Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2393—08

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 прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2393-08

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
2 июля 2008 г.
Дата введения: 20 сентября 2008 г.

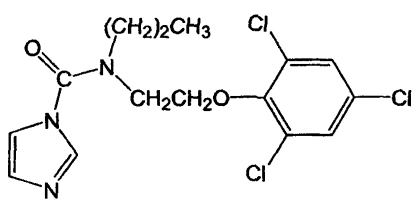
4.1. Методы контроля. Химические факторы

Определение остаточных количеств прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2393-08

1. Вводная часть

Действующее вещество: Прохлораз.
Структурная формула:



N-пропил-*N*-[2-(2,4,6-трихлорфенокси)этил]имидазол-1-карбоксамид (IUPAC)

N-пропил-*N*-[2-(2,4,6-трихлорфенокси)этил]-1*H*-имидазол-1-карбоксамид (CAS)

Мол. масса: 376.7

Брутто формула: $C_{15}H_{16}ClN_3O_2$

Химически чистый прохлораз представляет собой бесцветные кристаллы без запаха с температурой плавления 46,5–49,3 °С, давлением паров $1.5x10^{-1}$ мПа (25°С), $9x10^{-2}$ мПа (20°С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP= 4.12.

Растворимость в воде 34.4 мг/дм^3 (25°С).

Хорошо растворим в хлороформе, диэтиловом эфире, толуоле.

Растворимость в органических растворителях (г/см^3, 25°С): н-гексан – 0.0075; ксилол – 2.5; ацетон – 3.5. Стабилен в водных растворах. Не разлагается в течение 30 дней при pH 5–7 (22°С). Разлагается в концентрированных кислотах и щелочах, в присутствии солнечного света и при длительном нагревании (200 °С).

Группа токсичности по ВОЗ –III. LD_{50} для крыс 1600–2400 мг/кг, для мышей – 2400 мг/кг. Острая кожная активность для крыс LD_{50}>2100мг/кг, для кроликов LD_{50}>3000мг/кг. Не ирритант для кожи, слабый – для глаз (кролики). Ингаляционная активность LC_{50} (4 часа)>2.16 мг/дм^3. Острая оральная токсичность для уток LD_{50}>1954 мг/кг. Низкая токсичность для пчёл. LD_{50} для пчёл 60 мкг/особь (орально). Низкая токсичность для других полезных беспозвоночных.

Область применения: фунгицид с защитным и искореняющим действием, применяется против широкого диапазона заболеваний, повреждающих полевые культуры, фрукты и овощи.

Гигиенические нормативы для прохлораза в России: ОДК в почве – 0,3 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,05 мг/дм^3; ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,1 мг/м^3; МДУ для зерна хлебных злаков – 0,05 мг/кг. Для свеклы нормативы в РФ не установлены.

2. Методика определения прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств прохлораза в ботве свеклы в диапазоне концентраций 0.02 – 0.2 мг/кг, в корнеплодах свеклы – 0.01–0.1 мг/кг.

Методика основана на определении прохлораза методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов орга-

ническим растворителем с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с флорисилом.

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, %
Ботва	0.02-0.1	50	5.6	15.7	22.0
Ботва	0.1-0.2	25	4.3	12.0	16.8
Корнеплоды	0.01-0.1	50	5.5	15.3	21.4

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, ±, %
Ботва	0.02	0.02-0.2	81.4	6.7	5.9
Корнеплоды	0.01	0.01-0.1	82.3	6.5	5.7

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.

Диэтиловый эфир, ч., ОСТ 84-2006-88.

Железо (II) сернокислое, х.ч., ГОСТ 4148-78.

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.

Натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-79.

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 (65:35, по объему).

Стекловата.

Флорисил 150–250 μm (Merck, Германия).

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

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

Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – ацетон (70:30, по объему).

Прохлораз, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98%.

2.3. Приборы и посуда

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

Колонка SunFire C-18 (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA) или аналогичная.

Предколонка SunFireC-18 (Waters, USA).

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

Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63.

Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.

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

Бидистиллятор.

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 образцов свеклы для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 1722-85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения аналитические пробы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой -18^0С и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители при необходимости перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми 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. Диэтиловый эфир (1 *л*) предварительно встряхивают с 20 $см^3$ свежеприготовленного раствора железного купороса (30 г сульфата железа в 55 $см^3$ воды с добавлением 1,5 г концентрированной серной кислоты). Затем диэтиловый эфир последовательно промывают 0,5 %-ным раствором перманганата калия, 5 %-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием 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.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (SunFire 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 л смешивают 500 $см^3$ ацетона с 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Для получения 75%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 750 $см^3$ ацетона с 250 $см^3$ дистиллированной воды.

