную посуду можно дезинфицировать 4 % раствором гипохлорита натрия. Рекомендуется изучить официальный отчет Международного агентства по изучению рака (ВОЗ) [8], [9].

4 Реагенты

При проведении испытания, если иное не предусмотрено, необходимо использовать только реагенты с признанной аналитической чистотой и только дистиллированную воду или воду с 1 степенью чистоты согласно EN ISO 3696. Растворы должны иметь уровень качества, соответствующий испытанию ВЖХ.

4.1 Сульфат натрия, безводный.

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

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

4.4 Раствор хлорита 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 Смешанный растворитель I, толуол (4.6) и безводная уксусная кислота (4.2) 99:1 частей по объему (V + V).

4.12 Смешанный растворитель II, ацетон (4.9) и толуол (4.6) 5 + 95 (V + V).

4.13 Смешанный растворитель III, толуол (4.6) и безводная уксусная кислота (4.2) 90:10 (V + V).

4.14 Раствор подвижной фазы, смешивают 99 частей ацетонитрила (4.5) с 99 частями по объему безводной уксусной кислоты (4.2) и дегазируют перед использованием.

4.15 Трехфтористый бор.

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

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо использовать хорошо функционирующую вытяжку. Необходимо избегать контакта с кожей, глазами и дыхательными путями.

4.17 Охратоксин А, в кристаллической форме или в виде пленки в ампулах.

4.18 Исходный раствор охратоксина А, растворяют 1 мкг охратоксина А (кристаллы) (4.17) или содержание 1 ампулы (если охратоксин А получен в виде пленки) в смешанном растворителе I (4.11) для получения раствора, содержащего приблизительно от 20 мкг/мл до 30 мкг/мл охратоксина А.

Для определения точной концентрации необходимо зарегистрировать в качестве исходной концентрации кривую поглощения между длиной волны в 300 нм и 370 нм с интервалом в 5 нм в кварцевой кювете 1 см (5.5) со смешанным растворителем I (4.11). Длину волны при максимальном поглощении определяют путем регистрации максимального значения с интервалом 1 нм в качестве стандартного. Рассчитывают массовую концентрацию охратоксина А, ρ_{OTA}, в миллиграммах на миллилитр раствора при помощи Формулы (1):

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

где A_{max} - поглощение, определенное при максимальном значении кривой поглощения (здесь: при 333 нм);

M - относительная молекулярная масса охратоксина А (M = 403 г/моль);

k - молярный коэффициент поглощения охратоксина А в смешанном растворителе I (здесь: 544 $м^2$/моль);

δ - толщина слоя кюветы, см.

4.19 Стандартный раствор охратоксина А ρ_{OTA} = 1 мг/мл, при помощи потока азота выпаривают до сухого состояния 1 мл исходного раствора (4.18)

или аликвотную порцию, эквивалентную абсолютному количеству 100 мкг охратоксина А, и разбавляют до получения объема 100 мл при помощи раствора подвижной фазы (4.14).

Такой раствор хранится в холодильной установке при температуре 4 °С. Стабильность раствора необходимо проверять.

4.20 Градуировочные растворы охратоксина А, при помощи пипетки добавляют определенные объемы стандартного раствора охратоксина А (4.19), например, 1 мл, 2,5 мл, 4 мл и 5 мл в мерную колбу объемом, например, 100 мл (5.12) и разбавляют до отметки при помощи раствора подвижной фазы (4.14). Содержание охратоксина А в калибровочных растворах должно находиться в пределах от 0,2 нг до 1,0 нг на объем инжекции 20 мкл.

4.21 Раствор гипохлорита натрия *r*(NaOCl) = 4 г / 100 мл.

5 Аппаратура

Используется обычная лабораторная аппаратура, а также:

5.1 Лабораторная мельница, с возможностью получения частиц размером до 1 мм.

5.2 Роторный испаритель, с водяной баней, регулируемой при температуре от 20 °С до 50 °С.

5.3 Механический встряхиватель.

5.4 Спектрометр, подходящий для измерений при длине волны от 300 нм до 370 нм, с шириной спектральной полосы не более ± 2 нм.

