

Lời nói đầu

TCVN 7595-1:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 15141-1:1998;

TCVN 7595-1:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13
Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn
Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định ocratoxin A trong ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Phần 1: Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao làm sạch bằng silica gel

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định ocratoxin A với các hàm lượng lớn hơn 0,4 µg/kg.

Phương pháp này đã được đánh giá thành công trong hai nghiên cứu liên phòng thử nghiệm theo ISO 5725 : 1986 [1], thực hiện trên bột mì có chứa hàm lượng ocratoxin A từ 0,4 µg/kg đến 1,2 µg/kg.

CHÚ THÍCH Kinh nghiệm của nhiều phòng thử nghiệm cho thấy rằng phương pháp này cũng có thể áp dụng cho ngũ cốc, quả khô, các hạt có dầu, đậu đỗ, rượu vang, bia, nước quả ép và cà phê nguyên liệu, xem [2], [3] và [4].

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851–89 (ISO 3696:1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

Sau khi đã axit hoá bằng axit clohydric và nồng độ ion được tăng bằng cách bổ sung magiê clorua, dùng toluene để chiết ocratoxin A (OTA). Làm sạch dịch chiết trên một cột nhỏ silicagel và xác định ocratoxin A bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) trên cột pha đảo, nhận dạng và sửa đổi bằng huỳnh quang. Kết quả được xác minh lại bằng dẫn xuất với bo triflorua trong dung dịch metanol [5], [6], nếu cần.

CẢNH BÁO Ocratoxin A gây độc đến gan, thận và có thể gây ung thư. Phải tuân thủ các yêu cầu phòng ngừa về an toàn thích hợp [7] khi xử lý các hợp chất như thế và đặc biệt là tránh xử lý chúng dưới dạng khô vì bản chất tĩnh điện học có thể dẫn đến sự phân tán và hít phải. Các dụng cụ thủy tinh có thể khử nhiễm bằng dung dịch natri hypoclorit 4 %. Cần chú ý tới lời cảnh báo của Tổ chức Quốc tế về Nghiên cứu bệnh ung thư (Tổ chức Y tế Thế giới) [8], [9].

4 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử được công nhận đạt chất lượng tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước loại 1 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác. Dung môi phải đạt chất lượng để dùng cho phân tích HPLC.

4.1 Natri sunfat, dạng khan.

4.2 Axit axetic băng, $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 98 \%$.

4.3 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$.

4.4 Dung dịch magiê clorua, $c(\text{MgCl}_2) = 0,4 \text{ mol/l}$.

4.5 Axetonitril.

4.6 Toluên.

4.7 *n*-Hexan.

4.8 Diclorometan.

4.9 Axeton.

4.10 Metanol.

4.11 Hỗn hợp dung môi I: toluên (4.6) và axit axetic băng (4.2) với các phần tương ứng là 99 + 1 theo các phần thể tích (V+V).

4.12 Hỗn hợp dung môi II: axeton (4.9) và toluên (4.6) với các phần tương ứng là 5 + 95 (V+V).

4.13 Hỗn hợp dung môi III: toluên (4.6) và axit axetic băng (4.2) với các phần tương ứng là 90 + 10 (V+V).

4.14 Pha động.

Trộn 99 phần thể tích axetonitril (4.5) với 99 phần thể tích nước và 2 phần thể tích axit axetic băng (4.2) và khử khí dung dịch này trước khi sử dụng.

4.15 Bo triflorua.

4.16 Bo triflorua trong dung dịch metanol, $\rho(\text{BF}_3) = 14 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

CẢNH BÁO Sử dụng tủ hút thông gió tốt. Tránh để tiếp xúc với da, mắt và đường hô hấp.

4.17 Ocratoxin A, dạng tinh thể hoặc dưới dạng viên nang.

4.18 Dung dịch gốc ocratoxin A

Hoà tan 1 mg ocratoxin A (tinh thể) (4.17) hoặc lượng chứa trong 1 viên nang (nếu ocratoxin A thu được dưới dạng màng mỏng) vào trong hỗn hợp dung môi I (4.11) để có được dung dịch chứa khoảng từ 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ đến 30 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ocratoxin A.