Для приготовления насыщенного раствора хлорида натрия 380 г NaCl растворяют при нагревании в 1 л дистиллированной воды, полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр "красная лента" и охлаждают до комнатной температуры.

Для приготовления 1М раствора $NaHCO_3$ 78г бикарбоната натрия помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 1М раствора NaOH 40г едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 0,025М раствора NaOH 25 $см^3$ 1М раствора едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$ и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

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

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

Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 700 $см^3$ н-гексана и 300 $см^3$ ацетона.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску прохлораза (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 (65:35, 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 определения прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 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 прохлораза 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); измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации прохлораза в градуировочном растворе (мкг/см^3).

2.5.5. Подготовка колонки с флорисилом 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 флорисила в 30 см^3 смеси гексан – ацетон (90:10, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 см^3 элюента №2 и 30 см^3 элюента № 1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения прохлораза на колонке с флорисилом

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,1 см^3 стандартного раствора прохлораза 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 70 см^3 элюента №1, которые отбрасывают, затем 100 см^3 элюента № 2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, выпаривают, остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание прохлораза (п. 2.6.3.).

Фракции, содержащие прохлораз, объединяют, выпаривают досуха,

остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3.). Рассчитывают содержание прохлораза в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

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

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение прохлораза из проб ботвы

2.6.2. и корнеплодов свеклы

Гомогенизированные пробы корнеплодов массой 20 г или ботвы массой 10 г помещают в коническую колбу емкостью 250 см^3 и экстрагируют прохлораз из корнеплодов и ботвы 50 см^3 75%-ного водного ацетона на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу.

Экстракцию проводят ещё дважды. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°С до полного удаления ацетона (объем 35-40 см^3). Объём экстракта доводят до 70 см^3 добавлением насыщенного раствора хлорида натрия. К полученному раствору добавляют 10 мл 1М раствора бикарбоната натрия. Раствор помещают в делительную воронку объёмом 250 см^3 и экстрагируют прохлораз диэтиловым эфиром трижды порциями по 50 см^3, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний эфирный слой.* Объединённый экстракт промывают в делительной воронке 0.025М раствором NaOH дважды порциями по 25 см^3, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний эфирный слой. Экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 см^3 диэтилового эфира. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.2.

Внимание! Отделение водного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку

на стадии переэкстракции из водного раствора в диэтиловый эфир насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 $см^3$).

2.6.2. Очистка на колонке с флорисилом

Сухой остаток в колбе, полученный при выпаривании очищенных по п. 2.6.1 экстрактов, количественно переносят двумя порциями по 5 $см^3$ смеси гексан – ацетон (90:10, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 70 $см^3$ элюента № 1, который отбрасывают. Прохлораз элюируют 60 $см^3$ элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 $см^3$. 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.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы «Waters» с УФ детектором (Waters 2487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки или другой с аналогичными характеристиками.

Колонка SunFire C18 (250×4.6) мм, зернение 5 мкм (Waters, USA) или Nova Pac Phenyl (150×3.9) мм, зернение 4 мкм (Waters, USA).

Температура колонки 30±1°С.

Предколонка SunFire C18 (или Nova Pac Phenyl) для защиты аналитической колонки.

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в объемном соотношении 65:35 (или 45:55 при использовании колонки Nova Pac Phenyl).

Скорость потока элюента: 1 $см^3$/мин.

Рабочая длина волны 228 нм.

Объем вводимой пробы 50 $мм^3$.

Время удерживания прохлораза 11.5 ± 0.2 мин (на колонке SunFire C18) или 11.4 ± 0.2 мин (на колонке Nova Pac Phenyl).

Линейный диапазон детектирования 0.1 – 2.00 мкг/$см^3$.

2.6.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

где S_1- площадь пика прохлораза в стандартном растворе, мм;

S_2- площадь пика прохлораза в анализируемой пробе, мм;

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

P - навеска анализируемого образца, г;

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

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор прохлораза 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):

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

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:

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

где X – среднее арифметическое результатов определений, признанных 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 компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

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):

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

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.

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств прохлораза в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 15 с.

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

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно – гигиеническому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 3 апреля 2008 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 2 июля 2008 г.

4. Введены в действие с 20 сентября 2008 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