**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств пропамокарба гидрохлорида в клубнях картофеля методом газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.2390—08**

Издание официальное

**Москва • 2009**

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 пропамокарба гидрохлорида в клубнях картофеля методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2390-08

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
2 июля 2008 г.
Дата введения: 5 сентября 2008 г.

4.1. *Методы контроля. Химические факторы*

# Определение остаточных количеств пропамокарба гидрохлорида в клубнях картофеля методом газожидкостной хроматографии

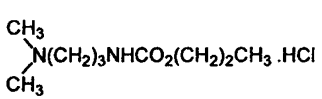
## Методические указания МУК 4.1.2390-08

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в клубнях картофеля массовой концентрации Пропамокарба гидрохлорида в диапазоне 0,05 - 0,4 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: Пропамокарб гидрохлорид.

Название действующего вещества по ИЮПАК: Пропил-[3-(диметиламино) пропил]карбамат гидрохлорид

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_9H_{21}ClN_2O_2$.

Молекулярная масса: 224,7.

Химически чистый Пропамокарб гидрохлорид представляет собой бесцветное кристаллическое, чрезвычайно гигроскопическое вещество без запаха.

Давление паров при 20°С: $3,85\times10^{-2}$ мПа.

Температура плавления 45-55°С.

Коэффициент распределения н-октанол - вода: $K_{ow}$ log $P_{ow}$ = -2,6. Растворимость (г/ $дм^3$) при 20°: вода – 1005; метанол – 656; дихлорметан – 626; ацетон – 560,0; этилацетат – 4,34; толуол – 0,14; гексан – менее 0,01.

Пропамокарб гидрохлорид стабилен при нормальных условиях хранения, не гидролизуется в водном растворе при различных значениях pH и температуры.

**Краткая токсикологическая характеристика:**

Пропамокарб гидрохлорид относится к малоопасным веществам по острой оральной ($ЛД_{50}$ для крыс – 2000-2900 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс и мышей более 3000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ –5540 мг/$м^3$ при 4 часовой экспозиции).

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ОДК в почве - 0,1 мг/кг;

ПДК в воде - 0,08 мг/$дм^3$;

ВМДУ в огурцах – 0,05 мг/кг.

МДУ в клубнях картофеля – 0,1 мг/кг.

**Область применения:**

Пропамокарб гидрохлорид – системный фунгицид с продолжительным защитным действием, рекомендуемый для борьбы с возбудителями пероноспороза, фитофтороза, черной ножки, корневых гнилей овощных, декоративных культур и табака путем внесения в почву, опрыскивания вегетирующих растений и обработки семян, корней рассады, клубей и клубнелуковиц перед посадкой.

В России применяется как средство борьбы с возбудителями пероноспороза и корневых гнилей на огурцах, черной ножки рассады капусты, фитофтороза глоксинии и томатов защищенного грунта, корневых гнилей табака при норме расхода 1,0 – 3,5 кг д.в./га за обработку. Пропамокарб гидрохлорид всходит в состав смесевых препаратов, применяемых на картофеле.

**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 Таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

**Метрологические параметры**

| Анализируемый объект | Диапазон определяемых концентраций мг/кг | Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, % P=0,95 | Стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$, % | Предел повторяемости, r, % | Предел воспроизводимости, R, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Картофель, клубни | 0,10-1,0 | 25 | 5,39 | 15 | 18 |
| | 0,05-0,1 | 50 | 2,93 | 8 | 10 |

Полнота извлечения Пропамокарба гидрохлорида, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в Таблице 2.

Таблица 2

**Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата**

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20 | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | Предел обнаружения, мг/кг | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Среднее значение определения, % | Стандартное отклонение, S, % | Доверительный интервал среднего результата, ±, % |
| Картофель, клубни | 0,05 | 0,05 – 0,4 | 84,7 | 4,80 | 1,86 |

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении Пропамокарба гидрохлорида методом газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора после экстракции веществ органическим растворителем, очистки методом перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями и дополнительной очистки на патронах Диапак С16.

Идентификация проводится по времени удерживания. Количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность метода достигается за счет подбора колонки и условий программирования.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### 3.1. Средства измерений

Весы аналитические Σ 11140, фирма «OHAUS».

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г V600, «ACCULAB».

Колбы мерные вместимостью 10, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74;

Микрошприц Гамильтон, вместимостью 10 $мм^3$;

Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$, ГОСТ 20292-74.

Стаканы мерные вместимостью 200 и 1000 $см^3$, ГОСТ 6236.

Хроматограф газовый «Кристалл 5000.1» с термоионным детектором (ТИД) с пределом детектирования по азоту в азобензоле $5 \times 10^{-13}$ $г/см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки.

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 и 250 $см^3$, ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Пропамокарба гидрохлорида с содержанием 76,6% д.в. (фирма Байер Кроп Сайенс);

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-06-1092-83;

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72;

Гелий, очищенный марки "А", ТУ-51-940-80.

Кислота хлороводородная, конц., х.ч., ГОСТ 3118-77.

Натрия гидроокись, х.ч., ГОСТ 4328-77.

Натрий сернокислый, безводный, х.ч. ГОСТ 4166-76.

Эфир диэтиловый (для наркоза, Фармакопея СССР).

Стандартный раствор Пропамокарба гидрохлорида в ацетоне - 1 $мг/см^3$ (хранить в холодильнике, срок годности 120 суток).

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

### 3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания проб TYP LT1 фирмы «SKLO UNION».

Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат. № 3120-0250, NALGENE.

Воронки химические для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75;

Воронки делительные на 250 $см^3$, ГОСТ 10054-75;

Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480;

Концентраторы грушевидные на 100 и 250 $см^3$, НШ 29 КГУ – 100 (250) ГОСТ 10394-72.

Колонка хроматографическая, капиллярная кварцевая HP-5 (5% дифенил и 95% диметилполисилоксан) длина 10 м, внутренний диаметр 0,53 мм, толщина пленки 2,65 мкм, фирма J&W Scientific.

Насос вакуумный диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laboport.

Патроны Диапак С16, ТУ 4215-002-05451931-94.

Фильтры бумажные "красная лента", ТУ 6-09-2678-77.

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования 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, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый 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 концентрации (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 газовом хроматографе.

К подготовке проб 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 $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%;

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

## 7. Подготовка к выполнению измерений

*7.1.1. Подготовка концентрирующего патрона Диапак С16*

Патрон устанавливают на аллонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл, который используют как емкость для элюентов.

Патрон кондиционируют, пропуская через него последовательно 10 мл ацетонитрила и 10 мл деионизированной дистиллированной воды. Смывы отбрасывают. **Растворы пропускают через патрон под вакуумом, скорость потока растворов должна быть не более 2 мл/мин (1 капля в 2 секунды). Нельзя допускать осушения поверхности патрона!**

*7.1.2. Проверка хроматографического поведения Пропамокарба гидрохлорида на патронах Диапак С16*

При отработке методики или поступлении новой партии патронов проводят изучение поведения Пропамокарба гидрохлорида на патронах. В концентратор помещают 1 $см^3$ стандартного раствора Пропамокарба гидрохлорида в ацетоне с концентрацией 1 мкг/$см^3$ и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, добавляют 10 $см^3$ деионизированной дистиллированной воды, перемешивают содержимое концентратора, наносят на патрон и пропускают через него со скоростью, указанной в разделе **7.1.1**. Смыв отбрасывают.

Промывают патрон 10 $см^3$ смеси ацетонитрил:вода – 1:1, смыв отбрасывают. Наносят на колонку 25 $см^3$ смеси ацетонитрил с 0,1н раствором соляной кислоты в соотношении 1:1, отбирая последовательно по 5 мл элюента. Каждую фракцию собирают отдельно в концентраторы и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 45-50$^{o}$С досуха.

Сухой остаток в концентраторах растворяют в 1 $см^3$ ацетона и вводят в хроматограф 1$мм^3$. По результатам обнаружения Пропамокарба гидрохлорида в каждой фракции определяют объем смеси ацетонитрил с 0,1н раствором соляной кислоты в соотношении 1:1, необходимый для полного вымывания Пропамокарба гидрохлорида.

### 7.2. Приготовление рабочих растворов

*7.2.1. Приготовление 1н раствора хлороводородной (соляной) кислоты*

Раствор готовят из химически чистой концентрированной кислоты с плотностью 1,19 путем разведения 82 $см^3$ концентрированной кислоты дистиллированной водой в мерной колбе на 1 $дм^3$.

*7.2.2. Приготовление 0,1н раствора хлороводородной кислоты*

Раствор готовят из химически чистой концентрированной кислоты с плотностью 1,19 путем разведения 8,2 $см^3$ концентрированной кислоты дистиллированной водой в мерной колбе на 1 $дм^3$.

*7.2.3. Приготовление 10н раствора гидроокиси натрия*

Навеску гидроокиси натрия 400 г растворяют в дистиллированной воде в стакане емкостью 1000 $см^3$, переливают раствор в мерную колбу емкостью 1 $дм^3$. Стакан ополаскивают 400 $см^3$ дистиллированной воды, воду сливают в ту же колбу. После охлаждения раствора доводят его уровень до метки дистиллированной водой.

*7.2.4. Приготовление деионизированной воды*

Деионизированную воду получают при кипячении бидистиллята в течение 6 часов с марганцовокислым калием, добавленным из расчета 1 $г/дм^3$, и затем перегоняют.

### 7.3. Приготовление стандартных растворов

50 мг Пропамокарба гидрохлорида (аналитического стандарта) вносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 $мг/см^3$). Раствор хранится в холодильнике около 120 суток.

Методом последовательного разбавления исходного раствора № 1 ацетоном готовят рабочие растворы Пропамокарба гидрохлорида с концентрацией 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 $мкг/см^3$ для построения калибровочного графика и внесения в образцы, которые могут храниться в холодильнике не более 30 суток.

### 7.4. Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Пропамокарба гидрохлорида в растворе ($мкг/см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 $мкг/см^3$.

В испаритель хроматографа вводят по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования, указанных в п. **9.2**. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ от концентрации Пропамокарба гидрохлорида в растворе в $мкг/см^3$ (рисунок 1).

## 8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.79 г., а также в соответствии с ГОСТ 7176-85 «Картофель свежий продовольственный, заготовляемый и поставляемый. ТУ», ГОСТ 26832-86 «Картофель свежий для переработки на продукты питания. ТУ».

Пробы клубней картофеля хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0-4 $^0$С в течение до 3-х суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре -18$^0$С до 2-х лет.

Перед анализом клубни картофеля размораживают и измельчают на терке.

## 9. Выполнение определения

### 9.1. Клубни картофеля

*9.1.1. Экстракция Пропамокарба гидрохлорида из анализируемой пробы*

Навеску 20 г измельченных клубней картофеля помещают в полипропиленовые банки объемом 250 см$^3$, заливают 50 см$^3$ смеси ацетонитрил с 1н раствором соляной кислоты в соотношении 8:2, перемешивают содержимое банки и встряхивают в течение 30 мин. Экстракт оставляют на ночь.

На следующий день экстракт отфильтровывают в концентратор емкостью 250 см$^3$ через стеклянную воронку с бумажным фильтром. Экстракцию повторяют еще 2 раза, заливая пробу той же смесью объемом 50 мл, и встряхивая пробу в течение 15 минут. Экстракты фильтруют в тот же концентратор. Содержимое концентратора выпаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре 40-45°С.

К водному остатку в концентраторе добавляют 7 см$^3$ 10н раствора гидроокиси натрия, перемешивают содержимое концентратора и переносят в делительную воронку емкостью 250 см$^3$. В делительную воронку добавляют 3 г хлористого натрия и встряхивают воронку до полного растворения соли.

Приливают в делительную воронку 50 см$^3$ диэтилового эфира, содержимое воронки встряхивают в течение 1-2 минут. После разделения слоев нижний водный слой сливают в стакан емкостью 200 см$^3$, а эфир собирают в концентратор емкостью 250 см$^3$, пропуская его через воронку с безводным сульфатом натрия. Экстракцию повторяют еще 2 раза с

тем же объемом диэтилового эфира. Объединенный экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С досуха.

*9.1.2. Очистка экстракта на патроне Диапак С16*

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, добавляют 10 $см^3$ деионизированной дистиллированной воды, тщательно обмывают концентратор, наносят содержимое концентратора на кондиционированный патрон и пропускают через него со скоростью, указанной в разделе **7.1.1**. Смыв отбрасывают. Промывают патрон 10 $см^3$ смеси ацетонитрил:вода – 1:1, смыв отбрасывают. Наносят на колонку 25 $см^3$ смеси ацетонитрил с 0,1н раствором соляной кислоты в соотношении 1:1, пропускают через патрон и собирают весь объем в концентратор емкостью 100 $см^3$. Элюат выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 45-50°С досуха.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 4 $см^3$ ацетона и вводят в хроматограф 1 $мм^3$ пробы.

### 9.2. Условия хроматографирования

Хроматограф "Кристалл 5000.1" с термоионным детектором с пределом детектирования по фосфору в паратионметиле $3\times10^{-14}$ г/$см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки или другой с аналогичными характеристиками.

Капиллярная кварцевая колонка HP-5, длина 10 м, внутренний диаметр 0,53 мм, толщина пленки 2,7 мкм.

Температура термостата колонки программированная: начальная температура - 100°С, выдержка 1 минута, нагрев колонки по 20°С в минуту до 210°С, выдержка 5 мин.

Продувка детектора после анализа азотом – 40 $см^3$/мин в течение 3 минут. Нагрев колонки до 260°С.

Температура испарителя – 200°С, детектора – 300°С.

Газ 1 – гелий (газ-носитель), давление на входе – 7 кПа, давление на выходе – 101,3 кПа, линейная скорость – 26,812 см/сек, поток – 2,935 $см^3$/мин. Мертвое время – 0,62 мин. Регулятор расхода Г1 – РРГ–10.

Газ 2 – гелий (сброс пробы), режим Splitless, расход во время анализа – 10 $см^3$/мин; деление потока – 1:30, начало сброса – 30 сек, длительность сброса – 2 мин. Регулятор расхода Г2 – РРГ–11.

Газ 4 – азот (поддув в детектор), расход во время анализа – 35 $см^3$/мин.

Газ 5 – водород, расход во время анализа – 11,5 $см^3$/мин.

Газ 6 – воздух, расход – 200 $см^3$/мин.

Абсолютное время удерживания Пропамокарба гидрохлорида - 6 мин 35 сек.- 6 мин 42 сек.

Минимально детектируемое количество Пропамокарба гидрохлорида в анализируемом объеме – 0,25 нг

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,25 – 2,0 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Пропамокарба гидрохлорида 2,0 мкг/см$^3$ соответственно, разбавляют.

## 10. Обработка результатов анализа

Для определения содержания Пропамокарба гидрохлорида в пробах методом ГЖХ используют следующую формулу:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \times P$$

где **X** - содержание Пропамокарба гидрохлорида в пробе, мг/кг;

**Sст** - площадь пика стандарта, мВ;

**Sпр** - площадь пика образца, мВ;

**A** - концентрация стандартного раствора, мкг/см$^3$;

**V** - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см$^3$;

**m** - масса анализируемого образца, г;

**P** - содержание Пропамокарба гидрохлорида в аналитическом стандарте, %.

## 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

где $X_1$, $X_2$- результаты параллельных определений, мг/кг;

r- значение предела повторяемости (таблица 1), при этом $r = 2.8\ \sigma_r$.

**При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела**

*повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.*

## 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\overline{X} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности P= 0.95,

где $\overline{X}$- среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

$\Delta$ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$\Delta = \delta * \overline{X}/100$,

$\delta$ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

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

*«содержание вещества в пробе менее 0,05мг/кг»**

** - 0.05 мг/кг - предел обнаружения.*

## 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 методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

где, $\pm \Delta_{л,\overline{X}}$ $(\pm\Delta_{л,\overline{X}'})$ – 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:

$\Delta_л = \pm 0{,}84\ \Delta$,

где $\Delta$ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$\Delta = \delta * \overline{X}/100$,

$\delta$ - граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д$,

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 и концентрация добавки, соответственно, мг/кг;

Норматив контроля К 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 (К).

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 по 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)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R \qquad (3)$$

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

R – предел воспроизводимости ( в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

## 14. Разработчики

Калинин В.А., профессор, канд. с-х наук, Калинина Т.С., ст. науч. сотр., канд. с-х наук.

Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов».

Адрес: 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1.

Тел. (495) 976-37-68, факс (495) 976-43-26.

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств Пропамокарба гидрохлорида в клубнях картофеля методом газожидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 14 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К.А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» (Калинин В.А., Калинина Т.С.).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно – эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения (протокол от 3 апреля 2008 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 2 июля 2008 г.

4. Введены в действие с 5 сентября 2008 г.

5. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20.

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

**© Роспотребнадзор, 2009**
***© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009***

gost.e-ecolog.ru