5.5 Кварцевые кюветы, с толщиной 1 см и незначительным поглощением при ширине волны от 300 нм до 370 нм.

5.6 Центрифужные пробирки, например, объемом 250 мл, изготовленные из полиэтилена повышенной плотности (ПЭПП), с навинчивающимся колпачком.

5.7 Охлаждающие центрифуги, желательно рефрижераторная центрифуга, способная производить гравитационную силу, как минимум, 3500 гр на дне центрифужных пробирок (5.6).

5.8 Колонка для твердофазной экстракции, например, SEP-PAKT[1] с использованием силикагеля.

После открытия насадки устанавливают температуру в 105 °С в течение 2 часов и устанавливают над активированным силикагелем с индикатором влажности. Перед использованием колонку промывают 10 мл толуола (4.6). Извлечение проверяют с каждой новой группой. В случае использования колонок SEP-PAK картриджи имеют следующие технические параметры:

- средняя масса сорбента: 690 мг
- размер поры: 12,5 нм

[1] SEP-PAKT является примером подходящей продукции, имеющейся в продаже.

- размер частиц: от 55 мкм до 105 мкм

В полипропиленовой трубке объемом 3 мл.

5.9 Посуда для растворителей, такая как шприцы, например, объемом 50 мл с центральным отверстием и противовыбросовой задвижкой.

5.10 Грушевидная колба 50 мл, со стеклянным шлифом.

5.11 Сортировочная воронка 50 мл.

5.12 Мерная колба 100 мл.

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

5.14 Сито, с размером ячейки не более 1 мм.

5.15 Пробирки, с изогнутой крышкой или пробирки с завинчивающейся крышкой.

5.16 Шприц с мелкой градуировкой, объемом 500 мкл.

5.17 Оборудование для ВЭЖХ, включающее следующее:

5.17.1 Высокоэффективный жидкостный хроматограф, отдел для растворителя, насос, инжекторная система, флуоресцентный детектор с изменяемой длиной волны и обработкой данных, например, самописец.

5.17.2 Аналитическая разделительная колонка обратно-фазовой ВЖХ, C_{18}, например, Lichrospher 100 RP 18, которая обеспечивает четкое отделение пика охратоксина А от всех других пиков.

- длина: 250 мм
- внутренний диаметр: 4 мм
- размер сферических частиц: 5 мкм

ПРИМЕЧАНИЕ Можно исполизовать более короткие колонки (т.е. колонки длиной от 120 мм до 150 мм)

5.17.3 Предколонка, C_{18}

- длина: 40 мм
- внутренний диаметр: 4 мм
- размер сферических частиц: 5 мкм

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается применение средств измерений и оборудования с такими же или аналогичными или выше метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов по качеству не ниже вышеуказанных

5.18 Устройство подсчета времени (часы).

5.19 Термометр для измерения температуры жидких и газообразных сред.

6 Процедура проведения испытания

6.1 Общие положения

Вся аналитическая процедура испытания проводится в течение одного рабочего дня. Если производится испытание нескольких проб в одно и то же время, все пробы должны быть испытаны в течение следующей ночи при помощи автоматического инжектора пробы.

6.2 Подготовка пробы для испытания

Измельчают испытуемую пробу при помощи лабораторной мельницы (5.1) так, чтобы ее частицы проходили через сито (5.14) и тщательно перемешивают.

6.3 Экстрагирование охратоксина А из испытуемой пробы

Помещают 20 г (m_0) пробы, взвешенной с точностью 0,1 г, подготовленную как указано в 6.2, в центрифужную пробирку (5.6). При содержании охратоксина А более, чем 5,0 мкг/кг повторяют испытание на пробе массой 10 г, в противном случае следует учитывать риск уменьшения извлечения. Последовательно добавляют 30 мл раствора соляной кислоты (4.3), 50 мл раствора хлорита магния (4.4), взбалтывают стеклянной палочкой и добавляют 100 мл толуола (4.6) (V_1). Взбалтывают в течение 60 минут и далее центрифугируют. Время центрифугирования зависит от эффективности центрифуги, в то время как охлаждение предотвращает потерю толуола. Удаляют 50 мл (аликвотная порция толуола V_2) из верхнего слоя толуола и помещают в одноразовую мини-колонку твердой фазы, подготовленную как указано в 5.8, к которой присоединен шприц (5.9) в качестве емкости для растворителя.