Để xác định nồng độ chính xác, ghi lại đường hấp thụ giữa bước sóng cách nhau 5 nm trong dải từ 300 nm đến 370 nm trong cuvet thạch anh 1 cm (5.5) có hỗn hợp dung môi (4.11) làm chất chuẩn. Nhận biết bước sóng có độ hấp thụ cực đại bằng cách ghi lại theo các bước sóng cách nhau 1 nm xung quanh giá trị cực đại làm chuẩn. Tính nồng độ khối lượng của ocratoxin A, ρ_{OTA} , tính bằng microgam trên mililit dung dịch, sử dụng công thức (1):

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

trong đó

A_{max} là độ hấp thụ xác định được tại điểm cực đại của đường hấp thụ (ở đây: tại 333 nm);

M là khối lượng phân tử tương đối của ocratoxin A ($M = 403 \text{ g}/\text{mol}$);

κ là hệ số hấp thụ phân tử của ocratoxin A, trong hỗn hợp dung môi I (ở đây là $544 \text{ m}^2/\text{mol}$);

δ là chiều dài đường quang của cuvet, tính bằng centimet.

4.19 Dung dịch chuẩn ocratoxin A, $\rho_{\text{OTA}} = 1 \mu\text{g}/\text{ml}$

Cho bay hơi dưới dòng khí nitơ cho đến khô: 1 ml dung dịch chuẩn gốc (4.18) hoặc một phần tương đương với một lượng chính xác 100 μg ocratoxin A đến khô, rồi dùng pha động (4.14) để pha loãng đến 100 ml.

Dung dịch này có thể bảo quản ở 4 °C trong tủ lạnh. Cần kiểm tra tính ổn định của dung dịch.

4.20 Dung dịch hiệu chuẩn ocratoxin A

Dùng pipet lấy các dung tích thích hợp của dung dịch chuẩn ocratoxin A (4.19), ví dụ: 1 ml, 2,5 ml, 4 ml và 5 ml cho vào bình định mức 100 ml (5.12) và dùng pha động (4.14) để pha loãng đến vạch mức.

Nồng độ ocratoxin A trong các dung dịch hiệu chuẩn cần nằm trong dãy 0,2 ng đến 1,0 ng trong 20 μ l thể tích bơm.

4.21 Dung dịch natri hypochlorit, ρ (NaOCl) = 4 g/100 ml

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Máy nghiền phòng thử nghiệm, thích hợp để nghiền mẫu đến 1 mm.

5.2 Bộ cất quay, có nồi cách thủy có thể kiểm soát được nhiệt độ từ 20 °C đến 50 °C.

5.3 Máy lắc cơ học.

5.4 Máy đo phổ, có thể đo ở bước sóng từ 300 nm đến 370 nm, có chiều rộng đường phổ không quá ± 2 nm.

5.5 Cuvet thạch anh, có chiều dài đường quang 1 cm và hấp thụ không đáng kể ở bước sóng từ 300 nm đến 370 nm.

5.6 Ống ly tâm, ví dụ: có dung tích 250 ml, bằng chất dẻo polyetylen khối lượng riêng cao (HDPE), có nắp vặn.

5.7 Máy ly tâm lạnh, thích hợp nhất là máy ly tâm lạnh, có thể tạo ra lực hấp dẫn ít nhất là 3500 g ở đáy của các ống ly tâm (5.6).

5.8 Cột chiết pha rắn, ví dụ: silicagel sử dụng một lần SEP-PAK®¹⁾

Sau khi mở bao gói, ổn định ở 105 °C trong 2 giờ và bảo quản silicagel đã hoạt hoá có chất chỉ thị ẩm. Trước khi sử dụng, dùng 10 ml toluen (4.6) để rửa. Kiểm tra độ thu hồi với mỗi mẻ mới. Trong trường hợp sử dụng cột SEP-PAK, thì trên hộp phải có qui định sau:

- khối lượng trung bình của vật liệu nhồi bên trong : 690 mg
- cỡ lỗ: 12,5 nm
- cỡ hạt: 55 μ m đến 105 μ m

trong một ống polypropylen 3 ml.

5.9 Bình chứa dung môi, giống như một ống xiranh, ví dụ: dung tích 50 ml có lỗ ở giữa và có khoá.

¹⁾ SEP-PAK® là một ví dụ về sản phẩm thích hợp sẵn có trong thương mại. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng Tiêu chuẩn này và không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó.

5.10 Bình hình quả lê, 50 ml; có khớp nối thủy tinh mài.

5.11 Phễu chiết, 50 ml.

5.12 Bình định mức, 100 ml.

5.13 Bộ lọc màng dùng cho các dung dịch lỏng, được làm bằng polytetrafluoroetylen (PTFE), có đường kính 4 mm và cỡ lỗ 0,45 μm .

5.14 Sàng, có cỡ lỗ không quá 1 mm.

5.15 Lọ, có nắp vặn hoặc lọ có nắp xoáy.

5.16 Micro xyranh, 500 μl .

5.17 Thiết bị HPLC, gồm có:

5.17.1 Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao, bình chứa dung môi, bơm, hệ thống bơm mẫu, detector huỳnh quang có lắp đặt bước sóng thay đổi được và bộ xử lý dữ liệu, ví dụ: một bộ tích phân và máy vẽ đồ thị.

5.17.2 Cột tách HPLC pha đảo phân tích, C_{18} , ví dụ: Lichrospher[®] 100 RP 18²⁾, đảm bảo tách được đường nền phân giải của pic ocratoxin A ra khỏi tất cả các pic khác.

– chiều dài: 250 mm

– đường kính trong: 4 mm

– hạt hình cầu có cỡ: 5 μm

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng cột ngắn hơn (ví dụ: cột có chiều dài 120 cm đến 150 cm).

5.17.3 Bộ phận bảo vệ trước cột, C_{18} ,

– chiều dài: 40 mm

– đường kính trong: 4 mm

– hạt hình cầu có cỡ: 5 μm

6 Cách tiến hành

²⁾ Lichrospher[®] 100 RP 18 là một ví dụ về sản phẩm thích hợp sẵn có trong thương mại. Thông tin này đưa ra để tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó.

6.1 Khái quát

Toàn bộ qui trình phân tích cần được thực hiện trong ngày. Nếu một số mẫu được chuẩn bị cùng một lúc thì toàn bộ các mẫu đó cần được phân tích cùng một thời điểm trong suốt cả đêm bằng cách sử dụng bộ bơm mẫu tự động.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Dùng máy nghiền phòng thử nghiệm (5.1) nghiền nhỏ mẫu cho đến khi lọt qua sàng (5.14) và trộn kỹ.

CHÚ THÍCH Đối với bột mì có cỡ hạt tối đa là 250 μm thì không cần thiết phải nghiền.

6.3 Chiết ocratoxin A ra khỏi mẫu

Cân 20 g (m_0) mẫu đã chuẩn bị theo 6.2, chính xác đến 0,1 g, cho vào ống ly tâm (5.6). Đối với hàm lượng ocratoxin A lớn hơn 5,0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ thì lặp lại phép phân tích sử dụng 10,0 g phần mẫu thử, mặt khác, cũng phải tính đến nguy cơ bị giảm độ thu hồi. Tiếp theo, cho 30 ml dung dịch axit clohydric (4.3), 50 ml dung dịch magiê clorua (4.4), dùng đũa thủy tinh để khuấy và thêm 100 ml toluen (4.6) (V_1).

Lắc trong 60 phút và sau đó cho ly tâm huyền phù. Thời gian ly tâm phụ thuộc vào hiệu quả của máy ly tâm, việc làm lạnh tránh thất thoát toluen. Lấy ra 50 ml (= phần thể tích của toluen V_2) ra khỏi lớp toluen phía trên và nạp vào cột pha rắn loại nhỏ sử dụng một lần đã được chuẩn bị theo 5.8 và cột này được nối với xyranh (5.9) làm nơi chứa dung môi.

CHÚ THÍCH 1 Chú ý không để tràn cột.

Rửa cột hai lần, mỗi lần bằng 10 ml n-hexan (4.7) và rửa tiếp hai lần, mỗi lần bằng 10 ml hỗn hợp dung môi II (4.12). Tiếp theo, rửa bằng 5 ml toluen. Loại bỏ tất cả nước rửa.

Rửa giải ocratoxin A bằng hai phần hỗn hợp dung môi III (4.13) mỗi phần 15 ml cho vào bình hình quả lê 50 ml (5.10). Cho bay hơi dịch rửa giải dưới áp suất giảm cho đến khô, chú ý không để nhiệt độ vượt quá 40 °C. Lấy phần cặn ra, dùng pipet hút 1 ml (V_3) pha động (4.14) cho vào bình hình quả lê và lọc qua bộ lọc màng (5.13) vào lọ (5.15) (= dung dịch mẫu thử).

CHÚ THÍCH 2 Việc rửa giải ocratoxin A và các bước tiếp theo trong cách tiến hành đã mô tả trong điều này có thể phụ thuộc vào loại cột chiết pha rắn được sử dụng. Ví dụ: thể tích rửa giải cần được kiểm tra xem có thích hợp cho loại cột được sử dụng hay không.

CHÚ THÍCH 3 Cỡ và/hoặc hình dạng của bình có thể làm giảm độ thu hồi.

6.4 Điều kiện vận hành HPLC

Khi sử dụng cột theo 5.17.2 và pha động theo 4.14 thì cài đặt như sau đây là thích hợp:

Tốc độ dòng:	1 ml/phút
Phát hiện huỳnh quang:	Bước sóng kích thích: 330 nm
	Bước sóng phát xạ: 460 nm
Thể tích bơm:	20 μ l (V_4)

6.5 Đường chuẩn

Chuẩn bị đường chuẩn ngay từ khi bắt đầu phân tích và bất cứ khi nào thay đổi các điều kiện sắc ký.

Bơm ít nhất bốn dung dịch hiệu chuẩn có các nồng độ thích hợp khác nhau (4.20).

Vẽ đồ thị các giá trị phát huỳnh quang của các dung dịch hiệu chuẩn ocratoxin A (4.20) dựa theo các nồng độ khối lượng ocratoxin A tính bằng nanogam.

Cần kiểm tra độ tuyến tính [10].

6.6 Nhận biết

Nhận biết ocratoxin A bằng cách so sánh thời gian lưu của mẫu với thời gian lưu của chất chuẩn.

Đôi khi có thể cần phải nhận biết pic của ocratoxin A bằng cách bơm đồng thời dung dịch mẫu thử và dung dịch chuẩn.

6.7 Xác định

Chạy sắc ký ngay đối với mẫu thử. Tiến hành xác định bằng phương pháp ngoại chuẩn, tích phân diện tích pic hoặc xác định chiều cao pic và so sánh các kết quả thu được với các giá trị của chất chuẩn với diện tích pic/chiều cao pic gần nhất, hoặc sử dụng đường chuẩn. Trong trường hợp đường chuẩn thì các dung dịch bổ sung có các nồng độ nằm trong dải tuyến tính có thể được chuẩn bị cho đường chuẩn.

Bơm các thể tích bằng nhau của dung dịch mẫu thử và dung dịch chuẩn được dùng cho đường chuẩn.

Đọc khối lượng ocratoxin A, (m_1) tính bằng nanogam, tương ứng với huỳnh quang của dung dịch mẫu thử từ đường chuẩn.

Nếu hàm lượng ocratoxin A của mẫu nằm ngoài đường chuẩn, thì điều chỉnh lượng mẫu bơm bằng cách cô đặc hoặc pha loãng dung dịch mẫu thử.

6.8 Khẳng định

Nếu cần khẳng định việc nhận biết bằng cách làm biến mất pic tại thời gian lưu đối với ocratoxin A và cho xuất hiện lại pic mới tại cùng thời gian lưu như thời gian lưu của este metyl chuẩn của ocratoxin A.

Lấy 500 µl dịch chiết đã chuẩn bị theo 6.3, chuyển sang bình hình quả lê và cho bay hơi đến khô trong bộ cất quay (5.2). Cho 1 ml diclorometan (4.8) và thêm 2 ml dung dịch bo triflorua metanol (4.16) vào phần cặn còn lại.

Đậy chặt nắp bình và đun trên nồi cách thủy trong 15 phút ở 50 °C đến 60 °C. Sau khi để nguội, chuyển dung dịch sang phễu chiết 50 ml có chứa 30 ml nước, lắc ba lần, mỗi lần 30 giây sau khi đã thêm 10 ml diclorometan. Gộp các pha hữu cơ vào phễu chiết 50 ml thứ hai, thêm 20 ml nước để rửa và lắc trong 30 giây.

Tiếp theo, lọc pha diclorometan qua natri sunfat (4.1) cho vào bình hình quả lê, cho bay hơi đến khô, rồi cho thêm 500 µl pha động (4.14) và dung dịch này dùng để tách sắc ký dưới các điều kiện mô tả trong 6.4. Kết thúc việc tạo dẫn xuất này có thể kiểm tra được từ sắc phổ. Có thể áp dụng qui trình này để xác định hàm lượng ocratoxin A không nhỏ hơn 0,4 µg/kg.

Cần xử lý một dung dịch chuẩn (4.19) riêng biệt để kiểm tra các thời gian lưu của este metyl của ocratoxin A và kết thúc tạo dẫn xuất.

7 Tính toán

Tính phần khối lượng w_{OTA} của ocratoxin A bằng microgam trên kilogam, sử dụng công thức (2) (phương pháp ngoại chuẩn):

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

trong đó

V_1 là thể tích dung môi đã dùng để chiết (6.2), tính bằng mililit, trong trường hợp này là 100 ml;

V_2 là thể tích ly tâm (phần thể tích của totulen), tính bằng mililit, trong trường hợp này là 50 ml;

V_3 là tổng thể tích của dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit, trong trường hợp này là 1 ml;

V_4 là thể tích bơm, tính bằng mililit;

m_1 là khối lượng của ocratoxin A tương ứng với diện tích pic đo được hoặc chiều cao pic đọc được từ đường chuẩn, tính bằng nanogam;

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

Ghi lại kết quả theo qui định hiện hành và sau khi làm tròn đến hai chữ số thập phân.

Nêu rõ việc thực hiện chỉnh sửa hay không chỉnh sửa hệ số thu hồi.

8 Độ chụm

8.1 Khái quát

Các chi tiết về phép thử liên phòng thí nghiệm về độ chụm của phương pháp theo ISO 5725 : 1986 [1] được đưa ra trong phụ lục A. Các giá trị thu được từ các phép thử liên phòng này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ của mẫu cần phân tích và các chất nền khác với phụ lục A.

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thực hiện trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn nhất có thể, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r .

Các giá trị đối với bột mì là:

$$\bar{x} = 0,41 \mu\text{g/kg}$$

$$r = 0,18 \mu\text{g/kg}$$

$$\bar{x} = 1,23 \mu\text{g/kg}$$

$$r = 0,70 \mu\text{g/kg}$$

8.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ thực hiện trên vật liệu thử giống hệt nhau, do hai phòng thử nghiệm thực hiện, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập R .

Các giá trị đối với bột mì là:

$$\bar{x} = 0,41 \mu\text{g/kg}$$

$$R = 0,30 \mu\text{g/kg}$$

$$\bar{x} = 1,23 \mu\text{g/kg}$$

$$R = 1,10 \mu\text{g/kg}$$

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin dưới đây:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết về mẫu thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này hoặc phương pháp đã sử dụng;
- kết quả và đơn vị biểu thị kết quả;
- ngày tháng lấy mẫu và kiểu loại lấy mẫu (nếu có);

- ngày tháng nhận mẫu thử nghiệm;
- ngày tháng thử nghiệm;
- các điểm quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc các phương án lựa chọn mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;

Phụ lục A

(tham khảo)

Các dữ liệu về độ chụm

Các dữ liệu sau đây thu được trong các phép thử liên phòng thí nghiệm theo ISO 5725:1986 [1] do Viện nghiên cứu Max-von-Pettenkofer của Tổ chức Y tế liên bang, Trường đại học Hoá thực phẩm của Beclin, Đức thực hiện trên bột mì [5], [6].

Bảng A.1

Mẫu	Bột mì	Bột mì
Năm tiến hành thử liên phòng thí nghiệm	1993	1991
Số lượng phòng thử nghiệm	13	13
Số lượng mẫu	1	1
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi thử ngoại lệ	13	13
Số lượng ngoại lệ	0	0
Số lượng kết quả được chấp nhận	65	65
Giá trị trung bình \bar{x} ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0,407	1,227
Độ lệch chuẩn lặp lại s_r ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0,062	0,248
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại RSD_r , %	15,32	20,21
Giới hạn lặp lại r ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0,176	0,702
Độ lệch chuẩn tái lập S_R ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0,105	0,388
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập RSD_R , %	25,80	31,62
Giới hạn tái lập R ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	0,298	1,097
Độ thu hồi, %	90 \pm 15	80 \pm 15

Phụ lục B

(Tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 5725:1986 Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.
- [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.
- [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.
- [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.
- [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.
- [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.
- [7] Tauchmann, F.; Mintzlaff, H.-J.; Leistner, L.: Schutzmaßnahmen beim Arbeiten mit Mykotoxinen (Protective measures for working with mycotoxins) Alimenta 1972, 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, 59p.
- [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.
- [10] van Trijp, J.M.P. and Roos, A.H.: Model for the calculation of calibration curves, RIKILT Report 91.02, January 1991.