Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3514—17

Издание официальное

Москва • 2018

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3514—17

ББК 51.23
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2018.—15 с.

ISBN 978–5–7508–1645–3

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (В. И. Долженко, А. С. Комарова) и ООО «Инновационный центр защиты растений» (И. А. Цибульская, Т. Д. Черменская), Санкт-Петербург, Пушкин.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 ноября 2017 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 29 декабря 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1645–3

© Роспотребнадзор, 2018

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
29 декабря 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3514—17

Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 88-16207-035-RA.RU.310657-2017.

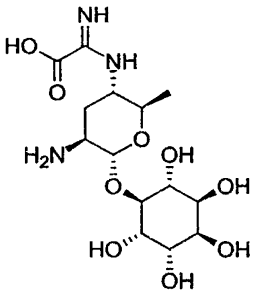
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием для определения массовой концентрации касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Касугамицин гидрохлорид

[5-амино-2-метил-6-(2,3,4,5,6-пентагидроксициклогексилокси)тетрагидропиран-3-ил]амино-α-иминоуксусная кислота гидрохлорид (IUPAC).

Структурная формула:



× HCl

Эмпирическая формула: $C_{14}H_{25}N_3O_9 \times HCl$.

Молекулярная масса: 415,8.

Химически чистое вещество представляет собой бесцветное кристаллическое вещество. Температура плавления: 202—204 °С. Давление пара при 25 °С: $< 1{,}3 \times 10^{-2}$ МПа.

Растворимость (в г/дм^3 при 25 °С): вода – 125, метанол – 0,003, в ацетоне и ксилоле < 0,001.

Стабилен при комнатной температуре. Стабилен в слабых кислотах и нестабилен в сильных кислотах и щелочах. DT_{50} (50 °С): 47 дней (pH 5), 14 дней (pH 9).

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс более 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для кроликов более 2 000 мг/кг. Не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика, не обладает мутагенными и тератогенными свойствами, не влияет на репродукцию крыс.

Область применения препарата. Системный фунгицид и бактерицид, получаемый ферментацией *Streptomyces kasugaensis*. Используется для контроля грибных и бактериальных заболеваний на рисе, овощных и плодовых культурах. Не фитотоксичен для риса, томатов, сахарной свеклы, картофеля и др.

В России для касугамицина гигиенические нормативы не установлены.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности ($P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, % ($P = 0,95$)
Капуста	0,05—0,5	25	10	12,5	28	36
Томаты	0,05—0,5	25	10	12,5	28	36
Томатный сок	0,05—0,5	25	10	12,5	28	36
Яблоки	0,05—0,5	25	10	12,5	28	36
Яблочный сок	0,05—0,5	25	10	12,5	28	36
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$						

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел определения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм^3)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Капуста	0,05	0,05—0,5	91,3	8,21	3,59
Томаты	0,05	0,05—0,5	94,7	6,54	2,87
Томатный сок	0,05	0,05—0,5	94,6	7,24	3,17
Яблоки	0,05	0,05—0,5	94,9	5,64	2,47
Яблочный сок	0,05	0,05—0,5	90,2	6,07	2,66

2. Метод измерений

Метод основан на определении касугамицина с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием масс-спектрометрического детектора после извлечения из образцов подкисленным метанолом.

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

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Хромато-масс-спектрометр, состоящий из: – высокоэффективного жидкостного хроматографа; – масс-спектрометра с тройным квадруполем	
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 150 г, предел допустимой погрешности 5 мг	ГОСТ 53228—08
Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 81/210 г, предел допустимой погрешности 0,1/0,3 мг	ГОСТ 53228—08
Дозаторы пипеточные переменного объема от 10 до 100 мм^3 и от 100 до 1 000 мм^3	ГОСТ 23932—90
Колбы мерные на 100, 500 и 1 000 см^3	ГОСТ 23932—90
Цилиндры мерные на 50 и 100 см^3	ГОСТ 23932—90

Примечание. Допускается использование других средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для масс-спектрометрии	
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Кислота муравьиная для масс-спектрометрии	
Кислота муравьиная, хч	ГОСТ 5848—73
Касугамицин гидрохлорид, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,2 %	
Метанол, хч	ГОСТ 6995—77

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

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка с обращенной фазой, ионными группами и длинной гидрофобной цепью (150 × 2,1 мм), зернением 5 мкм	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см^3	
Пробирки градуированные объемом 10 см^3	ГОСТ 19808—86
Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)	ТУ 4389-007-44330709—11
Фильтры мембранные для фильтрации проб с помощью шприца, диаметр 25 мм, размер пор 0,2 мкм	
Центрифуга со скоростью вращения 4 000 об./мин	
Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 5 см^3	

Примечание. Допускается использование вспомогательных устройств и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

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

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

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых

используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утв. приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

– выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

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

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *Приготовление компонентов подвижной фазы для ВЭЖХ*

Компонент А – раствор 0,5%-й (по объему) муравьиной кислоты в воде. В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 300—400 $см^3$ бидистиллированной воды, вносят 5,0 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

Компонент В – раствор 0,5%-й (по объему) муравьиной кислоты в метаноле. В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 300—400 $см^3$ метанола, вносят 5,0 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят метанолом до метки, перемешивают.

7.2.2. Раствор для экстракции и приготовления растворов – *1%-й раствор муравьиной кислоты в метаноле*: 10 $см^3$ муравьиной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$ и доводят объем до метки метанолом.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. *Основной раствор касугамицина с концентрацией 0,5 мг/см^3*: точную навеску касугамицина гидрохлорида (55 ± 0,5) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в метаноле и доводят объем до метки метанолом.