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо соблюдать осторожность, чтобы не перегрузить колонку.

Промывают колонку два раза 10 мл н-гексаном (4.7), затем также промывают колонку два раза 10 мл смешанным растворителем II (4.12). Последовательно промывают при помощи 5 мл толуола. Сливают все омывающие растворы.

Элюирует охратоксин А при помощи смешанного раствора III (4.13) объемом 15 мл в грушевидной колбе объемом 50 мл (5.10). Выпаривают элюат под низким давлением до сухого состояния при температуре не выше 40 °С. Помещают при помощи пипетки 1 мл (V_3) остатка раствора подвижной фазы (4.14) в грушевидную колбу и фильтруют через мембранный фильтр

(5.13) в пробирку (5.15) (испытуемый раствор).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Измельчение не требуется для пшеничной муки с максимальным размером частиц 250 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Элюирование охратоксина А и последующие шаги выполнения процедуры, описанной в настоящем пункте, могут зависеть от типа используемой колонки для твердофазной экстракции. Элюирующий объем для пробы необходимо проверять на приемлемость для типа используемой колонки.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Размер и/или форма колбы может оказать негативное воздействие на извлечение.

6.4 Технические условия ВЖХ

Следующие настройки являются приемлемыми при использовании колонки согласно 5.17.2 и подвижной фазы согласно 4.14.

Скорость потока: 1 мл/мин

Флуоресцентный детектор:

Длина волны возмущения: 330 нм

Длина волны излучения: 460 нм

Объем вводимой пробы: 20 мл (V_4)

6.5 Градуировочная кривая

Градуировочную кривую составляют в начале испытания и при изменении хроматографических условий.

Инжектируют, минимум, четыре градуировочных раствора с различными приемлемыми концентрациями (4.20).

Строят кривую, исходя из отношения флуоресцентных значений градуировочных растворов охратоксина А (4.20) к массовой концентрации охратоксина А в нанограммах.

Проводят тест на линейность [10].

6.6 Выявление охратоксина А

Содержание охратоксина А выявляют путем сравнения времени удержания пробы с временем удержания стандартного вещества.

Иногда для выявления пика охратоксина А необходимо провести одновременную инжекцию испытываемого раствора и стандартного раствора.

6.7 Определение охратоксина А

Немедленно производят хроматографию пробы. Для проведения определения методом внешнего стандарта интегрируют область пика или определяют высоту пика, и сравнивают результаты с соответствующими значениями стандартного вещества с наиболее близкой областью пика, либо используют градуировочную кривую. В случае использования градуировочной кривой можно подготовить дополнительные растворы с концентрациями в рамках линейного диапазона для градуировочной кривой.

Инжектируют равные объемы испытываемого раствора и стандартного раствора для градуировочной кривой.

Рассчитывают массу охратоксина А, (m_1), в нанограммах, соответствующую флуоресценции испытываемого раствора из градуировочной кривой.

Если значение содержания охратоксина А в пробе выходит за рамки градуировочной кривой, подбирают количество инжектируемой пробы путем концентрации или разбавления испытываемого раствора.

6.8 Подтверждение

При необходимости подтверждают идентичность путем исчезновения пика в течение времени удержания охратоксина А и появлением нового пика в течение такого же времени удержания стандартного сложного метилового эфира охратоксина А.

500 мл экстрагированной жидкости, подготовленной согласно 6.3, помещают в грушевидную колбу и испаряют до сухого состояния в роторном испарителе (5.2). Оставшееся вещество добавляют в 1 мл дихлорметана (4.8) и добавляют 2 мл метанольный раствор трехфтористого бора (4.16).

