Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

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

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2048-4.1.2061-06

Издание официальное

ББК 51.21 О37

- О37 Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009—148с.
 - 1. Сборник подготовлен 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 утвержденню Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.
 - 3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Опищенко.
 - 4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60х88/16

Печ. л. 9.25

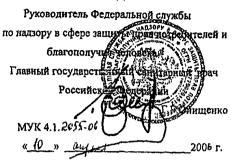
Тираж 100 экз.

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

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств
сульфометурон-метила в воде и почве методом высокоэффективной жидкостной
хроматографии. МУК 4.1.2048-064
2. Методические указания по измерению концентраций глифосата в
атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК
4.1.2049-06
3. Методические указания по измерению концентраций Карбосульфана в воздухе
рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2050-0628
4. Методические указания по измерению концентраций тефлутрина в воздухе рабочей
зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2051-0635
5. Определение остаточных количеств метальдегида в воде, почве, овощах (капуста,
салат, Китайская капуста, шпинат, редис и др.), фруктах (яблоки, сливы и др.),
ягодах (земляника, смородина и др.) и винограде методом газожидкостной
хроматографии. МУК 4.1.2052-0644
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона
в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии.
МУК 4.1.2053-0658
7. Методические указания по определению остаточных количеств Прохлораза в воде,
почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2054-0667
8. Методические указания по определению остаточных количеств флудиоксонила в
зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК
4.1.2055-0680
9. Методические указания по определению остаточных количеств оксифлуорфена
в семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографин.
МУК 4.1.2056-0691
10. Методические указания по определению остаточных количеств карбоксина
в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.
MYK 4.1.2057-06
11. Методические указания по определению остаточных количеств флуазифоп-п-бутила
в семенах и масле рапса, подсолнечника, зерне и масле сои, зерне гороха и луке по
основному метаболиту флуазифоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной
хроматографии. МУК 4.1.2058-06109
12. Методические указания по определению остаточных количеств прометрина в
семенах и масле подсолнечника и сои, зерне и масле кукурузы, зерне гороха, клубнях
картофеля и корнеплодах моркови методом высокоэффективной жидкостной
хроматографии. МУК 4.1.2059-06117
13. Методические указания по определению остаточных количеств никосульфурона
в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.
MYK 4.1.2060-06
14. Методические указания по определению остаточных количеств абамектина в
ягодах и соке винограда, перце и баклажанах методом высокоэффективной жилкостной угометографии MVК 4.1.2061-06
WURKICTHOU XDOMETOTOROUM INIVERSE 1/DOI-NO.

УТВЕРЖДАЮ



Дата введения: с Імал 2006.

методические указания по определению остаточных количеств флудиоксонила в зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации флудиоксонила в зерне и масле сои в диапазоне 0,02-0,2 мг/кг.

Флудноксонил – действующее вещество фунгицида Максим, КС (25 г/л), фирма производитель Сингента Кроп Протекцин АГ (Швейцария)

4-(2.2-дифтор-1,3-бензодиоксол-4-ил)-пиррол-3-карбонитрил (IUPAC)



C₁₂H₆F₂N₂O₂ Мол. масса: 248.2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления: 199,8°C. Давление паров при 25°C: 3.9×10^{-4} мПа. Коэффициент распределения ноктанол/вода: K_{OW} log P = 4.12. Растворимость ($r/дм^3$) при 25°C: ацетон - 190, этанол - 44. н-октанол — 20, толуол — 2,7, гексан — 0,008, вода — 0,0018.

В биологически активных почвах в аэробных условиях флудиоксонил быстро разлагается или переходит в прочносвязанное состояние: $DT_{50} \approx 10-25$ дней.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс - > 2000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс - > 2600 мг/м³ воздуха. Флудиоксонил не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаз и кожу кроликов и не обладает тератогенным, мутагенным и онкогенным эффектами. Фунгицид практически нетоксичен для птип, рыб, пчел, диких животных, дожденых червей, дафпий и водорослей.

Рекомендуемый норматив для флудиоксонила в зерпе и масле сои -0.02 мг/кг.

Область применения препарата

Флудиоксопил – контактный фунгицид широкого спектра действия с продолжительной активностью. Высокоэффективен против снежной плесени, твердой головни, гельминтоспориозной и фузариозной корневых гнилей на зерновых злаках, а также ризоктониоза, склеротиниоза, серой гнили и альтернарноза на винограде, косточковых плодовых, овощных и декоративных культурах.

