**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств фосэтил алюминия в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.2273—07**

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 фосэтил алюминия в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.2273-07**

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
24 сентября 2007 г.
Дата введения: 10 декабря 2007 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

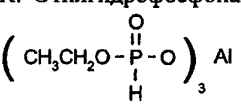
# Определение остаточных количеств фосэтил алюминия в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.2273-07

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации фосэтил алюминия в ягодах и соке винограда в диапазоне 0,4-4,0 мг/кг.

Название по ИСО: Фосэтил алюминий

Название по ИЮПАК: Этилгидрофосфонат алюминия



$C_6H_{18}AlO_9P_3$
Мол. масса: 354,1

Бесцветный порошок. Температура плавления - >200°С. Давление паров при 25°С: <0,013 мПа. Коэффициент распределения н-октанол/вода: $K_{OW}$ log P = 2,7. Растворимость (мг/дм$^3$) при 20°С: метанол - 920, ацетон – 13, этилацетат – 5, ацетонитрил – 5, н-гексан – 5; растворимость в воде – 120 г/дм$^3$.

Фосэтил алюминий гидролизуется в сильно кислых или щелочных условиях ($DT_{50}$= 5 дней при pH 3 и 13,4 дня при pH 13).

В биологически активных почвах в аэробных и анаэробных условиях фосэтил алюминий быстро разлагается со средним значением $DT_{50}$ от 20 минут до 1,5 часа.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ($LD_{50}$) для крыс – >2000 мг/кг; острая дермальная токсичность ($LD_{50}$) для крыс - >2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ($LC_{50}$) для крыс - > 1,73 мг/дм$^3$ воздуха. $LC_{50}$ для рыб >100 мг/дм$^3$ (96 час.). Вещество нетоксично для птиц, пчел и дождевых червей.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 3,0 мг/кг/сутки;

МДУ в винограде – 0,8 мг/кг.

*Область применения*

Фосэтил алюминий – системный фунгицид защитного и искореняющего действия. Высоко эффективен против возбудителей болезней плодовых, овощных и декоративных культур и виноградной лозы, вызываемых грибами из класса Phycomycetes. Вещество ингибирует прорастание спор или подавляет развитие мицелия и споруляцию. Проявляет также активность против некоторых бактериальных патогенов растений. Применяется в России в качестве фунгицида на огурцах открытого грунта, луке и винограде с нормой расхода до 2 кг д.в./га и трехкратной обработкой за сезон.

## 1. Метрологические характеристики 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, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Ягоды винограда | более 0,1 до 1,0 | 25 | 3,4 | 9,5 | 14,6 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Сок винограда | более 0,1 до 1,0 | 25 | 2,6 | 7,3 | 11,3 |

Полнота извлечения вещества, 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 для n=20, P = 0,95**

| 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, ± % |
| Ягоды винограда | 0,4 | 0,4-4,0 | 84,2 | 3,7 | ±3,4 |
| Сок винограда | 0,4 | 0,4-4,0 | 84,1 | 2,7 | ±2,5 |

## 2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД). Контроль фосэтил алюминия в матрицах осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из ягод водным метанолом и последующей дериватизации диазометаном. Виноградный сок анализируют после разбавления водой. Идентификация проводится по времени удерживания пика вещества, количественное определение - методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора капиллярной колонки и условий программирования температуры колонки.

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

### *3.1. Средства измерений*

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с ТИД (СКБ «Хроматэк», Россия) — Номер Госреестра № 14516-95

| | |
|---|---|
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104 |
| Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,036 г | ГОСТ 7328 |
| Колбы мерные вместимостью 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 | ГОСТ 1770 |
| Меры массы | ГОСТ 7328 |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$ | ГОСТ 29227 |
| Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 $см^3$ | ГОСТ 1770 |
| Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$ | ГОСТ 1770 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Фосэтил алюминий, аналитический стандарт фирмы Байер (Германия) с содержанием д.в. 96,2% | |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 7602 |
| Калия гидроксид, ч. | ГОСТ 24363-80 |
| Кислота серная концентрированная, х.ч. | ГОСТ 4204-77 |
| N-метил-N-нитрозо-п-толуолсульфонамид (Мерк, Германия) или N-нитрозо-метилмочевина | ТУ 6-09-11-1643-82 |
| Спирт изопропиловый, ч. | ГОСТ 9805-84 |
| Спирт метиловый, х.ч. | ГОСТ 6995-77 |
| Эфир диэтиловый медицинский | ГОСТ 6265-74 |

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

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| Азот газообразный (баллон), осч | ГОСТ 9293 |
| Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США) | |
| Воронки конусные диаметром 60 мм | ГОСТ 25336 |

| | |
|---|---|
| *Гомогенизатор* | МРТУ 42-1505 |
| Генератор водорода, модель SPE, фирма General Electric (США) или аналогичный | |
| Дефлегматор елочный | ГОСТ 9737 |
| Колбы плоскодонные вместимостью 250 см$^3$ | ГОСТ 9737 |
| Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 50 и 100 см$^3$ | ГОСТ 9737 |
| Колонка кварцевая капиллярная ZB-50 (типа OV-17), длина 30 м, | |
| внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, | |
| фирма Phenomenex (США) или аналогичная | |
| Компрессор (СКБ «Хроматэк», Россия) | |
| Насос водоструйный вакуумный | ГОСТ 10696 |
| Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М | ТУ 25-11-917 |
| или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария) | |
| Стаканы химические вместимостью 250 и 500 см$^3$ | ГОСТ 25336 |
| Установка для перегонки растворителей | |
| Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные | ТУ 6-09-1678-86 |
| или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ | |
| Центрифуга Т-23 (Janetzki, Германия) или аналогичная | |
| Шприц для ввода образцов для газового хроматографа | |
| вместимостью 1 - 10 мм$^3$ (Hamilton, США) | |

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими характеристиками.

## 4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на 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 проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20+5)^0$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

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики.

### *7.1. Очистка органических растворителей*

#### *7.1.1. Очистка диэтилового эфира*

Растворитель предварительно встряхивают со свежеприготовленным раствором железного купороса, а затем последовательно промывают 0,5%-ным раствором перменганата калия, 5%-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием и перегоняют. Перегнанный эфир хранят над гидроксидом калия.

### *7.2. Приготовление рабочих растворов*

*7.2.1. Приготовление 40%-ного водного раствора гидроксида калия*

Раствор готовят под тягой, строго соблюдая технику безопасности

В химический стакан вместимостью 250 см$^3$ помещают 40 г гидроксида калия, приливают 60 см$^3$ дистиллированной воды и осторожно перемешивают до полного растворения осадка.

*7.2.2. Приготовление 1%-ного раствора серной кислоты*

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 50-60 см$^3$ дистиллированной воды, вносят 1,05 см$^3$ концентрированной серной кислоты, перемешивают, доводят водой до метки и вновь перемешивают.

*7.2.3. Приготовление эфирного раствора диазометана*

Раствор готовят под тягой, строго соблюдая технику безопасности

В двугорлой круглодонной колбе вместимостью 100 см$^3$, снабженной капельной воронкой, растворяют 5 г N-метил-N-нитрозо-п-толуолсульфонамида в 30 см$^3$ смеси диэтилового эфира и метанола (1:1, по объему). Колбу присоединяют к холодильнику, нижний конец которого снабжен алонжем с отводом, погруженным в слой эфира (100 см$^3$) в приемной колбе, охлаждаемой смесью льда и соли. В воронку помещают 15 см$^3$ 40%-ного раствора гидроксида калия. Реакцию начинают добавлением в реакционный сосуд раствора гидроксида калия по каплям, избегая бурного вскипания реакционной массы. Об окончании реакции судят по прекращению выделения диазометана в диэтиловый эфир. Раствор диазометана хранят в колбе с притертой пробкой в холодильнике не более пяти дней.

### *7.3. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки*

Капиллярную кварцевую колонку ZB-50 (типа OV-17) устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 270$^0$С и скорости газа-носителя 2 см$^3$/мин в течение 8-10 часов.

### *7.4. Приготовление градуировочных растворов*

*7.4.1. Исходный раствор фосэтил алюминия для градуировки (концентрация 1 мг/см$^3$).* В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ помещают 0,052 г аналитического стандарта фосэтил алюминия, растворяют в 40 см$^3$ дистиллированной воды, доводят объем раствора этим же растворителем до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике не более 3-х месяцев.

*7.4.2. Раствор фосэтил алюминия №1 для градуировки (концентрация 100 мкг/см$^3$).*

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ помещают 10,0 см$^3$ исходного раствора фосэтил алюминия с концентрацией 1 мг/см$^3$ (п. 7.4.1),

разбавляют смесью изопропанол-1% $H_2SO_4$ (9:1, по объему) до метки. Этот раствор используют для приготовления градуировочных растворов метильного производного фосэтил алюминия.

Для приготовления проб ягод и сока с внесением при оценке полноты извлечения фосэтил алюминия из исследуемых образцов используют водный раствор с концентрацией 10 мкг/см$^3$.

Градуировочный раствор № 1 и водный раствор фосэтил алюминия хранятся в холодильнике в течение месяца.

*7.4.3. Приготовление градуировочных растворов метильного производного фосэтил алюминия*

Стандартные растворы метильного производного фосэтил алюминия используют для построения градуировочного графика. В грушевидную колбу вместимостью 50 см$^3$ отбирают 1 см$^3$ градуировочного раствора № 1, приливают 7 см$^3$ эфирного раствора диазометана (п. 7.2.3) и колбу закрывают пробкой. Колбу периодически встряхивают. Через 15 минут к раствору в колбе приливают 1 см$^3$ изопропанола и содержимое упаривают на роторном вакуумном испарителе при температуре 30$^0$С до объема 2-3 см$^3$. Раствор метильного производного фосэтил алюминия переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$. Грушевидную колбу обмывают трижды порциями по 10 см$^3$ изопропанола, которые также переносят в мерную колбу. Объем раствора в колбе доводят изопропанолом до метки и получают градуировочный раствор № 2 с концентрацией 2,0 мкг/см$^3$ (по кислоте). Из него последовательным разбавлением в изопропаноле готовят рабочие растворы для градуировки с концентрациями (по кислоте): 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 мкг/см$^3$.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

### *7.5. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*с) от концентрации фосэтил алюминия в растворе (мкг/см$^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 рабочим растворам метильного производного вещества для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 1 мм$^3$ каждого рабочего градуировочного раствора (п. 7.4.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

## 8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится 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 г.) и правилами, определенными ГОСТом 25896-83 «Виноград свежий столовый».

Пробы ягод анализируют в день отбора или замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильной камере при температуре не выше -18$^0$С.

## 9. Выполнение определения

### *9.1. Экстракция*

*9.1.1. Ягоды.* Образец растительного материала массой 20 г помещают в стакан гомогенизатора вместимостью 500 см$^3$, добавляют 80 см$^3$ смеси метанол-вода (1:1, по объему) и гомогенизируют 3 мин. при 10000 об/мин. Суспензию центрифугируют при 6000 g в течение 5 минут. Надосадочную жидкость декантируют через бумажный фильтр в конусной воронке в мерный цилиндр. Остаток повторно гомогенизируют с 30 см$^3$ смеси метанол-вода (1:1) в течение 1 мин. Суспензию центрифугируют при 6000 g в течение 3 минут и надосадочную жидкость фильтруют в этот же мерный цилиндр. Измеряют объем раствора, отбирают 1/40 объема этой фракции (эквивалентна 0,5 г образца) и переносят в грушевидную колбу вместимостью 50 см$^3$. Далее проводят метилирование экстракта по п. 9.2.

*9.1.2. Сок.* К образцу сока массой 20 г приливают 20 см$^3$ дистиллированной воды, перемешивают. Отбирают 1/40 объема раствора (эквивалентна 0,5 г образца) и переносят в грушевидную колбу вместимостью 50 см$^3$. Далее проводят метилирование по п. 9.2.

### *9.2. Метилирование*

Аликвоты экстрактов ягод и сока, полученных по пп. 9.1.1 и 9.1.2 и помещенных в грушевидные колбы, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 35$^0$С до объема 0,1-0,2 см$^3$. К остатку приливают 1 см$^3$ смеси изопропанол-1% $H_2SO_4$ (9:1, по объему) и смесь помещают в ультразвуковую ванну на 2 минуты. Затем к образцу приливают 7 см$^3$ эфирного раствора диазометана (п. 7.2.3) и колбу закрывают пробкой. Колбу периодически встряхивают. Через 15 минут к раствору в колбе приливают 1 см$^3$ изопропанола и содержимое упари-

вают на роторном вакуумном испарителе при температуре 30$^0$С до объема 2-2,5 см$^3$. Раствор переносят в градуированную пробирку. Колбу обмывают 1 см$^3$ изопропанола, который также переносят в пробирку. Объем раствора в градуированной пробирке доводят до 4 см$^3$ изопропанолом.

### *9.3. Условия хроматографирования*

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с термоионным детектором на фосфорсодержащие вещества с пределом детектирования не выше 2,82х10$^{-14}$ г/см$^3$.

Колонка капиллярная кварцевая ZB-50 (типа OV-17), длина 30 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, фирма Phenomenex (США).

Температура термостата испарителя – 230$^0$С, детектора – 300$^0$С, термостата колонки (программа: от 85$^0$С (3 мин.) со скоростью 2$^0$/мин до 100$^0$С (0 мин.); со скоростью 25$^0$/мин до 260$^0$С (5 мин.)

Расход газов: газа-носителя (азот) – 3,1 см$^3$/мин; водорода и воздуха к ТИД – 11,2 и 200 см$^3$/мин., соответственно

Деление потока: 1:2

Время удерживания метильного производного фосэтил алюминия: 5 мин.00 сек - 5 мин.05 сек

Объем вводимой пробы: 1 мм$^3$.

Линейный диапазон детектирования: 0,05 – 1,0 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю площадь хроматографического пика метильного производного фосэтил алюминия.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/см$^3$, разбавляют изопропанолом.

## 10. Обработка результатов анализа

Содержание фосэтил алюминия рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_o \times m}, \text{ где}$$

X - содержание фосэтил алюминия в пробе, мг/кг;

$H_1$ – площадь пика образца, мВ*с;

$H_o$ – площадь пика стандарта, мВ*с;

A - концентрация стандартного раствора фосэтил алюминия, мкг/см$^3$

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

m - масса анализируемой части образца (г) /для ягод и сока – 0,5 г/

## 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:

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

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

Δ- граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

δ - 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 нижней границы определения» менее 0,4 мг/кг для ягод и сока винограда**

** - 0,4 мг/кг - предел обнаружения для ягод и сока винограда*

## 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:

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

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;

$\Delta = \delta * X / 100$,

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д,$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ - 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 К рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta^2_{л,\overline{X'}} + \Delta^2_{л,\overline{X}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \le К, \qquad (2)$$

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)

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

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

Дубовая Л.В., науч. сотр.; Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук.

ГНУ ВНИИ фитопатологии, 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

ББК 51.21
О-60

О-60 **Определение** остаточных количеств фосэтил алюминия в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 15 с.

1. Разработаны Всероссийским научно-исследовательским институтом фитопатологии (Л.В. Дубовая, А.М. Макеев).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно–эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007 г.).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 24 сентября 2007 г.

4. Введены в действие с 10 декабря 2007 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