Государственное
санитарно-эпидемиологическое
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1025—1026—01
МУК 4.1.1130—1152—02
МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02

Выпуск 1

ББК 51.23
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава Росси, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004

Содержание

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 111
Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 118
Измерение концентраций Люфенурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02 174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде почве зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков зерне кукурузы семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02 212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02 238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02 244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 282
Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02 316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02 343

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
Дата введения: 1 января 2003 г.

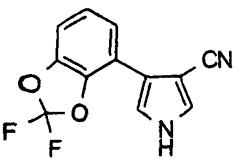
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1148—02

1. Вводная часть

Фирма производитель: Сингента (Швейцария).
Торговое название: МАКСИМ, ЦЕЛЕСТ.
Действующее вещество: флудиоксонил.
4-(2,2-дифтор-1,3-бензодиоксил-4-ил)-1Н-пиролл-3-карбонитрил.



$C_{12}H_6F_2N_2O_2$ М. м. 248,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 199,8 °С.

Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, метаноле, н-октаноле, плохо растворим в гексане; растворимость в воде: 1,5—1,8 мг/л.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность ($ЛД_{50}$) мыши, крысы – более 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность ($ЛД_{50}$) крысы – более

2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ($ЛК_{50}$) крысы – более 2600 мг/м^3.

Гигиенические нормативы

ПДК в воде водоемов – 0,1 мг/дм^3 (органолепт.)

ОДК в почве – 0,2 мг/кг

МДУ в зерне хлебных злаков и кукурузы – 0,02 мг/кг

ВМДУ в картофеле – 0,02 мг/кг (целест)

МДУ в картофеле – 0,05 мг/кг (максим)

ВМДУ в семенах и масле подсолнечника – 0,05 мг/кг (максим)

Область применения препарата

Флудиоксонил – контактный фунгицид широкого спектра действия с продолжительной активностью, рекомендуемый для предпосевной обработки семян озимой и яровой пшеницы, озимой ржи, кукурузы, подсолнечника и гороха против болезней всходов, а также клубней картофеля против комплекса болезней при хранении. В качестве протравителя семян выпускается в виде 2,5 %-ного концентрата суспензии.

2. Методика определения остаточных количеств Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении флудиоксонила с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из воды – дихлорметаном, из увлажненной почвы – метиловым спиртом, из картофеля – смесью метилового спирта с ацетоном (4 : 1), из зерна, соломы и зеленой массы – водным ацетоном, из семян и масла подсолнечника – ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением в системе растворителей и на колонке с нейтральным оксидом алюминия при анализе проб почвы, подсолнечника и картофеля, а также силикагелем или флорисилом при анализе проб зерна, соломы и зеленой массы хлебных злаков или кукурузы.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания зерновых культур, подсолнечника и картофеля (хлор- и фосфорорганические пестициды, симм-триазины, фенилмочевины, тио- и дитиокарбаматы).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода*

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 24$				
	Предел обнаружения, ** мг/дм^3, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (дм^3)	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	(0,005)	(0,005—0,1)	95,0	2,0	± 4,40
Почва	(0,2)	(0,2—4,0)	75,0	1,7	± 4,70
Картофель	(0,02)	(0,02—4,0)	83,0	3,1	± 8,60
Зерно хлебных злаков	0,01 (0,02)	0,01—0,1 (0,02—0,4)	83,3	5,02	± 2,34
Солома	0,01 (0,05)	0,01—0,1 (0,05—1,0)	84,1	4,45	± 2,07
Зерно кукурузы	0,01 (0,02)	0,01—0,1 (0,02—0,4)	83,0	6,02	± 3,57
Зеленая масса кукурузы	0,01 (0,02)	0,01—0,1 (0,02—0,4)	83,6	4,98	± 3,23
Зеленая масса подсолнечника	0,02	0,02—0,2	82,0	3,7	± 3,8
Семена подсолнечника	0,02	0,02—0,2	83,1	4,9	± 4,6
Масло подсолнечника	0,02	0,02—0,2	84,0	6,3	± 5,8

* В скобках указаны показатели для хроматографа типа Милихром.
** Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 0,5 нг (хроматограф Perkin-Elmer), 2,5 нг (хроматограф Altex) и 5 нг (хроматограф Милихром).