Зарегистрирован в России под торговым названием Максим, КС (25 г/л) в качестве фунгицида для предпосевного протравливания семян зерновых культур, гороха, а также для обработки клубней картофеля перед закладкой на хранение. В настоящее время проходит регистрационные испытания в качестве протравителя семян сои.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 Метрологические параметры

	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20					
Анализи- руемый объект	Предел обнару- жения, мг/кг	Диапазон определя- емых кон- центраций, мг/кг	Среднее значение опреде- ления, %	Стандарт- ное откло- нение, S, %	Относи- тельное отклоне- ние DS, %	Довери- тельный интервал среднего, %
Зерно	0,02	0,02 - 0,2	82,5	3,8	1,7	± 3,5
Масло	0,02	0,02 - 0,2	82,7	3,6	1,6	± 3,4

 $\label{eq:Tadouta} \mbox{Таблица 2}$ Полнота определения флудиоксонила в модельных матрицах (n = 5)

	Внесено	Открыто	Доверительный
Матрица	флудиоксонила, мг/кг	флудиоксонила,	интервал среднего,
]		%	%
	0,02	80,0	4,5
Zanyo	0,04	81,6	3,7
Зерно	0,10	83,6	3,5
	0,20	84,7	3,1
	0,02	80,3	±4,1
Масло	0,04	82,0	±3,9
	0,10	83,7	±3,5
	0,20	85,0	±2,1

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором. Контроль флудиоксонила в матрицах осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из зерна и масла ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением в системе несмещивающихся растворителей, а также на колонке с оксидом алюминия.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства,

реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым	Номер Госреестра
детектором с переменной длиной волны (фирмы	
Клачет, Германия)	
Весы аналитические ВЛА-200	ΓΟCT 24104
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим	ΓΟCT 7328
пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой	
погрешности +/- 0,036 г	

Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1000-2	FOCT 1770
Меры массы	ΓΟCT 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности	ГОСТ 29227
вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см ³	
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой	ГОСТ 1770
вместимостью 5 см ³	
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью	FOCT 1770
25, 50, 100, 500 и 1000 см ³	

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Флудиоксонил, аналитический стандарт с содержанием

д.в. 99,8% (Сингента, Швейцария)

Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534-87
Вода бидистиллированная	FOCT 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ΓΟCT 4166
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	FOCT 22300
Эфир диэтиловый	FOCT 6265-74

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Ваниа ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. С	о. (США)
Воронка Бюхнера	FOCT 0147
Воронки делительные вместимостью 100 см3	ΓΟCT 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	FOCT 25336
Дефлегматор елочный	FOCT 9737
Колба Бунзена	FOCT 5614
Колбы плоскодонные вместимостью 250 см ³	ΓΟCT 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 150 см ³	FOCT 9737
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см	ΓΟCT 9737
Мельница электрическая лабораторная	TY 46-22-236
Оксид алюминия нейтральный (Вельм, Германия) 1 степени	
активности для колоночной хроматографии	

Стаканы химические вместимостью 100 и 500 см³ Стекловата

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ТУ 25-11-917 ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Висћі (Швейцария) Установка для перегонки растворителей Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100-С18 (5 мкм)

Шприц для ввода образцов в жидкостной хроматограф вместимостью 50 - 100 мм³ (Hamilton, США)

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими 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 жилкостной 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 концептрации (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) °C и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с оксидом влюминия.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка и-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения ее окращивания в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.2. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сущат над безводным карбонатом калия и перегоняют.

7.1.3. Очистка диэтилового эфира

Растворитель предварительно встряхивают со свежеприготовленным раствором железного купороса, а затем последовательно промывают 0,5%-ным раствором перманганата калия, 5%-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сущат над хлористым кальцием и перегоняют.

7.2. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 10 г оксида алюминия V степени активности в 20 см³ гексана (оксид алюминия V степени активности по Брокману получают добавлением 15% воды к оксиду алюминия I степени активности). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 см³ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., после чего она готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения флудиоксонила на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу вместимостью 10 см³ помещают 0,5 см³ градуировочного раствора № 1 флудиоксонила с концентрацией 10 мкг/см³ в ацетонитриле (п. 7.6.2), раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 0,6 см³ этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,4 см³ гексана, перемешивают, вновь

помещают в ультразвуковую баню на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п.7.2. Промывают колонку 50 см³ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 5 см³) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см³ ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см³ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.4., перемещивают и анализируют на содержание флудиоксонила по п.9.4.

7.4. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ ацетонитрила, 500 см³ бидистллированной воды, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

7.5. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.4.) при скорости подачи растворителя 1 см³/мин не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.6. Приготовление градуировочных растворов

7.6.1. Исходный раствор флудиоксонила для градуировки (концентрация 100 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,010 г флудиоксонила, растворяют в 40-50 см³ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемещивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выще -18° C в течение 3-х месяцев.

7.6.2. Раствор флудиоксонила №1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см³).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ исходного раствора флудиоксонила с концентрацией 100 мкг/см³ (п.7.6.1.), разбавляют ацетонитрилом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5.

Для приготовления проб зерна и масла с внесением при оценке полноты извлечения флудиоксонила из исследуемых образцов используют ацетоновый раствор флудиоксонила с концентрацией 10 мкг/см³.

Градуировочный раствор № 1 и ацетоновый раствор флудиоксонила хранят в морозильной камере при температуре не выше -18° с в течение месяца.

- В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0.5, 1.0, 2.5 и 5.0 см³ градуировочного раствора № 1 флудиоксонила с концентрацией 10 мкг/см³ (п.7.6.2),

доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.4., тщательно перемешнвают, получают рабочие растворы NeNe 2-5 с концентрацией флудиоксонила 0.05, 0.1, 0.25 и 0.5 мкг/см³, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

7.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации флудиоксонила в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ каждого градуировочного раствора (п.7.6.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х парадлельных измерений.

8. Отбор и храмение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТом 10852-86 «Ссмена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Пробы зерна высущивают до стандартной влажноски и хранят в холодильнике при температуре не выше 4°С. Масло хранят в стеклянной или полиэтилсновой таре в холодильнике при температуре не выше 4°С. В некоторых случаях масло получают из зерна сои экстракцией органическими неполярными растворителями (пстролейный и диэтиловый эфиры) непосредственно перед проведением анализа.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция флудиоксонила

- 9.1.1.Зерно. Образец размолотого зерна массой 10 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин. Раствор (с осадком) фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре промывают 25 см³ ацетонитрила. Экстракт и промывную жидкость, объединенные в мерном цилиндре, перемешивают, измеряют объем раствора и ½ его часть (эквивалентную 5 г образца) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.
- 9.1.2. Масло. Образец масла массой 5 г вносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ гексана, перемешивают. В воронку вносят 30 см³ ацетонитрила, интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой отделяют и собирают в химический стакан вместимостью 100 см³. Операцию экстракции масляной фазы повторяют еще

дважды, используя по 20 см³ ацетонитрила. Дальнейшую очистку объединенного ацетонитрильного экстракта проводят по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракты, полученные по пп. 9.1.1. и 9.1.2., переносят в делительную воронку вместимостью 200 см³, прибавляют 20 см³ гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После разделения фаз нижний ацетонитрильный слой переносят в круглодонную колбу и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре 40°C. Остаток в круглодонной колбе растворяют в 20 см³ смеси ацетонитрил-вода (3:7, по объему) и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³. В воронку вносят 20 см³ смеси гексан-диэтиловый эфир (4:1, по объему), интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. После разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажный фильтр в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Операцию экстракции водно-ацетонитрильной фазы повторяют еще дважды, используя по 15 см³ смеси гексан-диэтиловый эфир (4:1, по объему). Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30°C.

9.3. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия

Сухой остаток в круглодовной колбе, полученный по п.9.2., растворяют в 0,6 см³ этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,4 см³ гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.2. Колбу обмывают 3 см³ смеси гексанэтилацетат (8:2, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку 35 см³ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., отбрасывают первые 10 см³ элюата и собирают последующие 25 см³ в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40°C. Остаток в колбе растворяют в 1 см³ ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см³ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.4., перемешивают и анализируют на содержание флудиоксонила по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Knauer, Германия)

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

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (50:50, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 см3/мин

Рабочая длина волны: 268 нм

Чувствительность: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мм3

Ориентировочное время выхода флудиоксонила: 10,5 - 11 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1 - 10 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.4.

Альтернативная подвижная фаза: Диасорб 130-С16

Ориентировочное время выхода флудиоксонила: 9,6 - 10.3 мин.

10. Обработка результатов анализа

Содержание флудиоксонила рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

Х - содержание флудиоксонила в пробе, мг/кг;

Н1 - высота пика образца, мм;

Но - высота пика стандарта, мм;

А - концентрация стандартного раствора флудиоксонила, мкг/см³;

V - объем экстракта, подготовненного для хроматографирования, см³;

m - масса анализируемой части образца (г) / для зерна и масла - 5 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

Талалакина Т.Н., науч. сотр.; Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы

592-92-20

Подпись руки Талалакиной Т.Н. и Макеера А.М. заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ

(Вайфлис Г.Г.)