7.3.2. *Приготовление градуировочных растворов*

Градуировочные растворы с концентрациями касугамицина 0,002; 0,005; 0,01; 0,02 и 0,05 мкг/см^3 готовят методом последовательного разбавления по объему, используя 1%-й раствор муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.1. *Раствор № 1 с концентрацией 1,0 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,2 см^3 основного раствора и доводят до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.2. *Раствор № 2 с концентрацией 0,05 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 и доводят до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.3. *Раствор № 3 с концентрацией 0,02 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.4. *Раствор № 4 с концентрацией 0,01 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.5. *Раствор № 5 с концентрацией 0,005 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора № 2 и доводят объем до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

7.3.2.6. *Раствор № 6 с концентрацией 0,002 мкг/см^3*: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора № 3 и доводят объем до метки 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

Основной раствор касугамицина можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

При изучении полноты определения касугамицина используют метанольные растворы веществ, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему метанолом.

7.4. Построение градуировочного графика

Для каждого из градуировочных растворов регистрируют хроматограммы в условиях, указанных в п. 9.2, и определяют абсолютное время удерживания и площадь пика касугамицина (в усл. ед.), соответствующего MRM (380→200). Одновременно в режиме автоматической обра-

ботки данных определяют соотношение площадей пиков для касугамицина, соответствующих MRM (380→112) и MRM (380→70) (S_{112}/S_{70}).

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика–концентрация касугамицина в растворе) в хроматограф вводят по 3 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации касугамицина в градуировочном растворе.

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

$$C = K S, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

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

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

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации касугамицина в градуировочном растворе;

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

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб проводится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79). Пробы капусты отбирают в соответствии с ГОСТ 1724—85 «Капуста белокочанная свежая, заготовляемая и поставляемая. Технические условия (с Изменениями № 1—4)»; томатов – в соответствии с ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Технические условия»; яблок – в соответствии с ГОСТ 27572—87 «Яблоки

свежие для промышленной переработки». Пробы капусты, томатов и томатного сока, яблок и яблочного сока хранят до анализа в герметичной таре в морозильной камере при температуре не выше –18 °С, сок хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в стеклянной таре с притертой пробкой в течение недели.

9. Проведение определения

9.1. Определение касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок

Навеску измельченной матрицы или сока 10 г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3 и добавляют 40 см^3 1%-го раствора муравьиной кислоты в метаноле. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. Измеряют объем полученного экстракта с помощью мерного цилиндра ($V_{экстр.}$). От верхнего слоя отбирают 1 см^3 и переносят в градуированные пробирки вместимостью 10 см^3. Добавляют 1%-й раствор муравьиной кислоты в метаноле до объема ($100/V_{экстр.}$), соответствующего содержанию матрицы 0,1 г в 1 см^3, и фильтруют через фильтр в виалы для хроматографирования. Виалы помещают в автосамплер хроматографа для анализа методом ВЭЖХ-МС по п. 9.2.

9.2. Условия хроматографирования

9.2.1. Хроматографические условия измерений

Хромато-масс-спектрометр, состоящий из высокоэффективного жидкостного хроматографа и масс-спектрометра с тройным квадруполем.

Аналитическая колонка с обращенной фазой, ионными группами и длинной гидрофобной цепью (150 × 2,1 мм), 5 мкм. Температура колонки (45 ± 1) °С. Скорость потока элюента 0,2 см^3/мин. Объем вводимой пробы 3 мм^3. Время удерживания касугамицина – (6,9 ± 0,2) мин.

Режим элюирования – градиентный:

Время, мин	А, %	В, %
0	15	85
4	15	85
5	80	20
8	80	20
9	15	85
12	15	85

9.2.2. Масс-спектрометрические условия измерений

Тип ионного источника	HESI (электроспрей)
Режим сканирования	Мониторинг заданных реакций (MRM) 380→200 (количественный) 380→112 (подтверждающий) 380→70 (подтверждающий)
Параметры работы ионного источника	
Напряжение на источнике, V	3 500, положительная полярность
Температура конуса, °С	250
Скорость потока газа из конуса, $дм^3$/мин	20
Скорость потока распыляющего газа, $дм^3$/мин	30
Температура осушающего газа, °С	300
Скорость потока осушающего газа, $дм^3$/мин	30

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание касугамицина в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

S_x – площадь пика касугамицина на хроматограмме испытуемого образца, (AU);

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

f – полнота извлечения касугамицина, приведенная в табл. 2, %;

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, $см^3$ (1 $см^3$);

P – навеска анализируемого образца, г (аликвота, равная 0,1 г).

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор касугамицина с концентрацией 0,05 мкг/$см^3$, разбавляют 1%-м раствором муравьиной кислоты в метаноле.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости ($r = 2{,}8 \times \sigma_r$).

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

($\bar{X} \pm \Delta$) мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

В случае если содержание компонента меньше нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание вещества в пробе менее нижней границы определения*» (например: менее 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел определения касугамицина в капусте).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,X}$ ($\pm\Delta_{л,X'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг, при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности. мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры к их устранению.

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

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

$$\frac{2|X_1 - X_2|100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \text{ где} \qquad (3)$$

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

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

Определение остаточных количеств касугамицина в капусте, томатах и томатном соке, плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3514—17

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 02.11.18

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 150 экз. Заказ 54

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

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru