ГОСУДАРСТВЕННОЕ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СБОРНИК

МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИМЕНЕНИЯ ФЕДЕРАЛЬНОГО ЗАКОНА ОТ 12.06.08 №88-ФЗ

«Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 4

МОСКВА 2009

gost.e-ecolog.ru

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

Сборник методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 4

ББК 51.23
С23

С23 **Сборник** методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—75 с.

ISBN 5—7508—0771—1

В сборник включены методические документы, содержащие правила и методы исследований (испытаний) и измерений, а также правила отбора образцов для проведения исследований (испытаний) и измерений, в соответствии с постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации Г. Г. Онищенко от 08.12.2008 № 67.

ББК 51.23

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 25.02.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,75

Тираж 200 экз. Заказ 15

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

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 952-50-89

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тетраметрина в мясе, печени, жире и молоке сельскохозяйственных животных методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2013—05

1. Методические указания разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

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

4. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Г. Г. Онищенко
17 октября 2005 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

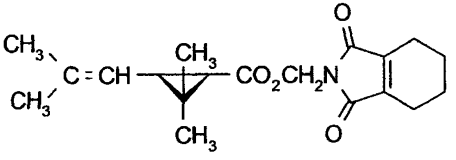
Определение остаточных количеств тетраметрина в мясе, печени, жире и молоке сельскохозяйственных животных методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2013—05

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в мясе, печени, жире и молоке сельскохозяйственных животных массовых концентраций тетраметрина в диапазоне 0,1–2,0 мг/кг.

Тетраметрин – действующее вещество ветеринарного препарата НЕОСТОМАЗАН 55 г/л (д.в. тетраметрин 50 г/л + циперметрин 5 г/л), фирма производитель «Сева Санте Анималь» (Франция).

(1*RS*,3*RS*;1*RS*,3*SR*)-2,2-диметил-3-(2-метилпроп-1-енил)циклопропанкарбоновой кислоты циклогекс-1-ен-1,2-дикарбоксимидометиловый эфир (IUPAC)



$C_{19}H_{25}NO_4$ Мол. масса 331,4

Бесцветное кристаллическое вещество со слабым запахом пиретрума. Температура плавления 68—70 °С. Давление паров при 25 °С: 2,1 мПа.

Плотность 1,1 (20 °С). Растворимость в органических растворителях: ацетон, этанол, метанол, гексан, н-октанол – более 20 г/дм^3. Растворимость в воде – 1,83 мг/дм^3 (при 25 °С). Коэффициент распределения в системе октанол/вода: K_{ow}logP – 4,6 (25 °С).

Тетраметрин разрушается в щелочах и сильных кислотах; DT_{50}: 16—20 дней (pH 5), 1 день (pH 7), менее 1 часа (pH 9). Устойчив в кетонах, хлороформе, ксилоле. Стабилен при хранении до 50 °С.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс > 2,73 мг/дм^3 (4 часа).

Область применения препарата

Тетраметрнин – инсектицид класса пиретроидов.

Препарат Неостомозан 55 г/л (д.в. циперметрин 50 г/л + тетраметрин 5 г/л) рекомендуется для борьбы с эктопаразитами (мухами, вшами, блохами, иксодовами клещами) животных – крупного рогатого скота, овец, лошадей, а также для лечения и профилактики псороптоза, демадекоза и чесотки.

Рекомендуемые МДУ тетраметрина в мышцах, печени, почках, жире, молоке – 0,2 мг/кг.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Мясо	0,1	0,1—2,0	74,83	2,68	3,7
Печень	0,1	0,1—2,0	75,24	2,59	3,6
Жир	0,1	0,1—2,0	74,47	1,94	2,7
Молоко	0,1	0,1—2,0	76,07	2,92	4,0

Таблица 2

Полнота извлечения тетраметрина из мяса, печени, жира говядины и коровьего молока (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено тетраметрина мг/кг	Обнаружено тетраметрина мг/кг	Полнота извлечения, %
Мясо (говядина)	0,1	0,07281 ± 0,00915	72,81
	0,2	0,15361 ± 0,02156	74,74
	0,5	0,29968 ± 0,01489	74,92
	1,0	0,76884 ± 0,08825	76,88
Печень	0,1	0,07583 ± 0,01123	75,83
	0,2	0,15000 ± 0,00952	75,00
	0,5	0,29867 ± 0,00806	74,67
	1,0	0,75460 ± 0,09187	75,46
Жир	0,1	0,07476 ± 0,00768	74,76
	0,2	0,14803 ± 0,00928	74,02
	0,5	0,29977 ± 0,01391	75,01
	1,0	0,74100 ± 0,06145	74,10
Молоко	0,1	0,07458 ± 0,01099	74,58
	0,2	0,15433 ± 0,01813	77,16
	0,5	0,30227 ± 0,02299	75,96
	1,0	0,79226 ± 0,07222	76,76

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором (УФ) после экстракции из анализируемой пробы ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами и на колонке с флорисилом.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы – 50 нг.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)	Номер Госреестра 15945-97
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2 и 2–1000–2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 200 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Тетраметрин, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,2% «Сева Санте Анималь» (Франция)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326—76
Вода деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч.	ТУ-6-09-3375
Диэтиловый эфир	ОСТ 84-2005—88
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Флорисил (60—100 меш), адсорбент для хроатографии («Флука», Швейцария)	

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851—78
Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678—77
Воронки делительные вместимостью 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9773

Индикаторная бумага универсальная	
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 250 и 400 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917—74
Стаканы химические, вместимостью 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянная колонка длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 С18, зернением 8 мкм	
Центрифуга	ТУ 42-219—79
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 $мм^3$	

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования 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, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостной хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают 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 выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов и раствора внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с флорисилом для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка н-гексана и хлористого метилена

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 680 $см^3$ ацетонитрила, 320 $см^3$ деионизированной воды, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.2) при скорости подачи растворителя 1,5 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.4.1. *Исходный раствор тетраметрина (концентрация 500 мкг/см^3)*

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,05 г тетраметрина, растворяют в 50—70 см^3 метанола, доводят метанолом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.4.2. *Рабочие растворы № 1—5 тетраметрина (концентрация 2,5—50,0 мкг/см^3).*

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 исходного раствора с концентрацией 500 мкг/см^3 (п. 7.4.1), доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией тетраметрина 5; 10; 25 и 50 мкг/см^3, соответственно.

Для приготовления раствора № 1 с концентрацией тетраметрина 2,5 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 1,0 см^3 исходного раствора с концентрацией 500 мкг/см^3 (п. 7.4.1), доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают.

Растворы хранятся в холодильнике не более месяца.

Рабочие растворы используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения тетраметрина из исследуемых образцов

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации тетраметрина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти растворам для градуировки №№ 1—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.6. Подготовка колонки с флорисилом для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, насыпают 5 г флорисила, медленно наливают в колонку (при открытом кране) 15—20 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонка готова к работе.

7.7. Проверка хроматографического поведения тетраметрина на колонке с флорисилом

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 рабочего раствора № 5 с концентрацией тетраметрина 50 мкг/см^3 (п. 7.3.2),

растворитель упаривают досуха, остаток растворяют в 5 $см^3$ гексана и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.6. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 $см^3$, которые также наносят на колонку. Промывают колонку 50 $см^3$ гексана, элюат отбрасывают.

Затем колонку промывают 120 $см^3$ смеси гексан-диэтиловый эфир (8 : 2, по объему) со скоростью 1—2 капли в сек. Фракционно (по 10 $см^3$) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, анализируют по п. 9.4.

Фракции, содержащие тетраметрин, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый объем элюента.

Примечание: Проверку хроматографического поведения тетраметрина следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор продуктов питания осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТов на исследуемые продукты: ГОСТ 7269—79 «Мясо», ГОСТ 3622—68 «Молоко и молочные продукты».

Обобранные образцы продуктов герметично упаковывают в полиэтиленовые мешки, стеклянные банки с притертыми крышками. Образцы анализируют непосредственно после отбора проб или хранят в морозильной камере при –18 °С.

Непосредственно перед анализом образцы размораживают, пробы органов и тканей массой 200—300 г тщательно измельчают с использованием гомогенизатора. Пробу гомогенизированного образца мяса печени и жира, а также молока массой 50 г взвешивают на аналитических весах в плоскодонных колбах вместимостью 250 $см^3$.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

К пробе гомогенизированного образца органов животных, а также молока массой 50 г, помещенной в колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 100 $см^3$ ацетонитрила, тщательно перемешивают путем встряхивания в течение 5 мин, выдерживают на ультразвуковой бане 1 мин, затем на встряхивателе – 30 мин и помещают на 12—15 часов в холодильник (4—6 °С).

Надосадочную жидкость осторожно переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, фильтруя ее через тампон из стекловаты, помещенный в конусную химическую воронку.

Для более полного разделения фаз эмульсионный слой пробы молока переносят в центрифужные стаканы и центрифугируют при 3000 об/мин в течение 5 мин., затем отделившийся раствор объединяют с первой порцией надосадочной жидкости в круглодонной колбе.

Раствор упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не более 40 °С до объема 40—50 см^3 (приблизительно в 2 раза), внимательно следя за процессом, не допуская вспенивания и переброса жидкости, затем очищают перераспределением по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Сконцентрированный раствор, полученнбый по п. 9.1, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, вносят в нее 150 см^3 деионизованной воды, 5 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и 50 см^3 смеси гексан-диэтиловый эфир (1 : 1, по объему), интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний слой возвращают в круглодонную колбу, верхний фильтруют через 2-х см слой сульфата натрия (помещенный в конусную химическую воронку на бумажном фильтре) в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3. Водную фазу переносят в делительную воронку и операцию экстракции повторяют новой порцией смеси гексан-диэтиловый эфир (1 : 1, по объему) объемом 50 см^3.

Профильтрованный объединенный экстракт упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см^3 ацетонитрила, насыщенного гексаном, и переносят в делительную воронку вместимостью 150 см^3, добавляют 20 см^3 гексана, интенсивно встряхивают в течение 1 мин. Разделившиеся фазы переносят в отдельные конические колбы. Нижний ацетонитрильный слой возвращают в делительную воронку, вносят новую порцию гексана объемом 20 см^3 и операцию экстракции повторяют. Затем нижний ацетонитрильный слой переносят в круглодонную колбу вместимостью 150 см^3, к оставшемуся в воронке гексану приливают ранее отделенный гексановый слой, вносят 10 см^3 ацетонитрила, насыщенного гексаном, встряхивают 1 мин. После разделения фаз нижний ацетонитрильный слой объединяют с первым экстрактом, помещенным в круглодонную колбу, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.1.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с флорисилом

Остаток, полученный по п. 9.2, находящийся в круглодонной колбе, растворяют в 5-ти см^3 гексана и наносят на колонку, подготовленную по

п. 7.6. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 $см^3$, которые также наносят на колонку. Промывают колонку 50 $см^3$ гексана, элюат отбрасывают.

Тетраметрин элюируют с колонки 100 $см^3$ смеси гексан-диэтиловый эир (8 : 2, по объему) со скоростью 1—2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 40 °С, остаток в колбе растворяют в 2-х $см^3$ ацетонитрила и анализируют содержание тетраметрина по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 С 18, зернением 8 мкм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (680 : 320, по объему)

Скорость потока элюента: 1,5 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 280 нм

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Ориентировочное время выхода тетраметрина: 10,3—10,5 мин.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор тетраметрина с концентрацией 50 мкг/$см^3$, разбавляют ацетонитрилом.

10. Обработка результатов анализа

Содержание тетраметрнина в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{m}, \text{ где}$$

A – концентрация тетраметрина, найденная по градуировочному графику, мкг/$см^3$;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

m – масса анализируемого образца, г.

11. Контроль погрешности измерений

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

12. Разработчики.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н., – Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

Содержание

Метод выявления и определения бактерий рода Salmonella и Listeria monocytogenes на основе гибридизационного ДНК-РНК анализа: МУК 4.2.1955—05 3

Определение остаточных количеств тетраметрина в мясе, печени, жире и молоке сельскохозяйственных животных методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2013—05 33

Определение остаточных количеств антибиотиков тетрациклиновой группы и сульфаниламидных препаратов в продуктах животного происхождения методом иммуноферментного анализа МУК 4.1.2158—07 45

gost.e-ecolog.ru