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Флудиоксонил с содержанием д. в. 99,8 %
Алюминия оксид для хроматографии,
II степени активности по Брокману,
нейтральный
Ацетон, чда ГОСТ 2603—79

Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Железо серно-кислое, хч	ГСТ 4148—78
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Натрия сульфат безводный, хч, предварительно прокаленный в муфельной печи при 600 °С в течение 4 часов	ГОСТ 4166—76
Натрий углекислый	ГОСТ 83—63
Натрия хлорид, хч	ГОСТ 4233—77
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан–ацетон, 95 : 5, по объему	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан–ацетон, 90 : 10, по объему	
Элюент № 3 для колоночной хроматографии, смесь гексан–этилацетат, 90 : 10, по объему	
Силикагель для колоночной хроматографии, L 100—160 меш, Хемапол (Чехия), или аналогичный	
Смесь н-гексана и диэтилового эфира в объемном соотношении 4 : 1	
Смесь ацетонитрила и воды в объемном соотношении 3 : 7	
Спирт изопропиловый, хч	ТУ 6-09-402
Спирт метиловый	ГОСТ 6995—77
Спирт этиловый, 96 %	ТУ 6-09-1710—77
Стекловата	
Флорисил для колоночной хроматографии, 100—200 меш, Флука (Швейцария), или аналогичный	
Фильтры бумажные «белая лента», «синяя лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Фосфора пентоксид, ч	МРТУ 6-09-5759—69

Хлороформ (Фармакопея, СССР)	
Эфир диэтиловый	ГОСТ 6265—74
Этилацетат	ГОСТ 22300—76

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны Perkin-Elmer (США) или аналогичный	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Hipersil ODS, зернением 5 мкм	
Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex(США) или аналогичный	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100А-С18, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа	
Жидкостный хроматограф Милихром с ультрафиолетовым детектором	
Колонка стальная (80 × 2 мм), содержащая Сепарон CGN-CN, зернением 5 мкм	
Колонка стальная (64 × 2 мм), содержащая Силасорб 600, зернением 5 мкм	
Аппарат для встряхивания или аналогичный	ТУ 64-1-1081—73
Баня ультразвуковая, модель D-50, Branson Instr. Co., США или аналогичная	
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ 19491—74
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Мельница электрическая лабораторная или аналогичная	ТУ 46-22-236—79
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Печь муфельная	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Шкаф сушильный	ТУ 64-1-1411—76

Воронки делительные на 100, 250, 500 и 1 000 мл	ГОСТ 25336—82Е
Воронки конические диаметром 30—37, 60 и 100—120 мм	ГОСТ 25336—082Е
Воронки Бюхнера РФ-3, вместимостью 120 мл	ГОСТ 9147—73
Колбы Бунзена, вместимостью 250—300 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы плоскодонные на 50, 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы круглодонные на шлифе на 10, 50, 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колонка стеклянная, внутренним диаметром 10 мм, высотой 5 или 25 см	
Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мл	ГОСТ 20292—74
Пробирки градуированные с притертыми пробками на 5, 10 и 25 мл	ГОСТ 10515—75
Стаканы химические на 100, 500 и 1 000 мл	ГОСТ 10394—72
Стеклянные палочки	
Цилиндры мерные на 10, 25, 50, 100, 200, 500 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74Е

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы воды, почвы и картофеля хранят в стеклянной таре в сухом и защищенном от света месте не более 2 суток. Если пробы хранятся в холодильнике, то при подготовке к анализу следует выдержать их не менее часа при комнатной температуре.

Образцы зерна и соломы хлебных злаков, а также зерна и зеленой массы кукурузы и семян подсолнечника можно хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 °С в течение месяца. Пробы зеленой массы подсолнечника хранят при температуре 0—4 °С в течение суток. Для более длительного хранения зеленую массу кукурузы и подсолнечника замораживают (лучше жидким азотом) и хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение 3 месяцев.

Перед анализом зерно и семена измельчают на мельнице, солому и зеленую массу кукурузы и подсолнечника режут ножом или ножницами на кусочки не более 0,5 см, картофель натирают на крупной терке, воду

(при наличии взвеси) фильтруют через неплотный бумажный фильтр. сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 0,5—1 мм.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Этилацетат промывают равным объемом 5 %-ного раствора углекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Диэтиловый эфир (1 л) предварительно встряхивают с 20 мл свежеприготовленного раствора железного купороса (30 г сульфата железа в 55 мл воды с добавлением 1,54 г концентрированной серной кислоты), затем эфир последовательно промывают 0,5 %-ным раствором перманганата калия, 5 %-ным раствором гидроксида натрия и водой, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

Оксид алюминия V степени активности по Брокману получают добавлением 12 % воды к навеске оксида алюминия II степени активности.

2.5.2. Подготовка подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ (для анализа по п.п. 2.7.1 и 2.7.4)

Отмеряют 500 мл ацетонитрила, прозрачного при 260—280 нм, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 500 мл бидистиллированной воды, фильтруют, дегазируют.

2.5.3. Кондиционирование колонки Hipersil ODS и Кромасил 100А-С18

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 1 в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизацию базовой линии (5—15 мин).

2.5.4. Подготовка подвижной фазы № 2 для ВЭЖХ (для анализа по п. 2.7.2)

В мерную колбу на 100 мл наливают 50—70 мл хлороформа, вносят 0,5 мл метанола и доводят хлороформом до метки, фильтруют.

2.5.5. Кондиционирование колонки Силасорб 600

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 2 при скорости подачи растворителя 200 мкл/мин до получения стабильной базовой линии.

2.5.6. Подготовка подвижной фазы № 3 для ВЭЖХ (для анализа по п. 2.7.3)

В мерную колбу на 100 мл наливают по 4 мл изопропанола и метанола, доводят объем раствора в колбе до метки гексаном, фильтруют.

2.5.7. Кондиционирование колонки Сепарон CGN-CN

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 3 при скорости подачи растворителя 200 мкл/мин до получения стабильной базовой линии.

2.5.8. Приготовление стандартных растворов

2.5.8.1. *Серия № 1* (для измерения согласно пп. 2.7.1 и 2.7.4). Стандартный раствор флудиоксонила с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение 30 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл флудиоксонила, соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ (п. 2.5.1). Растворы хранятся в холодильнике в течение 3 дней.

2.5.8.2. *Серия № 2* (для измерения согласно п. 2.7.2). Стандартный раствор флудиоксонила с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в подвижной фазе № 2 для ВЭЖХ (п. 2.5.3) в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение 30 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой № 2 для ВЭЖХ. Растворы хранятся в холодильнике в течение 10 дней.

2.5.8.3. *Серия № 3* (для измерения согласно п. 2.7.3). Стандартный раствор флудиоксонила с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в 96 %-ном этиловом спирте в мерной колбе на 100 мл. Раствор можно хранить в холодильнике 3 месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; и 10 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл соответствующим последовательным разбавлением 96 %-ным этиловым спиртом. Рабочие растворы можно хранить в холодильнике 1 месяц.

2.5.9. Построение градуировочного графика

2.5.9.1. *Градуировочный график № 1* (измерение по п. 2.7.1). Для построения градуировочного графика № 1 в инжектор хроматографа вводят по 20 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонила с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1; 0,25 мкг/мл.

2.5.9.2. *Градуировочный график №№ 2 и 3* (измерение по п. 2.7.2 и п. 2.7.3). В инжектор хроматографа вводят по 10 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонила с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мкг/мл (серия № 2 или № 3).

2.5.9.3. *Градуировочный график № 4* (измерение по п. 2.7.4). В инжектор хроматографа вводят по 50 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонила с концентрацией 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный (№ 1, № 2, № 3 или № 4) график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации флудиоксонила в растворе в мкг/мл.

2.5.10. Подготовка колонок с оксидом алюминия, силикагелем и флорисилом для очистки экстракта

2.5.10.1. *Заполнение колонки А оксидом алюминия.* При анализе клубней картофеля используют стеклянную колонку высотой 5 см, внутренним диаметром 10 мм, с пористым фильтром, которую заполняют слоем оксида алюминия II степени активности по Брокману, нейтральным, высотой 2 см и промывают метиловым спиртом (5 мл).

При анализе зеленой массы, семян и масла подсолнечника используют стеклянную колонку длиной 25 см и внутренним диаметром 10 мм. В нижнюю часть этой колонки вставляют тампон из стекловаты и медленно выливают в нее (при открытом кране) суспензию 10 г оксида алюминия V степени активности по Брокману в гексане. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 мл смеси гексан–этилацетат (90 : 10, по объему) со скоростью 1—2 кап./с, после чего она готова для работы.

2.5.10.2. *Заполнение колонки Б силикагелем.* Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 2 г силикагеля в 20—25 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 0,5 см. Колонку промывают 20 мл

элюента № 1 состава (по объему) гексан-ацетон, 95 : 5, затем 20 мл гексана со скоростью 1—2 кап./с. После этого колонка готова к работе.

2. 5.10.3. *Заполнение колонки В флорисилом.* Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, насыпают в нее 5 г флорисила, промывают 30 мл ацетона, сушат сорбент потоком воздуха, используя разряжение, создаваемое водоструйным насосом. Затем колонку смачивают, пропуская через нее 30 мл гексана со скоростью 1—2 кап./с (для удаления пузырьков воздуха постукивают о стенки колонки стеклянной палочкой). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. После этого колонка готова к работе.

2.5_11. Проверка хроматографического поведения флудиоксонила на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора флудиоксонила с концентрацией 100 мкг/мл, отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 3 мл элюента № 3 и наносят на подготовленную колонку А. Промывают колонку 70 мл элюента № 3 со скоростью 1—2 кап./с. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ и анализируют на содержание флудиоксонила по п. 2.7.4.

Фракции, содержащие флудиоксонил, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 20 мл подвижной фазы № 1 и вновь анализируют по п. 2.7.4. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

2.5_12. Проверка хроматографического поведения флудиоксонила на колонках с силикагелем и флорисилом

В круглодонную колбу на 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора флудиоксонила серии № 2 с концентрацией 100 мкг/мл (колонка Б) или 10 мкг/мл (колонка В), отдувают растворитель потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 2—3 мл элюента № 1 (колонка Б) или № 2 (колонка В) и наносят на колонку. Промывают колонку 70 мл элюента № 1 (колонка Б) или № 2 (колонка В) со скоростью 1—2 кап./с. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 10 мл подвижной фазы № 1 или 1 мл подвижной фазы № 2 и анализируют на содержание флудиоксонила соответственно по п. 2.7.1 или п. 2.7.2.

Фракции, содержащие флудиоксонил, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 10 или 1 мл подвижной фазы № 1 или № 2 и анализируют соответственно по п. 2.7.1 или п. 2.7.2. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания может измениться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

2.6. Описание определения

2.6.1. Вода

100 мл отобранного образца воды помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют в нее 10 мл насыщенного раствора хлорида натрия, 25 мл дихлорметана и встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин.

После разделения смеси, отделяют нижний органический слой и пропускают его через химическую воронку диаметром 30—37 мм (отверстие прикрывают тампоном ваты), содержащую безводный сульфат натрия, собирая экстракт в грушевидную колбу вместимостью 100 мл.

Оставшийся в делительной воронке водный слой подвергают повторной автоматической экстракции новой порцией дихлорметана объемом 25 мл и повторный экстракт после сушки над безводным сульфатом натрия присоединяют к ранее полученному. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе до объема 5 мл, а затем количественно переносят его в грушевидную колбу вместимостью 10 мл и упаривают досуха. Остаток растворяют в 1 мл дихлорметана и анализируют на содержание флудиоксанила по п. 2.7.3.

2.6.2. Почва

2.6.2.1. *Экстракция*. К 25 г отобранного образца почвы, помещенного в коническую колбу вместимостью 300 мл, добавляют 15 мл воды и 100 мл метанола и помещают на аппарат для встряхивания на 1 час.

Затем полученную массу фильтруют через воронку Бюхнера, снабженную бумажным фильтром «синяя лента», промывают остаток на фильтре 25 мл чистого метанола.

Фильтрат из колбы Бунзена количественно переносят в делительную воронку вместимостью 1 л и подвергают очистке по п. 2.6.2.2.

2.6.2.2. *Очистка экстракта*. К раствору в делительной воронке добавляют 50 мл насыщенного раствора хлорида натрия, 450 мл воды и подвергают экстракции 75 мл дихлорметана в течение 5 минут.

После разделения смеси отделяют нижний органический слой, собирая его в коническую колбу вместимостью 500 мл. Водную фазу подвергают экстракции дихлорметаном порциями по 75 мл еще дважды.

Объединенный экстракт, осушенный безводным сульфатом натрия, упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха, остаток растворяют в 5 мл метанола, раствор количественно переносят в грушевидную колбу вместимостью 10 мл и упаривают до объема 1 мл.

Сконцентрированный метанольный раствор наносят с помощью пипетки на приготовленную очистительную колонку А с оксидом алюминия, колонку промывают 2 мл метанола и собранный элюат упаривают досуха в грушевидной колбе. Остаток растворяют в 1 мл дихлорметана и анализируют на содержание флудиоксонила по п. 2.7.3.

2.6.3. Картофель

25 г измельченного образца семенного материала помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, добавляют к нему 100 мл смеси метанола и ацетона (4 : 1) и встряхивают в течение 1 часа.

Дают раствору отстояться и осторожно декантируют через химическую воронку диаметром 60 мм, снабженную бумажным фильтром «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 300—500 мл. Пробу картофеля подвергают экстракции еще дважды метанолом порциями по 50 мл. Отстоявшийся метанольный раствор также декантируют через химическую воронку в колбу с ранее полученным экстрактом.

Оставшуюся в колбе для экстракции массу фильтруют через воронку Бюхнера, снабженную бумажным фильтром «синяя лента», промывая остаток на фильтре 25 мл метанола.

Объединенный метанольный экстракт и промывку количественно переносят в делительную воронку вместимостью 1 л, далее проводят процедуру очистки экстракта в соответствии с п. 2.6.2.2.

2.6.4. Зерно и солома хлебных злаков, зерно и зеленая масса кукурузы

2.6.4.1. *Экстракция.* Навеску 25 г измельченного зерна хлебных злаков или кукурузы, зеленой массы кукурузы (10 г соломы) помещают в коническую колбу на 250 мл, смачивают 30 мл воды и тщательно перемешивают. Добавляют в колбу 75 мл (для соломы 100 мл) ацетона и встряхивают 1 час. Отстоявшийся раствор сливают через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 500 мл. Процедуру экстракции повторяют еще дважды, используя по 50 мл ацетона для зерна и зеленой массы кукурузы, 100 и 75 мл ацетона для соломы. Объединенный экстракт концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до водного ос-

татка (30—40 мл). К оставшемуся водному раствору добавляют примерно равный объем ацетона и помещают в морозильную камеру бытового холодильника на 1 час. Отфильтровывают выпавший осадок через бумажный фильтр, промывая его 20 мл охлажденной смеси ацетон–вода (1 : 1, по объему). Раствор сливают в круглодонную колбу на 250 мл упаривают до объема 30—40 мл. К оставшемуся водному раствору добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного раствора NaCl, переносят в делительную воронку на 250 мл и экстрагируют трижды по 20 мл смеси гексан–эфир (4 : 1). Объединенную органическую фазу упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха.

Остаток растворяют в 5 мл ацетона, добавляют 70 мл воды и 10 мл насыщенного раствора NaCl. Раствор переносят в делительную воронку на 250 мл и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформа. Хлороформный экстракт сливают через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу на 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха.

Далее проводят очистку экстрактов на колонке Б с силикагелем по п. 2.6.4.2 или на колонке В с флорисилом по п. 2.6.4.3. Очистка на колонке с флорисилом является более эффективной.

2.6.4.2. *Очистка на колонке Б с силикагелем.* Остаток в колбе, полученный по п. 2.6.4.1 с помощью 3—5 мл элюента № 1 количественно переносят пипеткой в колонку Б, дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Промывают колонку 30 мл гексана, который отбрасывают, затем 35 мл основного элюента № 1. Первые 10 мл основного элюата отбрасывают, оставшиеся 25 мл собирают в круглодонную колбу на 50—100 мл и упаривают досуха. Остаток экстракта зерна и зеленой массы кукурузы растворяют в 10 мл, соломы – в 4-х мл подвижной фазы № 1 или в 1 мл подвижной фазы № 2 (для всех растительных объектов) и анализируют на содержание флудиоксонила соответственно по п. 2.7.1 или 2.7.2.

2.6.4.3. *Очистка на колонке В с флорисилом.* Остаток в колбе по п. 2.6.4.2 с помощью 3—5 мл элюента № 1 количественно переносят пипеткой в колонку В, дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Промывают колонку 20 мл гексана, 30 мл элюента № 1, затем 50 мл основного элюента № 2. Гексан, элюат № 1, а также 20 мл основного элюата № 2 отбрасывают, остальные 30 мл собирают в круглодонную колбу на 50—100 мл и упаривают досуха. Остаток экстракта зерна и зеленой массы кукурузы растворяют в 10 мл, соломы – в 4-х мл подвижной фазы № 1 или в 1 мл подвижной фазы № 2 (для всех раститель-

ных объектов) и анализируют на содержание флудиоксонила соответственно по п. 2.7.1 или 2.7.2.

2.6.5. Зеленая масса, семена и масло подсолнечника

2.6.5.1. *Экстракция.* Навеску (25 г) измельченной зеленой массы заливают 100 мл ацетонитрила и гомогенизируют в течение 5 минут при 8 000 об./мин. Гомогенат фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл ацетонитрила. Из объединенного экстракта отбирают аликвоту (около 30 мл), эквивалентную 5 г растительного материала.

Навеску (10 г) размолотых семян помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл ацетонитрила и помещают в ультразвуковую баню на 5 минут. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр и остаток на фильтре промывают 30 мл ацетонитрила. Из полученного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 60 мл), эквивалентную 5 г семян.

К навеске (5 г) масла добавляют 20 мл гексана и переносят в делительную воронку, приливают 30 мл ацетонитрила и смесь встряхивают в течение 1 минуты. Собирают ацетонитрильную фазу, а гексановый раствор масла повторно экстрагируют 20 мл ацетонитрила. Ацетонитрильные фракции объединяют.

2.6.5.2. Очистка экстрактов. Аликвоты экстрактов зеленой массы, и семян, и ацетонитрильный экстракт масла переносят в делительную воронку емкостью 100 мл, добавляют 20 мл гексана и смесь встряхивают в течение 1 минуты. Гексановый слой отбрасывают, а ацетонитрильную фазу упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток дважды обрабатывают 10 мл порциями смеси ацетонитрил–вода (3 : 7, по объему) и полученный раствор переносят в делительную воронку емкостью 100 мл. Добавляют 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (4 : 1, по объему) и встряхивают в течение 1 минуты. Собирают верхний слой (фаза гексан–эфир), содержащий флудиоксонил, и ацетонитрильный слой повторно обрабатывают 20 мл смеси гексан–диэтиловый эфир. Объединенный гексан-эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.5.3.

2.6.5.3. *Очистка на колонке с оксидом алюминия.* Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.5.2 экстрактов зеленой массы, семян и масла, количественно переносят тремя 1-мл порция-

ми элюента № 3 в подготовленную для анализа подсолнечника хроматографическую колонку А. Флудиоксонил элюируют 50 мл смеси гексан–этилацетат (90 : 10, по объему), отбрасывая первые 15 мл элюента и собирая последующие 35 мл в грушевидную колбу емкостью 50 мл. Полученный раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ и анализируют на содержание флудиоксонила по п. 2.7.4.

2.7. Условия хроматографирования

2.7.1. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Perkin-Elmer (США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Hipersil ODS, зернением 5 мкм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	ацетонитрил–вода (1 : 1, по объему)
Скорость потока элюента	1 мл/мин
Рабочая длина волны	268 нм
Чувствительность	0,005 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	20 мкл
Время выхода флудиоксонила	8—8,5 мин
Линейный диапазон детектирования	0,5—5 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ.

2.7.2. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Милихром (Россия)

Колонка стальная, длиной 64 мм, внутренним диаметром 2 мм, содержащая Силасорб 600, зернением 5 мкм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	хлороформ–метанол (95,5 : 0,5, по объему)
Скорость потока элюента	100 мкл/мин
Рабочая длина волны	268 нм
Чувствительность	0,02 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	10 мкл
Время выхода флудиоксонила	около 6 мин
Линейный диапазон детектирования	5—100 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 10 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 2 для ВЭЖХ.

2.7.3. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Милихром (Россия)

Колонка стальная, длиной 80 мм, внутренним диаметром 2 мм, содержащая Сепарон CGN-CN, зернением 5 мкм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	н-гексан–метанол–изопропанол (92 : 4 : 4, по объему)
Скорость потока элюента	100 мкл/мин
Рабочая длина волны	268 нм
Чувствительность	0,02 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	10 мкл
Время выхода флудиоксонила	6,7 мин
Линейный диапазон детектирования	5—100 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 10 мкг/мл, разбавляют дихлорметаном.

2.7.4. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США)

Колонка стальная длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100А-С18, зернением 5 мкм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	ацетонитрил–вода (50 : 50, по объему)
Скорость потока элюента	0,7 мл/мин
Рабочая длина волны	268 нм
Чувствительность	0,02 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	50 мкл
Время удерживания флудиоксонила	около 9 мин
Линейный диапазон детектирования	2,5—25 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание флудиоксонила рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{C\,V}{m}, \text{ где}$$

X – содержание флудиоксонила в пробе, мг/кг; мг/л;

C – концентрация флудиоксонила в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса (или объем) анализируемого образца, г (мл).

3. Требования техники безопасности

При выполнении измерений концентраций флудиоксонила следует соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455-81 от 20.10.81), а также требования, изложенные в документации на прибор.

4. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф.; Юдина Т. В., д. б. н.; Федорова Н. Е., д. б. н.; Ларькина М. В., к. б. н. (зерно и солома хлебных злаков, зерно и зеленая масса кукурузы).

Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2, лаборатория аналитических методов контроля.

Телефон: (095) 586-1276.

Новицкий В. Ф., Марусич Н. И., Капуцкая В. К., Гинько Г. В. (вода, почва, картофель).

Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт. 220012, г. Минск, ул. Ф. Скорины, 8/47, тел. 394-375.

Талалакина Т. Н., Макеев А. М., к. б. н. (зеленая масса, семена и масло подсолнечника)

Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии. 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

Таблица 2

Полнота определения Флудиоксонила в воде, почве, картофеле, зерне и соломе пшеницы, зерне и зеленой массе кукурузы (6 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено флудиоксонила, мг/кг ($дм^3$)	Обнаружено флудиоксонила, мг/кг	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0049 ± 0,0002	98,0
	0,01	0,0089 ± 0,0005	89,0
	0,02	0,0196 ± 0,0010	98,0
	0,05	0,0500 ± 0,0100	100,0
Почва	0,5	0,295 ± 0,015	59,0
	1,0	0,700 ± 0,036	70,0
	2,0	1,480 ± 0,077	74,0
	4,0	3,840 ± 0,200	96,0
Картофель	0,02	0,0016 ± 0,0002	80,0
	0,04	0,0328 ± 0,0033	82,0
	0,08	0,0660 ± 0,0067	82,5
	0,2	0,1500 ± 0,0140	75,0
Зерно пшеницы	0,01	0,0079 ± 0,0003	79,0
	0,02	0,0170 ± 0,0009	85,0
	0,04	0,0351 ± 0,0012	87,8
	0,1	0,0812 ± 0,0042	81,2
Солома пшеницы	0,01	0,0089 ± 0,0004	88,7
	0,02	0,0168 ± 0,0006	84,0
	0,04	0,0320 ± 0,0011	80,1
	0,1	0,0834 ± 0,0026	83,4
Зерно кукурузы	0,01	0,0086 ± 0,0009	86,3
	0,02	*0,0168 ± 0,0010*	*83,9*
	0,04	0,0322 ± 0,0019	80,4
	0,1	0,0816 ± 0,0054	81,6
Зеленая масса кукурузы	0,01	0,0083 ± 0,0006	83,0
	0,02	0,0169 ± 0,0010	84,5
	0,04	0,0335 ± 0,0029	85,2
	0,1	0,0829 ± 0,0056	82,5

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых *продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах* окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 1

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16 Печ. л. 22.0

Тираж 1500 экз. Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30

gost.e-ecolog.ru