Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств проквиназида в воде, почве, ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2268—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 проквиназида в воде, почве, ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания

МУК 4.1.2268- 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

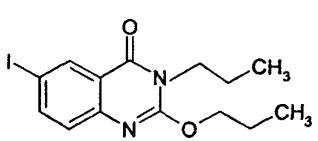
Определение остаточных количеств проквиназида в воде, почве, ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1. 2268 – 07

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Проквиназида в воде в диапазоне 0,01 - 0,1 мг/л; в почве, в ягодах и соке винограда в диапазоне 0,02 - 0,2 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: Проквиназид.

Название по ИЮПАК: 6-йодо-2-пропокси-3-пропил-3Н-хиназолин-4-он.



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{17}IN_2O_2$.
Молекулярная масса: 372,21.
Агрегатное состояние: кристаллы.
Цвет, запах: белого цвета без запаха.
Давление насыщенного пара $9,0*10^{-2}$ мПа при 24°С.

Коэффициент распределения в системе октанол/вода при 25°С: K_{ow} lgP= 5,6.

Растворимость в органических растворителях: в ацетоне, дихлорметане, этилацетате, н-гексане >250, ацетонитриле 154±2,1 (все в г/дм^3).

Проквиназид гидролитически стабилен при pH 4, 7, 9 , но быстро разлагается на свету с периодом полураспада DT_{50} 0,03 дня.

Краткая токсикологическая характеристика: Проквиназид относится к мало опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс - 4846 мг/кг), к умеренно опасным веществам по ингаляционной [$ЛК_{50}$ (4 час) для крыс > 6100 мг/м^3 воздуха] и к мало опасным веществам по накожной ($ЛД_{50}$ для кроликов > 5000 мг/кг) токсичности. Не раздражает кожу и слизистые оболочки глаз. Имеются ограниченные доказательства канцерогенного эффекта при хроническом воздействии.

В России установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД – 0,003 мг/кг/сут; ПДК в воде – 0,006 мг/дм^3; ОДК в почве – 0,1 мг/кг; МДУ в винограде – 0,04 мг/кг.

Проквиназид - фунгицид контактного действия со специфичной активностью против ложномучнисторосяных грибов таких, как мильдью на виноградной лозе.

Рекомендуется к применению в России для борьбы с мильдью на винограде с нормой расхода по действующему веществу до 50 г/га путем опрыскивания.

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 для Проквиназида

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % P=0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	Ниже 0,005	150	7	19	22
	0,005 -0,01	100	5	14	17
	0,01 – 0,1	50	3	9	11
Почва	0,02 – 0,1	50	3	9	11
	0,1 – 0,2	25	3	9	11
Виноград ягоды	0,02 – 0,1	50	3	9	11
	0,1 – 0,2	25	2	6	7
Виноград сок	0,02 – 0,1	50	3	9	11
	0,1 – 0,2	25	3	9	11

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 Проквиназида

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, ±, %
Вода	0,003	0,003 – 0,1	97,7	2,6	± 1,2
Почва	0,02	0,02 – 0,2	85,9	3,3	± 1,3
Виноград ягоды	0,02	0,02 – 0,2	86,4	4,1	± 1,7
Виноград сок	0,02	0,02 – 0,2	87,5	3,1	± 1,5

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на определении Проквиназида методом капиллярной ГЖХ с использованием детектора по захвату электронов после экстракции его из воды и сока винограда диэтиловым эфиром, из почвы и ягод винограда – ацетонитрилом, и очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями.

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

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

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

Весы аналитические «OHAUS», Σ 11140.

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

Колбы мерные на 25, 50, 100 $см^3$, ГОСТ 1770-74.

Микрошприц на 10 $мм^3$, ТУ 2.833.106.

Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 $см^3$, ГОСТ 20292-74.

Хроматограф газовый «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} $г/см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки.

Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 $см^3$, ГОСТ 1770-74.

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Проквиназид с содержанием 98,0 % д.в. (фирма Дюпон).

