



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
53971—
2010

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение массовой концентрации пестицидов
группы триазолов методом капиллярного
электрофореза в сочетании
с твердофазной экстракцией

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2012

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Северо-Кавказским зональным научно-исследовательским институтом садоводства и виноградарства Россельхозакадемии (ГНУ СКЗНИИСИВ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 91 «Пивобезалкогольная и винодельческая продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2010 г. № 539-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Требования безопасности	2
4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы	2
5 Отбор проб	2
6 Сущность метода	3
7 Метрологические характеристики	3
8 Требования к условиям выполнения измерений	3
9 Подготовка к выполнению измерений	3
9.1 Приготовление буферных и вспомогательных растворов	3
9.2 Подготовка прибора и порядок проведения анализа	4
9.3 Приготовление градуировочных растворов	4
10 Приготовление пробы и проведение измерений	5
11 Обработка и оформление результатов измерений	5
12 Контроль точности результатов	6
Приложение А (справочное) Электрофореграммы стандартного раствора триазолов и образца винопродукции	7

ПРОДУКЦИЯ ВИНОДЕЛЬЧЕСКАЯ

Определение массовой концентрации пестицидов группы триазолов методом капиллярного электрофореза в сочетании с твердофазной экстракцией

Wine production. Determination of mass concentration of triazole pesticides by capillary electrophoresis method in combination with solid-phase extraction

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на винодельческую продукцию и устанавливает метод капиллярного электрофореза в сочетании с твердофазной экстракцией для определения массовых концентраций пестицидов группы триазолов — пенконазола, флутриафола, триадименола и тебуконазола в диапазоне измерений от 0,01 до 10,00 мг/дм³.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 51144—2009 Продукция винодельческая. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770—74 (1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и

по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования безопасности

3.1 Требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.1.019.

3.2 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.1.007.

3.3 К выполнению измерений методом капиллярного электрофореза допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера, прошедшего соответствующий курс обучения, или лица, имеющие удостоверения на право работы методом газовой или высокоэффективной жидкостной хроматографии.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Прибор (система) капиллярного электрофореза, оснащенный кварцевым капилляром длиной не менее 50 см до детектора, с внутренним диаметром 75 мкм, спектрофотометрическим детектором, работающим в диапазоне длин волн от 180 до 380 нм, и блоком высокого напряжения положительной полярности, и компьютером с программным обеспечением для обработки электрофореграмм.

Весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,0001$ г.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-25-1 и 2-100-1 по ГОСТ 1770.

Стаканы химические вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

pH-метр с диапазоном измерений pH от 1 до 10, погрешность измерения — не более $\pm 0,05$ ед. pH.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения ротора не менее 6000 об/мин.

Пробирки одноразовые (типа Эппендорфа) вместимостью 1,5 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий хлористый ГОСТ 4233.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Ротационный вакуумный испаритель.

Вакуумный насос.

Водяная баня.

Додецилсульфат натрия с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Тетраборат натрия с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Стандартный образец пенконазола с содержанием основного вещества не менее 99,6 %.

Стандартный образец флутриафола с содержанием основного вещества не менее 94,5 %.

Стандартный образец тебуконазола с содержанием основного вещества не менее 98,5 %.

Стандартный образец триадименола с содержанием основного вещества не менее 98,0 %.

Патроны концентрирующие для твердофазной экстракции с массой сорбента 500 мг и неподвижной фазой C18.

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Спирт пропиловый для жидкостной хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 51144.

6 Сущность метода

Метод капиллярного электрофореза для определения массовых концентраций пестицидов группы триазолов основан на разделении их под действием электрического поля в капилляре в условиях, способствующих подавлению влияния посторонних веществ. Твердофазная экстракция предназначена для очистки и концентрирования проб винодельческой продукции. Идентификацию и количественное определение анализируемых пестицидов проводят, регистрируя поглощение в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 200 нм.

7 Метрологические характеристики

Показатели прецизионности метода определены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2 и представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Значение показателя
Предел повторяемости r , %, $P = 0,95$	12
Предел воспроизводимости R , %, $P = 0,95$	15
Границы относительной погрешности $\pm \delta$ при вероятности $P = 0,95$ %	20

8 Требования к условиям выполнения измерений

Подготовку проб и измерения проводят в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении от 87 до 107 кПа, относительной влажности воздуха не более 80 %, частоте переменного тока $(50 \pm 0,4)$ Гц, напряжении в сети 220 В.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление буферных и вспомогательных растворов

9.1.1 Раствор гидроксида натрия массовой долей 4 %

В 50 — 60 см³ дистиллированной воды растворяют 4 г гидроксида натрия. По окончании растворения разбавляют дистиллированной водой до объема 100 см³. Срок хранения в сосуде из полиэтилена с плотно закрывающейся крышкой — 2 мес.

