Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зелёной массе, зерне и соломе зерновых культур, ботве и корнеплодах свеклы

**Сборник методических указаний
по методам контроля
МУК 4.1.3021—12; 4.1.3043—12**

Издание официальное

Москва • 2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зелёной массе, зерне и соломе зерновых культур, ботве и корнеплодах свеклы

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3021—12; 4.1.3043—12

ББК 51.21+51.23
И37

И37 **Измерение** концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зелёной массе, зерне и соломе зерновых культур, ботве и корнеплодах свеклы: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—28 с.

ISBN 978—5—7508—1174—8

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии.
2. Введены в действие с момента утверждения.
3. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 01.02.13

Формат 60x88/16 Печ. л. 1.75
Тираж 200 экз. Заказ 9

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс (495)952-50-89

© Роспотребнадзор, 2013
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

Содержание

Измерение концентраций флуксапироксада в воде, почве, зелёной массе, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3021—12 4

Измерение массовой концентрации пропизахлора в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3043—12 18

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
8 октября 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации пропизахлора в ботве и корнеплодах свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3043—12

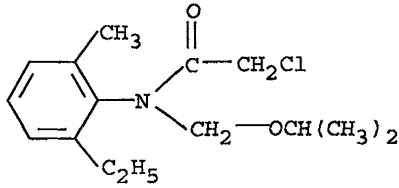
Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.084/01.00043/2012.

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации пропизохлора в ботве свеклы в диапазоне концентраций 0,1—1,0 мг/дм^3, в корнеплодах свеклы в диапазоне концентраций 0,025—0,25 мг/дм^3.

Название действующего вещества по номенклатуре ICO: пропизахлор.

Название действующего вещества по номенклатуре IUPAC: 2-хлор-6′-этил-N-изопропоксиметилацето-о-толуидин.

Структурная формула:



Брутто формула: $C_{15}H_{22}ClNO_2$.

Молекулярная масса: 283,8.

Химически чистое вещество представляет собой маслянистую жидкость от светло-коричневого до пурпурного цвета с характерным запахом.

Температура плавления: 21,6 °С.

Давление пара при 20 °С: 4 мПа.

$K_{ow}logP = 3,50$ (20 °С).

Растворимость в воде – 184 мг/дм^3. Растворим в большинстве органических растворителей. Гидролитически стабилен. Через 5 дней хранения при 50 °С (pH 4, 7, 9) степень разложения составляет менее 10 %.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая оральная токсичность LD_{50} для крыс 3 433 мг/кг (мужские особи) и 2 088 мг/кг (женские особи).

Дермальная токсичность LD_{50} превышает 2 000 мг/кг.

Ингаляционная токсичность LC_{50} – 5 000 мг/м^3 для животных обоих полов (крысы).

Область применения препарата

Селективный гербицид для регулирования роста однолетних трав и некоторых широколистных сорняков на посевах кукурузы, подсолнечника, сои, картофеля и гороха.

Механизм действия заключается в ингибировании деления клеток посредством блокирования белкового синтеза при адсорбции гербицида на корнях прорастающих растений.

В России для пропизахлора в свекле гигиенические нормативы не установлены.

1. Погрешность измерений

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 табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rл}$, %	Показатель воспроизводимости, σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), ± δ, %
Ботва	0,1—1,0	6	8	9	18
Корнеплоды	0,025—0,25	9	11	12	24
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

Полнота извлечения пропизахлора, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для $n = 20$, $P = 0,95$

Анализируемый объект, мг/кг	Предел обнаружения	Диапазон определяемых концентраций	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Ботва	0,1	0,1—1,0	81,5	4,5	4,1
Корнеплоды	0,025	0.025—0.25	80,25	4.8	4,4

2. Метод измерений

Методика основана на определении пропизохлора методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов с помощью «Набора для пробоподготовки по методу QuEChERS Interlab VetexQ для обычных овощей, фруктов и зерна (кат. № IL-5056)».

Идентификация пропизохлора проводится по времени удерживания, количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	Номер в Госреестре средств измерений 42816-09
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные «BIOHIT» переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$, Финляндия	Номер в Госреестре средств измерений 36152—07
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

Примечание. Допускается использование средств измерения иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87

Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная. деионизованная)	ГОСТ Р 52501—2005
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Кислота уксусная, ледяная	ГОСТ 61—69
Магний серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4523—67
Магний серно-кислый семиводный, хч	ГОСТ 4523—77
«Набор для пробоподготовки по методу QuEChERS Interlab VetexQ для обычных овощей, фруктов и зерна (4 г $MgSO_4$ + 1 г NaCl и 150 мг PSA (смесь первичных и вторичных аминов) + 900 мг $MgSO_4$)», кат. № IL-5056	
Натрий уксусно-кислый, ч	ГОСТ 199—68
Силикагель, Merck 1.09385.1000	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 55 : 45	
Пропизахлор, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,4 % (HPLC) Riedel-de Haën	
Уголь активированный БАУ-А	ГОСТ 6217-4—74

Примечание. Допускается использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Аппарат для встряхивания фирмы Heidolph, мод. Multi Reax (Германия)	
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 15 $см^3$ и 50 $см^3$	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы BÜCHI, мод. R 205 (Швейцария)	
Центрифуга фирмы Eppendorf AG, мод. 5804 (Германия)	

Примечание. Допускается применение оборудования иных производителей с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ

12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—2009, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07.

Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации операторов

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. 13.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты: (0,5 ± 0,01) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 55 : 45 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см^3: точную навеску пропизохлора (50 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями пропизохлора 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0 и 2,0 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 55 : 45).

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 2,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 4 см^3 основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 1,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 5,0 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 0,8 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 4 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,4 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.7. Раствор № 6 с концентрацией 0,1 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты определения пропизохлора в ботве и корнеплодах сахарной свеклы используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

7.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация пропизохлора в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости

среднего значения площади пика от концентрации пропиконазола в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (K) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_K|}{C} \cdot 100 \le \lambda_{контр.}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации пропизахлора в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации пропизахлора в градуировочном растворе;

$\lambda_{контр.}$ – норматив контроля градуировочного коэффициента, % ($\lambda_{контр.} = 10$ % при $P = 0{,}95$).

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб свеклы производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (от 21.08.79 № 2051—79), а также 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 °С и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

9. Проведение определения

9.1. Определение пропизохлора в ботве и корнеплодах свеклы

В полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3 помещают (10 ± 0,1) г измельченной пробы (ботвы или корнеплодов), добавляют 10 см^3 ацетонитрила и содержимое влагонепроницаемо-

го пакета из «Набора для пробоподготовки по методу QuEChERS Interlab VetexQ для обычных овощей, фруктов и зерна (4 г $MgSO_4$ + 1 г NaCl)». Пробирку плотно закрывают, встряхивают на аппарате в течение 15 мин, центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Отбирают 5 $см^3$ верхнего ацетонитрильного слоя и переносят в полипропиленовую центрифужную пробирку из набора вместимостью 15 $см^3$, содержащую сорбент (150 мг PSA* + 900 мг $MgSO_4$). Добавляют 50 мг активированного угля, пробирку плотно закрывают, встряхивают на аппарате в течение 15 мин, центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Аликвоту 2 $см^3$ переносят в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в подвижной фазе (корнеплоды в 0,5 $см^3$, ботву в 1,0 $см^3$) и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

Альтернативный вариант пробоподготовки

В полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают (10 ± 0,1) г измельченной пробы (ботвы или корнеплодов), прибавляют 10 $см^3$ ацетонитрила, 0,1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, 8 г семиводного магния серно-кислого и 1 г натрия уксусно-кислого. Пробирку плотно закрывают крышкой, встряхивают на аппарате в течение 15 мин и центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Отбирают 5 $см^3$ верхнего ацетонитрильного слоя и переносят его в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 15 $см^3$, содержащую 250 мг силикагеля, 750 мг безводного магния серно-кислого и 50 мг активированного угля. Пробирку плотно закрывают крышкой, встряхивают на аппарате 10 мин и центрифугируют при скорости 4 000 об./мин в течение 10 мин. Аликвоту 2 $см^3$ переносят в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе, остаток растворяют в подвижной фазе (корнеплоды в 0,5 $см^3$, ботву в 1,0 $см^3$) и 10 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.2. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 55 : 45 (по объему). Скорость потока элюента 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны

* Смесь первичных и вторичных аминов.

УФ-детектора 220 нм. Объем вводимой пробы 10 мм^3. Время удерживания пропизахлора (6,8 ± 0,1) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание пропизохлора в ботве и корнеплодах сахарной свеклы (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{k \cdot 100}{f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика пропизохлора на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

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

P – навеска анализируемого образца, г;

$k = 5$ – коэффициент, учитывающий объем аликвоты экстракта, взятый для анализа;

f – полнота извлечения пропизохлора, приведенная в табл. 2, %.

Содержание остаточных количеств пропизохлора в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор пропизохлора с концентрацией 2,0 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предел повторяемости:

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

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.

12. 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, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

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 0,025 мг/кг*, где «*» – 0,025 мг/кг – предел обнаружения пропизохлора в корнеплодах свеклы).

13. 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».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л,X}$ ($\pm \Delta_{л,X'}$) – 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:

$$\Delta_л = \pm 0,84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100},$$

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где:}$$

X', X, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (2)$$

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.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

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

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

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

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

14. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Черменская Т. Д., Комарова А. С. (ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений Россельхозакадемии).

gost.e-ecolog.ru