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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник
МУК 4.1.2777—4.1.2786—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—179 с.

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2782—10

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, И. К. Журкович, Н. В. Луговкина, Н. Г. Ковров).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 14.10.2010 № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 24 ноября 2010 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 ноября 2010 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

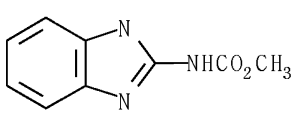
Методические указания МУК 4.1.2782—10

Общие положения

Свидетельство об аттестации методики № 01.5.04.673 от 25.06.2010.

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Действующее вещество: Карбендазим.



Метилбензимидазол-2-илкарбамат (IUPAC).

Молекулярная масса: 191,2.

Брутто формула: $C_9H_9N_3O_2$.

Химически чистое вещество представляет собой кристаллический порошок без цвета и запаха.

Температура плавления 302—307 °С (с разложением).

Давление пара 0,09 мПа (20 °С); 0,15 мПа (25 °С); 1,3 мПа (50 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода $K_{ow}lgP$ = 1,38 (pH 5); 1,51 (pH 7); 1,49 (pH 9).

Растворимость в воде (мг/дм^3, 24 °С): 29 (pH 4); 8 (pH 7); 7 (pH 8).

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 24 °С): диметилформамид – 5; ацетон – 0,3, этанол – 0,3; хлороформ – 0,1; этилацетат – 0,135; дихлорметан – 0,068; бензол – 0,036; циклогексан и диэтиловый эфир – < 0,01; н-гексан – 0,0005.

Субстанция карбендазима стабильна по крайней мере в течение 2 лет при температуре хранения ниже 50 °С, а также после 7 дней интенсивного облучения светом (20 000 люкс). В щелочных растворах медленно разлагается. При 22 °С DT_{50} превышает 350 дней (pH 5 и 7) и равен 124 дням (pH 9). Будучи слабым основанием (pK_a 4.2), в кислых растворах образует стабильные водорастворимые соли.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность – LD_{50} для крыс – 6 400 мг/кг; для собак – более 2 500 мг/кг; дермальная – LD_{50} для кроликов более 10 000 мг/кг; для крыс – более 2 000 мг/кг; не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз; ингаляционная – при использовании водной суспензии 10 г/л эффект не обнаружен для крыс, кроликов, морских свинок и кошек. Период наблюдения 4 часа.

Область применения: фунгицид системного действия с длительным защитным и целебным эффектом. Эффективно подавляет развитие заболеваний растений, вызываемых грибами из родов *Septoria, Fusarium, Erysiphe* и *Pseudocercosprella* на зерновых культурах; *Sclerotinia, Alternaria* и *Cylindrosporium* на семенах рапса.

В России для карбендазима установлены следующие гигиенические нормативы:

- ПДК в воде – 0,1 мг/дм^3;
- ОДК в почве – 0,1 мг/кг;
- МДУ (мг/кг) – корнеплоды сахарной свеклы 0,1; зерно хлебных злаков 0,2.

1. Метрологическая характеристика метода

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

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Норматив точности (границы относительной погрешности), ±δ, %	Относительное стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
зерно гороха	0,05—0,1 0,1—0,5	≤ 50 ≤ 25	6,9 3,6	19 10	36 30
масло рапса	0,05—0,1 0,1—0,5	≤ 50 ≤ 25	3,9 3,4	11 9	28 20

Таблица 2

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

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, ± %
Зерно гороха	0,05	0,05—0,5	85,9	10,3	20
Масло рапса	0,05	0,05—0,5	95,7	9,2	18

2. Метод измерения

Методика основана на определении карбендазима методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем и очистки экстракта путем перераспределения кислотно-основных форм карбендазима между двумя несмешивающимися фазами.

Идентификация карбендазима 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

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором,

снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—80
pH-метр фирмы Hanna Instrument, мод. P212	
Колбы мерные на 10, 50, 100, 1 000 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$.	
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Гидроксид натрия, 1 М водный раствор	
Карбендазим с содержанием основного вещества 99,4 %	
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Соляная кислота, 0,1 М водный раствор	
Трифторуксусная кислота, ч, 0,05 % водный раствор	ТУ 6-09-3877—80
Этилацетат	ГОСТ 223000—76
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,05 % трифторуксусной кислоты в соотношении 10 : 90	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Бидистиллятор	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы BŰCHI, мод. R 205	
Ультразвуковая баня УЗВ-1,3	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

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. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

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 колонку (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0,05 % раствор трифторуксусной кислоты: 0,5 $см^3$ свежеперегнанной трифторуксусной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы: в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 100 $см^3$ ацетонитрила и доводят объем до метки 0,05 % раствором трифторуксусной кислоты.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 1,0 мг/см^3: точную навеску карбендазима (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,4, 0,8, 1,2, 2,0 и 4,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 4,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,4 $см^3$ основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 2,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,2 $см^3$ основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 1,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 3 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,8 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 2,0 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,4 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 1 $см^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения карбендазима в зерне гороха и масле рапса используют ацетонитрильные растворы вещества.