9.1.2 Раствор соляной кислоты массовой долей 3,5 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 8,3 см³ соляной кислоты плотностью 1,18 г/см³, затем добавляют дистиллированную воду до метки и перемешивают. Срок хранения не ограничен.

9.1.3 Раствор тетрабората натрия молярной концентрации 0,05 моль/дм³

В стакан вместимостью 50 см³ отбирают навеску $(1,906 \pm 0,001)$ г тетрабората натрия. Добавляют 20 см³ дистиллированной воды (хранившейся с момента приготовления не более 4 сут) и перемешивают стеклянной палочкой. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 100 см³, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре — 3 мес.

9.1.4 Раствор додецилсульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В стакан вместимостью 50 см³ отбирают $(0,721 \pm 0,001)$ г додецилсульфата натрия, добавляют 15 см³ дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 25 см³, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре — 1 мес.

9.1.5 Рабочий буферный раствор

Раствор тетрабората натрия по 9.1.3, раствор додецилсульфата натрия по 9.1.4, дистиллированную воду и пропиловый спирт смешивают в объемных соотношениях 1 : 4 : 4 : 1. Не допускают хранение рабочего буферного раствора более 2 сут с момента приготовления в плотно закупоренной емкости с притертой пробкой. Полученный рабочий буферный раствор помещают в пробирки Эппендорфа в количестве 0,8 см³ и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин.

9.1.6 Раствор этилового спирта объемной долей 12 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 12 см³ этилового спирта, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора при комнатной температуре — 3 мес.

9.2 Подготовка прибора и порядок проведения анализа

9.2.1 Прибор подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации и устанавливают следующие рабочие параметры:

- длина волны спектрофотометрического детектора — 200 нм;
- напряжение — 25 кВ;
- дозирование пробы — пневматическое при 30 мБар в течение 20 с при напряжении 0 кВ;
- время анализа — 20 мин;
- рекомендуется термостатирование капилляра при температуре 25 °С.

Перед измерениями подготавливают капилляр к работе, промывая его последовательно раствором соляной кислоты (см. 9.1.2) в течение 3 мин, дистиллированной водой — 3 мин, раствором гидроксида натрия (см. 9.1.1) — в течение 3 мин, дистиллированной водой — в течение 3 мин и рабочим буферным раствором (см. 9.1.5) — в течение 3 мин. Капилляр промывают каждый раз при включении прибора. Между анализами капилляр промывают рабочим буферным раствором в течение 2 мин. При сильном загрязнении капилляра, что проявляется в искажении электрофореграммы, необходимо повторение начальной промывки.

9.2.2 Определение массовой концентрации пестицидов группы триазолов в градуировочном растворе или исследуемой пробе проводится путем пневматического дозирования проб (30 мБар, 20 с) и регистрации полученных данных в течение 20 мин в виде электрофореграмм. Процедуры градуировки и анализа исследуемых проб следует проводить при одинаковых рабочих параметрах прибора.

Результаты первого измерения на каждой порции буфера отбрасывают. Содержимое одной пробирки с рабочим буферным раствором можно использовать для выполнения не более пяти измерений.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

9.3.1 Основной градуировочный раствор смеси триазолов концентрации 1000 мг/дм³

Отбирают навески пенконазола, флутриафола, триадименола и тебуконазола массой $(0,025 \pm 0,001)$ г каждая и вносят в мерную колбу (с притертой пробкой) вместимостью 25 см³, добавляют 10 см³ этилового спирта, перемешивают содержимое и доводят объем раствора в колбе до метки этиловым спиртом. Срок хранения основного градуировочного раствора не более 3 мес в стеклянной таре с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С.

9.3.2 Рабочие градуировочные растворы (массовой концентрации 1, 2, 5 и 10 мг/дм³) готовят из основного градуировочного раствора по 9.3.1. Для этого вносят в четыре мерные колбы (с притертыми пробками) вместимостью 100 см³ пипетками 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 см³ основного градуировочного раствора соответственно, затем доводят объемы растворов в колбах до метки дистиллированной водой, закрывают колбы пробками и тщательно перемешивают. Срок хранения растворов в стеклянной таре с притертой пробкой — не более 2 сут при температуре от 2 °С до 8 °С.

9.3.3 Рабочие градуировочные растворы концентрации 1, 2, 5 и 10 мг/дм³ отбирают мерной пипеткой в объеме 0,8 см³ в пробирку Эппендорфа и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин для удаления растворенного воздуха. Проводят измерение по 9.2. Градуировочную характеристику получают, обрабатывая экспериментальные данные при помощи программного обеспечения. Градуировка признается удовлетворительной, если коэффициент корреляции, рассчитанный программой, будет не менее 0,99. Идентификацию пиков проводят по времени удерживания триазолов, полученному в градуировочной характеристике. В случае затруднения идентификации какого-либо триазола рекомендуется использовать метод добавок. Для этого в анализируемую пробу вносят этот триазол с расчетом на увеличение концентрации на $(100 \pm 50)\%$, и измерение повторяется. Увеличение высоты соответствующего пика свидетельствует о правильной идентификации.

Градуировку прибора обязательно проводят заново в следующих случаях:

- при замене капилляра;

- при замене хотя бы одного из компонентов буферного раствора;
- при изменении рабочего напряжения;
- при изменении рабочей длины волны детектора;
- при изменении времени ввода пробы и давления ввода;
- при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики.

Примеры электрофореграмм приведены в приложении А.

9.3.4 Приготовление раствора для контроля стабильности градуировочной характеристики

Раствор для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят из основного градуировочного раствора по 9.3.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,2 см³ основного градуировочного раствора, затем доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают. Действительное значение массовой концентрации пестицидов группы триазолов составляет 2 мг/дм³. Срок хранения раствора — 1 мес при температуре от 2 °С до 8 °С. Контрольный раствор используют для проверки работоспособности прибора и для контроля стабильности градуировочной характеристики. Градуировочная характеристика признается стабильной, если полученные массовые концентрации триазолов составляют от 1,80 до 2,20 мг/дм³, а времена удерживания всех компонентов отличаются от полученных при градуировке не более чем на 5 %.

10 Приготовление пробы и проведение измерений

10.1 Патрон предварительно кондиционируют ацетонитрилом (5 см³), затем промывают 12 %-ным раствором этилового спирта (5 см³). Данная операция подготавливает весь объем твердой фазы патрона к сорбции.

10.2 Подготовка пробы

Исследуемые пробы вина объемом 20 см³ доводят до pH 9,5 раствором гидроксида натрия (см. 9.1.1), добавляют 6 г хлорида натрия, перемешивают и пропускают через предварительно подготовленные концентрирующие патроны для твердофазной экстракции со скоростью не более одна-две капли в секунду. После этого патрон дважды промывают 12 %-ным раствором этилового спирта по 2 см³ и высушивают под вакуумом в течение 20 мин.

Триазолы элюируют ацетонитрилом (5 см³), эту фракцию выпаривают до сухого остатка на ротационном испарителе при температуре не более 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см³ 12 %-ного водно-спиртового раствора. Отбирают мерной пипеткой в объеме 0,8 см³ в пробирку Эппендорфа и центрифугируют 4 мин при 6000 об/мин. Измерение проводят по 9.2.

11 Обработка и оформление результатов измерений

11.1 Используя электрофореграмму, полученную при помощи программного обеспечения к прибору, рассчитывают массовую концентрацию триазолов по установленным градуировочным зависимостям (см. 9.3.3). Массовую концентрацию триазолов в исследуемой пробе X , мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = C/k, \quad (1)$$

где C — концентрация триазола, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

k — коэффициент концентрирования пробы.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

11.2 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой концентрации триазола, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r_{\text{отн}} \cdot X_{\text{ср}}, \quad (2)$$

где X_1 , X_2 — результаты двух параллельных измерений массовой концентрации триазола в пробе, мг/дм³;

$r_{\text{отн}}$ — значение предела повторяемости (таблица 1), %;

$X_{\text{ср}}$ — среднее значение двух параллельных измерений массовой концентрации триазола в пробе, мг/дм³.

Если условие (2) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

11.3 Результат анализа представляют в виде

$$(X_{\text{ср}} \pm \Delta), \text{ при } P = 0,95,$$

где $X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации триазола в пробе, признанных приемлемыми, мг/дм³;

Δ — границы абсолютной погрешности определения, мг/дм³, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

11.4 Границы абсолютной погрешности Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = 0,01\delta \cdot X_{\text{ср}}, \quad (3)$$

где δ — границы относительной погрешности измерения (таблица 1), %;

$X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение двух определений массовой концентрации триазола в исследуемой пробе, мг/дм³.

Числовое значение результата определения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности.

12 Контроль точности результатов

12.1 Контроль повторяемости (сходимости)

При контроле повторяемости (сходимости) абсолютное значение разности двух результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (на одной и той же пробе, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени), не должно превышать абсолютного предела повторяемости (сходимости) r , т.е. с вероятностью $P = 0,95$ должно выполняться условие (2).

12.2 Контроль воспроизводимости

При контроле воспроизводимости абсолютное значение разности двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования), не должно превышать предела воспроизводимости R . Результаты измерений считают приемлемыми при условии

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot R_{\text{отн}} \cdot X_{\text{ср}}, \quad (4)$$

где $X_{\text{ср}}$ — среднеарифметическое значение двух определений X_1 и X_2 , выполненных в условиях воспроизводимости, мг/дм³;

$R_{\text{отн}}$ — значение предела воспроизводимости (таблица 1), %.

12.3 Контроль погрешности

При проведении контроля погрешности метода вычисляют степень повторного нахождения стандарта, %, по формуле

$$ПН = (2 \cdot C_{\text{пр+ст}} - C_{\text{пр}}) \cdot 100 / C_{\text{ст}}, \quad (5)$$

где $C_{\text{пр}}$ — массовая концентрация триазолов в пробе, мг/дм³;

$C_{\text{ст}}$ — массовая концентрация триазолов в стандартном растворе, равная 1 мг/дм³;

$C_{\text{пр+ст}}$ — массовая концентрация триазолов в пробе и в стандартном растворе, смешанных в объемных соотношениях 1:1, мг/дм³.

Измерения проводят по разделу 10.

Степень повторного нахождения должна находиться в интервале

$$95 \% \leq ПН \leq 100 \ \%.$$

Приложение А
(справочное)

Электрофореграммы стандартного раствора триазолов и образца винопродукции

А.1 Электрофореграмма стандартного раствора триазолов приведена на рисунке А.1.

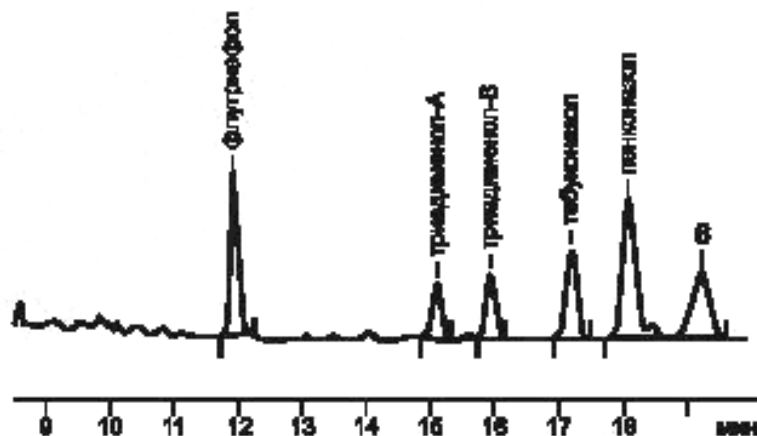


Рисунок А.1 — Электрофореграмма стандартного раствора триазолов, мг/дм³

А.2 Электрофореграмма образца винопродукции приведена на рисунке А.2.

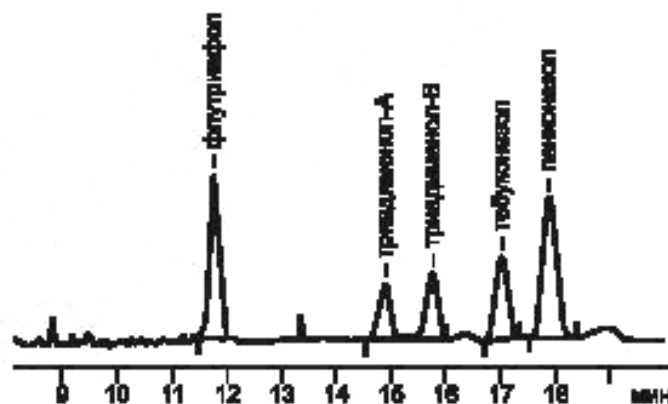


Рисунок А.2 — Электрофореграмма образца винопродукции, мг/дм³

П р и м е ч а н и е — На электрофореграммах возможно появление пиков неидентифицированных веществ, не мешающих проведению количественного анализа.

УДК 663.2.001.4:006.354

ОКС 67.160.10

Н79

ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукция винодельческая, пестициды, триазолы, буферный раствор, капиллярный электрофорез, электрофореграмма

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 20.12.2011. Подписано в печать 16.01.2012. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,93. Тираж 186 экз. Зак. 64.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru

info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105082 Москва, Лялин пер., 6.