Плотно закупоривают колбу и нагревают в водяной бане при температуре от 50 °С до 60 °С в течение 15 минут. После охлаждения помещают раствор в делительную воронку объемом 50 мл, содержащую 30 мл воды, взбалтывают 3 раза с 10 мл дихлорметана каждый раз по 30 секунд. Объединяют органические фазы во второй сортировочной воронке объемом 50 мл, добавляют 20 мл воды для промывания и взбалтывают в течение 30 секунд.

Последовательно фильтруют раствор фазы дихлорметана через сульфат натрия (4.1) в грушевидную колбу, испаряют до сухого состояния, помещают в раствор подвижной фазы объемом 500 мл (4.14) и подвергаю такой раствор хроматографическому разложению при условиях, указанных в 6.4. Завершение дериватизации можно проверить при помощи хроматограмм. При помощи данной процедуры можно подтвердить массовую долю охратоксина А не меньше 0,4 мкг/кг.

Стандартный раствор (4.19) испытывают отдельно для проверки времени удержания сложного метилового эфира охратоксина А и завершения дериватизации.

7 Расчет результатов испытания

Массовую долю охратоксина А w_{OTA} в микрограммах на килограмм рассчитывают при помощи Формулы (2) (метод внешнего стандарта):

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

где V_1 - объем растворителя, используемого для экстрагирования (6.2), мм в данном случае: 100 мл;

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

V_3 - общий объем испытываемого раствора, мл в данном случае: 1 мл;

V_4 - объем вводимой пробы, мл;

m_1 - масса охратоксина А, соответствующая измеренной области пика или высоте пика, считанной с калибровочной кривой, нгр;

m_0 - масса порции, гр.

Результат регистрируют и округляют до двух десятых. Необходимо отмечать случаи применения или не применения поправки на извлечение.

8 Точность и отклонение метода

8.1 Общие положения

Подробная информация о межлабораторном испытании прецизионности метода согласно [1] представлена в Приложении А. Значения, полученные в ходе межлабораторного испытания, могут применяться для диапазона концентрации определяемого вещества и матриц, не представленных в Приложении А.

8.2 Повторяемость

Абсолютная разница между результатами двух отдельных испытаний, полученными на идентичном тестовом материале одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение как можно более короткого промежутка времени превышает предел повторяемости *r* не более, чем в 5 % случаев.

Значения для непросеянной пшеничной муки:

x = 0,41 мкг/кг	r = 0,18 мкг/кг
x = 1,23 мкг/кг	r = 0,70 мкг/кг

8.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами двух отдельных испытаний, полученными на идентичном тестовом материале, представленными двумя лабораториями, превышает предел воспроизводимости R не более, чем в 5 % случаев.

Значения для непросеянной пшеничной муки:

x = 0,41 мкг/кг	R = 0,30 мкг/кг
x = 1,23 мкг/кг	R = 1,10 мкг/кг

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, минимум, следующую информацию:

- всю информацию, необходимую для идентификации пробы;
- ссылку на настоящий стандарт, либо на использованный метод;
- результаты и единицы измерения, в которых выражены результаты;
- дата и метод отбора проб (если известно);
- дата получения лабораторной пробы;
- дата проведения испытания;
- любые специфические моменты, выявленные в ходе проведения испытания;
- любые операции, не установленные в настоящем методе, или являющиеся необязательными, но которые могут повлиять на результаты.

Приложение А
(информационное)

Данные об испытаниях

Следующие данные были получены в ходе межлабораторных испытаний согласно [1], проведенные на непросеянной пшеничной муке в институте Макса фон Петтенкофера (Max-von-Pettenkofer-Institute) Федерального органа здравоохранения, отдела пищевой химии, Берлин, Германия [5], [6].