7.4.1. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация карбендазима в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации карбендазима в градуировочном растворе.

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

$$C = KS, \text{ где}$$

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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации карбендазима в градуировочном растворе;

C_K – результат контрольного измерения массовой концентрации карбендазима в градуировочном растворе;

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 28674—90 «Горох. Требования по заготовке и поставке».

Среднюю пробу зерна гороха измельчают, перемешивают и выделяют аналитические пробы. Для длительного хранения аналитические пробы зерна гороха помещают в морозильную камеру с температурой – 18 °С и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре.

Отбор проб семян рапса для получения масла проводят в соответствии с ГОСТ 0852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 6 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Определение карбендазима в зерне гороха

10 г измельченных семян гороха помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 5 см^3 воды и 50 см^3 этилацетата. Экстрагируют в ультразвуковой бане в течение 10 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента» и экстракцию повторяют с 50 см^3 этилацетата. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку и отделившийся водный слой отбрасывают. Из органического экстракта карбендазим экстрагируют 30 см^3 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Водный слой отделяют. Экстракцию повторяют еще 2 раза. Объединенный водный экстракт промывают последовательно дважды по 30 см^3 гексана и дважды по 20 см^3 этилацетата*. Органические слои отбрасывают, а водный подщелачивают 1 М раствором гидроксида натрия до pH 10 и экстрагируют карбендазим 30 см^3 этилацетата. Экстракцию повторяют еще дважды, доводя pH водной фазы до 10 перед каждой экстракцией. Этилацетатный экстракт помещают в делительную воронку, выделившийся водный (нижний) слой отбрасывают, а органический промывают 25 см^3 воды, доведенной до pH 10 1 М раствором гидроксида натрия. Промывку отбрасывают. Органический экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1,25 см^3 подвижной фазы. 10 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф.

---

* Повторную экстракцию нужно проводить только после полного разделения фаз. Для ускорения процесса разделения можно в делительную воронку добавить 1—2 см^3 этилового спирта.

9.2. Определение карбендазима в масле рапса

10 г масла растворяют в 90 $см^3$ гексана, помещают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и экстрагируют 30 $см^3$ 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Экстракцию повторяют еще два раза. Гексан отбрасывают. Объединенный водный экстракт промывают последовательно дважды по 30 $см^3$ гексана и дважды по 20 $см^3$ этилацетата. Органические слои отбрасывают, а водный подщелачивают 1 М раствором гидроксида натрия до pH 10 и экстрагируют карбендазим 30 $см^3$ этилацетата. Экстракцию повторяют еще дважды, доводя pH водной фазы до 10 перед каждой экстракцией. Объединенный этилацетатный экстракт промывают 25 $см^3$, доведенной до pH 10 1 М раствором гидроксида натрия. Промывку отбрасывают, а органический экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1,25 $см^3$ подвижной фазы. 10 $мм^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,05 % трифторуксусной кислоты в соотношении 10 : 90. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 280 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

Время удерживания карбендазима (5,1 ± 0,1) мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,4—4,0 мкг/$см^3$.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание карбендазима в зерне гороха или масле рапса (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 карбендазима на хроматограмме испытуемого образца, $мм^2$ (AU);

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

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

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения карбендазима, приведенная в табл. 2, %.

Содержание остаточных количеств карбендазима в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор карбендазима с концентрацией 4,0 $мкг/см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

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

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

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

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

X – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг.

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

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

В случае, если содержание компонента менее 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 обнаружения карбендазима в зерне гороха и масле рапса).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «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:

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

$\pm\Delta_{лX'}$ ($\pm\Delta_{лX'}$) – 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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

X', 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:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K \quad (2)$$

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):

$$\frac{2|X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R \text{, где} \quad (3)$$

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

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

Приложение
Таблица

Полнота определения дифеноконазола в модельных матрицах (*n* = 5)

Матрица	Внесено дифеноконазола мг/кг	Открыто дифеноконазола, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Зеленая масса	0,05	83,4	± 3,7
	0,10	84,6	± 2,5
	0,25	85,6	± 2,3
	0,50	87,6	± 2,1
Семена	0,02	84,0	± 3,7
	0,04	84,4	± 3,0
	0,10	85,4	± 2,5
	0,20	88,2	± 2,2
Масло	0,05	82,8	± 2,7
	0,10	83,6	± 2,5
	0,25	85,4	± 2,2
	0,50	87,0	± 2,3

Содержание

Определение остаточных количеств Фамоксадона в луке-перо и луке-репке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2777—10 3

Определение остаточных количеств Цимоксанила в луке-перо и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2778—10 23

Определение остаточных количеств Пикоксистробина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2779—10 41

Определение остаточных количеств флуазинама в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2780—10 67

Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2781—10 79

Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2782—10 93

Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ: МУК 4.1.2783—10 107

Определение остаточных количеств дифеноконазола в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2784—10 121

Определение остаточных количеств паклобутразола в воде, почве, зеленой массе, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2785—10 139

Определение остаточных количеств дифеноконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2786—10 159

gost.e-ecolog.ru