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон х.ч., ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил, ТУ 6-09-3534-87.
Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.
Диэтиловый эфир, х.ч. ГОСТ 6262-79.
н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.
Гелий, очищенный марки "А", ТУ 51-940-80.
Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.
Натрия хлорид, х.ч., ГОСТ 4233-77.
Стандартный раствор Проквиназида 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 «SKLO UNION TYP LT1».
Ванна ультразвуковая «UNITRA» UNIMA OLSZTYN UM-4.
Виалы с тефлоновыми прокладками, Aldrich, cat. № Z27,702-9.
Воронки химические для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75.
Воронки делительные на 250 и 500 см^3, ГОСТ 10054-75.
Испаритель ротационный Rotavapor R110 Buchi с водяной баней B-480, фирма Буши;
Концентраторы грушевидные (конические) 250 см^3, ГОСТ 10394-72
Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-5, (Crosslinked 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирмы Хьюлетт Паккард.
Насос диафрагменный FT.19 фирмы KNF Neu Laboport.
Стаканы стеклянные на 100 см^3, ГОСТ 6236-72.
Фильтры бумажные "Красная лента", ТУ 6-09-1678-86.
Центрифуга MPW-350e с набором полипропиленовых банок емкостью 200 см^3, MPW Med.instruments.
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 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 $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%.

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

7. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

7.1. Приготовление рабочих растворов

7.1.1. Приготовление стандартных растворов

100 мг Проквиназида (аналитического стандарта) вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/ $см^3$). Раствор хранится в холодильнике не более 120 суток.

Методом последовательного разбавления исходного раствора № 1 ацетоном готовят стандартный раствор № 2 с концентрацией 10,0 мкг/$см^3$, который может храниться в холодильнике не более 30 суток. Из стандартного раствора №2 путем последовательного разбавления готовят рабочие растворы для установки градуировочной характеристики с концентрациями: 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/$см^3$.

7.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Проквиназида в растворе (мкг/$см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 6-и растворам для градуировки с концентрацией 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/$см^3$.

В испаритель хроматографа вводят по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений (рисунок 1).

8. ОТБОР ПРОБ И ХРАНЕНИЕ

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 Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору

проб», ГОСТ 1743.01-83 «Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 26950-89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ 25896-83 «Виноград свежий столовый. ТУ», ГОСТ 25892-83Е «Сок виноградный натуральный. ТУ».

Пробы воды хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре +4^{0}С не более 10 суток.

Пробы винограда хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0-4 ^{0}С не более суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре -18^{0}С до 2-х лет.

Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в темной таре в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

9.1. Вода

9.1.1. Экстракция и очистка экстракта

Пробу воды объемом 300 см^3 помещают в делительную воронку, добавляют 50 см^3 диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После полного разделения слоев нижний водный слой собирают в плоскодонную колбу объемом 250 см^3, а верхний эфирный собирают в концентратор емкостью 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия. Повторяют экстракцию еще дважды, используя каждый раз по 50 см^3 диэтилового эфира. Экстракты объединяют и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С. Сухой остаток в концентраторе разводят в 10 см^3 ацетона и аликвоту 1 мм^3 вводят в хроматограф.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Навеску почвы 10 г помещают в центрифужную полипропиленовую банку объемом 250 см^3, увлажняют 10 см^3 воды. Добавляют 50 см^3 ацетонитрила и встряхивают смесь на встряхивателе 45 минут.

По окончании встряхивания пробу центрифугируют 5 минут при 4000 об./мин. Фильтруют экстракт в концентратор емкостью 250 $см^3$ через воронку с бумажным фильтром. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 50 $см^3$ ацетонитрила, встряхивая смесь каждый раз по 30 минут. Объединенный экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С.

Далее проводят очистку экстракта как описано в пункте 9.3.2..

9.3. Ягоды винограда

9.3.1. Экстракция

Навеску размятых ягод 10 г помещают в полипропиленовую банку, добавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и помещают на ультразвуковую ванну на 10 минут. Фильтруют экстракт в концентратор емкостью 250 $см^3$ через воронку с бумажным фильтром. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 50 $см^3$ ацетонитрила, помещая на ультразвуковую ванну каждый раз по 10 минут. Экстракты объединяют и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С.

9.3.2. Очистка экстракта

К сухому остатку в концентраторе добавляют 5 $см^3$ ацетонитрила, омывают концентратор и помещают на 2 минуты на ультразвуковую ванну. В концентратор двумя порциями добавляют 100 мл воды, ополаскивают стенки концентратора и переносят водную фазу в делительную воронку.

Добавляют в воронку 5 граммов хлорида натрия, растворяют его путем встряхивания. Приливают 50 $см^3$ диэтилового эфира и интенсивно встряхивают смесь в течение 1-2 мин. После разделения слоёв нижний водный слой сливают в тот же концентратор, а верхний эфирный переносят в чистый концентратор емкостью 250 $см^3$, пропуская через воронку с безводным сульфатом натрия. Водную фракцию возвращают в делительную воронку. Экстракцию повторяют ещё дважды, используя для этого каждый раз 50 $см^3$ диэтилового эфира. Эфирные экстракты объединяют в концентраторе и выпаривают на

ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35°С досуха.

Сухой остаток в концентраторе разводят в 10 $см^3$ и аликвоту 1 $мм^3$ вводят в хроматограф.

9.4. Сок винограда

9.4.1. Экстракция

Навеску сока 10 г помещают в полипропиленовую банку. Растворяют 5 г хлористого натрия в 100 $см^3$ воды, приливают раствор в банку с соком. Добавляют 50 $см^3$ диэтилового эфира и помещают на ультразвуковую ванну на 10 минут. Далее экстракцию продолжают на встряхивателе в течение еще 10 минут. Экстракт переносят в делительную воронку и после полного разделения слоев нижний водный слой собирают в полипропиленовую банку, а верхний эфирный – в чистый концентратор объемом 250 $см^3$, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 50 $см^3$ диэтилового эфира, помещая на ультразвуковую ванну и встряхиватель каждый раз по 10 минут. Экстракты объединяют и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35°С.

Далее проводят очистку экстракта как описано в пункте 9.3.2..

9.5. Условия хроматографирования

Высокоэффективный газовый хроматограф «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} $г/см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-5, (Crosslinked 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура детектора – 300^0С, испарителя – 260^0С, программированный нагрев колонки с 220^0С (выдержка 2 минуты) по 5 град/мин до 260^0С.

Газ 1: тип регулятора расхода газа РРГ 11, режим нормальный, скорость 20 см/с, давление 101,8 кПа.

Газ 2 (гелий) – 40 $см^3$/мин: расход 0,5 $см^3$/мин, сброс 1:80.

Газ 3 (азот, поддув детектора) – 45 $см^3$/мин.

Абсолютное время удерживания Проквиназида - 8 мин 10 сек. $\pm$ 2%.

Линейность детектирования сохраняется в пределах – 1,0 - 0,02 нг.

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

Образцы почвы, ягод и сока винограда, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Проквиназида 0,2 мкг/$см^3$, соответственно разбавляют. Образцы воды, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Проквиназида 1,0 мкг/$см^3$, соответственно разбавляют.

Количественное определение Проквиназида проводят по методу абсолютной калибровки посредством сравнения с хроматограммами стандартных растворов Проквиназида с концентрацией 0,02 – 1,0 мкг/$см^3$.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программа сбора и обработки хроматографической информации «Хроматэк Аналитик», версия 1.20.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Проквиназида рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{Sпр \cdot A \cdot V}{100 \cdot Sст \cdot m} \times P$$

где X - содержание Проквиназида в пробе, мг/кг;

Sст - высота (площадь) пика стандарта, мВ;

Sпр - высота (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 Проквиназида 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:

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

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

Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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 0,02мг/кг»*

* - 0.02 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:

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

где $\pm \Delta_{л,\bar{X}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{X}'}$) – 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 Δ - граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ 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, при-

водящие 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

Калинин В.А., профессор, канд. с-х. наук, Калинина Т.С., ст. н. сотр., канд. с-х. наук, Рыбакова О.И. науч. сотр., Третьякова О.А., инженер.

ФГОУ ВПО Российский Государственный Аграрный Университет – МСХА имени К.А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (495) 976-37-68, факс: (495) 976-43-26.

ББК 51.21
М54

М54 **Методические** указания по определению остаточных количеств проквиназида в воде, почве, ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания. – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009. – 16 с.

1. Разработаны Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева, Учебно-научным консультационным центром «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов», Федеральным агентством по сельскому хозяйству Минсельхоза России (В.А. Калинин – профессор, канд. с-х. наук, Т.С. Калинина – ст.н.сотр., канд. с-х. наук, О.И. Рыбакова – науч. сотр., О.А. Третьякова – инженер).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по защите прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21 июня 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 в качестве дополнения.

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