Таблица А.1

Проба	Непросеянная пшеничная мука	Непросеянная пшеничная мука
Год проведения межлабораторного испытания	1993	1991
Количество лабораторий	13	13
Количество проб	1	1
Количество лабораторий после исключения резко отклоняющихся значений	13	13
Количество резко отклоняющихся значений	0	0
Количество принятых результатов	65	65
Среднее значение x (мкг/кг)	0,407	1,227
Среднее отклонение повторяемости s_r (мкг/кг)	0,062	0,248
Относительное среднее отклонение повторяемости RSD_r	15,32 %	20,21 %
Предел повторяемости r (мкг/кг)	0,176	0,702
Среднее отклонение воспроизводимости s_R (мкг/кг)	0,105	0,388
Относительное среднее отклонение воспроизводимости RSD_R	25,80 %	31,62 %
Предел воспроизводимости R (мкг/кг)	0,298	1,097
Извлечение	90 % ± 15 %	80 % ± 15 %

Библиография

[1] ISO 5725:1986* Precision of test methods. Determination of reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests. (Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных 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. (Майерус П., Кутка И., Дрейер А., Эль-Дессоуки С., Ойрих В., Ройш Х., Шурер Б., и Вайблингер Б. H.U.: О положении нагрузки охратоксина А в пищевых продуктах растительного происхождения. Из: Германского обозрения продуктов питания, 89, Том 4 (1993 г.) стр 112 и сл.стр.)

[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 (Джиао Й., Блаас В., Рюль Ч. и Вебер Р.: Охратоксин А в пищевых продуктах растительного происхождения. Из: Германского обозрения продуктов питания, 90, том 10 (1994 г.) стр. 318 и сл. стр).

[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 (Джиао Й., Блаас В., Рюль Ч. и Вебер Р.: Определение содержания охратоксина А в пробах пищевых продуктов путем химической дериватизации и газовой хроматографии - масс-спектрометрия. Из: J. Chromat. 595 (1992 г.) стр. 364 – 367).

[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 (Испытание пищевых продуктов: Определение содержания охратоксина А: L 15.00-1 1992-12 (Испытание пищевых продуктов: Определение содержания охратоксина А в зерне и зерновых продуктах L 15.00-1 1992-12) из: Собрание официальных методов согласно статье 35 Федерального закона Германии о пищевых

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

продуктах; Методы отбора проб и испытания пищевых продуктов, табачной продукции, косметики и промышленных товаров/Федеральный орган здравоохранения выпуск журнала несброшюрованными листами, от 1993г - 08 том I. Берлин, Кёльн, издательство ТОО «Бойт»).

[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 (Майерус П., Вебер Р. и Вольф Й.: Выявление и определение содержания охратоксина А в зерне и зерновых продуктах из журнала Федерального органа здравоохранения, 37, ноябрь 1994 г, Номер 11, стр. 454 – 458).

[7] Tauchmann, F.; Mintzlaff, H.-J.; Leistner, L.: Schutzmaßnahmen beim Arbeiten mit Mykotoxinen (Protective measures for working with mycotoxins) Alimenta 1972, 11, 85 (Таухманн Ф., Минтцлафф Х-Й., Ляйстнер Л.: Защитные меры при работе с микотоксинами Alimenta 1972 г., 11, 85).

[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. (Кастегнаро М., Хант Д.С., Сансоне Е.Б., Шуллер П.Л., Сиривардана М.Г., Теллинг Г.М., Ван Егмонд Х.П. и Уолкер Е.А.: Лабораторная дезинфекция и разложение афлатоксинов B_1, B_2, G_1 и G_2 в лабораторные отходы. Из: IARC Научная публикация IARC номер 37, Международное агентство по изучению рака (ВОЗ), Лион, Франция; 1980 г., 59 стр).

[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, 63p (Кастегнаро М., Барек Дж., Фреми Дж.М., Лафонтаине М., Мираглиа М., Сансоне Е.Б. и Теллинг Г.М.: Лабораторная дезинфекция и разложение канцерогенов в лабораторные отходы. Из: Научная публикация IARC номер 113, Международное агентство по изучению рака (ВОЗ), Лион, Франция; 1991 г, 63 стр).

[10] van Trijp, J.M.P. and Roos, A.H.: Model for the calculation of calibration curves, RIKILT Report 91.02, January 1991 (Ван Трийп Дж.М.П. и Роос А.Х.: Модель для расчета калибровочных кривых, Отчет RIKILT 91.02, январь 1991 г).

УДК 633.1.001.4:006.354 **МКС 67.060**

Ключевые слова: охратоксин А, высокоэффективная жидкостная хроматография, флуоресцентный детектор

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru