Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств нафталевого ангидрида в почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2300—07

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств нафталевого ангидрида в почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2300-07

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
25 октября 2007 г.
Дата введения: 25 декабря 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств нафталевого ангидрида в почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2300-07

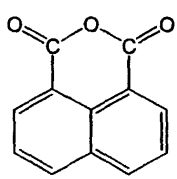
1. Вводная часть

Торговое наименование препарата: Грассер, ЭМВ (нафталевый ангидрид входит в состав препарата в качестве антидота).

Фирма-производитель: ООО «СибАгрохим».

Действующее вещество: нафталевый ангидрид.

Структурная формула:



Ангидрид нафталин-1,8-дикарбоновой кислоты (IUPAC).

Мол. масса: 198,17.

Брутто формула: $C_{12}H_6O_3$.

Химически чистый нафталевый ангидрид представляет слабоокрашенные кристаллы с температурой плавления 275-276°С, давлением паров $5.31x10^{-3}$ мРа (25°С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=5.03 (25°С).

Растворим в диметилформамиде (13.9 г/дм^3), хлороформе, слаборастворим в неполярных растворителях, в гексане, а также эфире, спирте, легко – в ледяной уксусной кислоте, относительно нерастворим в воде.

Стабилен при pH 7, в кислой среде разлагается до нафталевой кислоты. Не гигроскопичен.

Группа токсичности по ВОЗ – III; Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс 12300 мг/кг. Дермальная токсичность для крыс >2000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи. Ингаляционная токсичность LC_{50} для крыс >935 мг/м^3. Нетоксичен для пчёл.

Область применения: Нафталевый ангидрид ускоряет процесс детоксикации некоторых гербицидов в хлебных злаках, повышает устойчивость к ним урожая. Используется в комбинации с этими гербицидами в качестве антидота.

Гигиенические нормативы для нафталевого ангидрида в России не установлены.

2. Методика определения нафталевого ангидрида в почве, зерне и соломе зерновых культур методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Область применения и принцип метода

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств нафталевого ангидрида в почве в диапазоне концентраций 0.01 – 0.1 мг/кг, в зерне зерновых колосовых культур – в диапазоне 0.01-0.1 мг/кг, в соломе 0.04 – 0.4 мг/кг.

Методика основана на определении нафталевого ангидрида методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения

анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P=0.95 не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Почва	0.01-0.1	50	5.7	16.0	24.7
Зерно	0.01-0.1	50	5.6	15.7	24.3
Солома	0.04-0.1	50	4.9	13.7	21.3
Солома	0.1-0.4	25	3.1	8.7	13.4

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций (n=20) приведены в таблице 2.

Таблица 2

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Почва	0.01	0.01-0.1	80.3	4.8	4.4
Зерно	0.01	0.01-0.1	81.5	4.7	4.3
Солома	0.04	0.04-0.4	81.1	3.7	3.5

2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографического анализа.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.
Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.
Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.
Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161–77.
Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.

Нафталевый ангидрид, аналитический стандарт с содержанием д.в. 97 % (Weil GmbH).

Натрий двууглекислый, ГОСТ 83–79.

Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4233-77.

Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.

н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – вода (35:65, по объему).

Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).

Стекловата.

Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.

Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (90:10, по объему).

Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (50:50, по объему).

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.

Аналитическая колонка Symmetry C-18 (250 х 4.6) мм, 5 мкм (Waters).

Предколонка Symmetry C-18 (Waters).

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-2001 или аналогичные.

Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.

Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ, ТУ 1-01-0593-79.

Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.

Бидистиллятор.

РН-метр универсальный ЭВ-74, ГОСТ 22261-76.

Насос водоструйный, МРТУ 42 861-64.

Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32ТС, ГОСТ 10384-72.

Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29/32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Воронки лабораторные В-75-110, ГОСТ 25 336-82.
Воронки делительные ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1774-74.
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 22292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

2.4. Отбор проб

Отбор проб почвы производится в соответствии с ГОСТ 28168-89 «Почвы. Отбор проб»; зерна - по ГОСТ Р 50436-92 (ИСО 950-79) «Зерновые. Отбор проб зерна». Пробы зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно и солому измельчают на лабораторной мельнице.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 $см^3$ растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^0С до объема 1 $см^3$ и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 $дм^3$ ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объёмом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1–2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 $дм^3$ смешивают 500 $см^3$ ацетона с 500 $см^3$ дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с бидистиллированной водой в соотношении 35:65 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления насыщенного раствора хлорида натрия 380 г NaCl растворяют при нагревании в 1 $дм^3$ дистиллированной воды, полученный раствор фильтруют через фильтр «красная лента» и охлаждают до комнатной температуры.

Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 900 $см^3$ н-гексана и 100 $см^3$ этилацетата. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 500 $см^3$ н-гексана и 500 $см^3$ этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску нафталевого ангидрида (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 0.5 мг/ $см^3$). Градуировочные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 и 2.0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы – смесь ацетонитрил – вода (50:50, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты извлечения нафталевого ангидрида используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0.2, 2.0 и 10.0 мкг/$см^3$ готовят из стандартного раствора с концентрацией 0.5 мг/$см^3$ методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация нафталевого ангидрида в растворе) в хроматограф вводят по 50 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации нафталевого ангидрида в градуировочном растворе (мкг/см^3).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см^3 смеси гексан – этилацетат (90:10, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 50 см^3 элюента № 2 и 50 см^3 элюента № 1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения нафталевого ангидрида на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,1 см^3 стандартного раствора нафталевого ангидрида с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°С), остаток растворяют в 5 см^3 элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см^3 элюента № 1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см^3 элюента № 1, затем 70 см^3 элюента № 2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, выпаривают досуха, остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание нафталевого ангидрида по п. 2.6.5.

Фракции, содержащие нафталевый ангидрид, объединяют, выпаривают досуха, остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.5. Рассчитывают содержание нафталевого ангидрида в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания нафталевого ангидрида и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение нафталевого ангидрида из проб почвы

Образец воздушно-сухой почвы массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 см^3 с притертой пробкой, добавляют 50 см^3 50%-го водного ацетона и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бане. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 см^3 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (70-75 см^3) на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Доводят объём экстракта до 100 см^3 насыщенным раствором хлорида натрия. При необходимости (наличие взвеси) раствор дополнительно фильтруют через бумажный фильтр "красная лента".

Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.3.

2.6.2. Извлечение нафталевого ангидрида из проб зерна и соломы зерновых колосовых культур

Навеску размолотого на лабораторной мельнице зерна массой 20 г или измельчённой на ножевой мельнице соломы массой 5 г помещают в коническую колбу емкостью 250 см^3 и экстрагируют нафталевый ангидрид 50 см^3 смеси ацетон-вода (1:1, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 см^3 50%-водного ацетона, выдерживая в ультразвуковой ванне в течение 15 мин. Экстракцию повторяют. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°С до полного удаления ацетона. Объём водного остатка доводят до 100 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия. При необходимости (наличие взвеси) раствор дополнительно фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.3.

2.6.3. Очистка экстрактов

Полученные по п.п. 2.6.1. и 2.6.2. водные экстракты помещают в делительную воронку, объёмом 250 см^3 и экстрагируют трижды гексаном порциями по 50 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний органический слой.* Гексановые экстракты объединяют, пропускают через слой безводного сульфата

натрия (2 г). Осушитель промывают 10–15 см^3 гексана, который также объединяют с экстрактом. После этого гексан выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном – небольшое количество (до 10 см^3) этилового спирта.

2.6.4. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при выпаривании очищенных по п. 2.6.3 экстрактов, количественно переносят двумя порциями по 5 см^3 смеси гексан – этилацетат (90:10, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5.). Промывают колонку 50 см^3 элюента № 1, который отбрасывают. Нафталевый ангидрид элюируют 70 см^3 элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 см^3. Раствор выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мм^3 раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.5. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником.

Рабочая длина волны 331 нм.

Аналитическая колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA).

Предколонка Symmetry C-18 (Waters) для защиты аналитической колонки.

Температура колонки 30±1°С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 35:65 (по объему).

Скорость потока элюента: 1 см^3/мин.

Время удерживания нафталевого ангидрида 11.6 ± 0.2 мин.

2.6.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание нафталевого ангидрида в образцах почвы, зерна и соломы зерновых колосовых культур (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P},$$

где S_1- площадь пика нафталевого ангидрида в стандартном растворе, мм;

S_2- площадь пика нафталевого ангидрида в анализируемой пробе, мм;

V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, $см^3$;

P - навеска анализируемого образца, г

C - концентрация стандартного раствора нафталевого ангидрида, $мкг/см^3$.

Содержание остаточных количеств нафталевого ангидрида в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2-х параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор нафталевого ангидрида 2 $мкг/см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости(1):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r \qquad (1)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости ($r = 2.8\sigma_r$).

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

4. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta)$$ мг/кг при вероятности P=0.95,

где $\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, при-

знанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

В случае, если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

"содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения» (например: менее 0.005 мг/кг*, где *-0.005 мг/кг – предел обнаружения).

5. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

5.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

5.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,X} + \Delta_{л,X}',$$

где $\pm \Delta_{л,X}$ ($\pm \Delta_{л,X}'$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой, соответственно), мг/кг; при этом:

$$\Delta_л = \pm 0.84\,\Delta,$$

где Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д,$$

где X', X, $C_д$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.4) содержания компонен-

та в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,Х'} + \Delta^2_{л,Х}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$| K_к | \leq K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.

5.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2 \cdot | X_1 - X_2 | \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \qquad (3)$$

где X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций), %.

6. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005-88).

При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

7. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 5.

8. Разработчики

Долженко В.И., Цибульская И.А., Юзихин О.С.

Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург.

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств нафталевого ангидрида в почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 – 16 с.

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (В.И. Довженко, И.А. Цибульская, О.С. Юзихин).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 21.06.2007 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 25 октября 2007 г.

4. Введены в действие с 25 декабря 2007 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0.

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89.

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

gost.e-ecolog.ru