Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

Издание официальное

Москва • 2013

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

ББК 51.21+51.23
И37

И37 **Измерение** концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—58 с.

ISBN 978—5—7508—1178—6

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева».

2. Введены в действие с момента утверждения.

3. Введены впервые.

ББК 51.21+51.23

© Роспотребнадзор, 2013
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013

Содержание

Измерение остаточных количеств мепикват хлорида в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием: МУК 4.1.3020—12 4

Измерение остаточных количеств эсфенвалерата в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3022—12 20

Измерение остаточных количеств имазалила в зерне гороха методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3042—12 32

Измерение остаточных количеств тебуконазола в зерне гороха, семенах и масле льна методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3045—12 45

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
3 июля 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение остаточных количеств эсфенвалерата в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3022—12

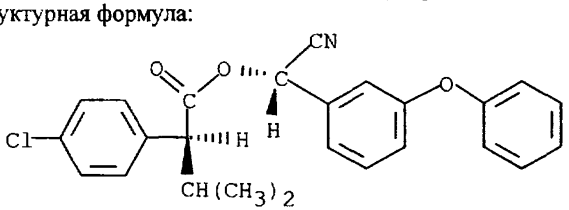
Свидетельство о метрологической аттестации от 24.02.2012 № 01.5.04.068/01.00043/2012.

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в семенах рапса (горчицы) массовой концентрации эсфенвалерата в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, в масле – 0,02—0,2 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: эсфенвалерат.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (S)-ά-циано-3-феноксибензил-(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{25}H_{22}ClNO_3$.

Молекулярная масса: 419,9.

Химически чистый препарат – бесцветное кристаллическое вещество (до 23 °С).

Температура плавления: 59,0—60,2 °С.

Давление паров при 25 °С – 2×10^{-4} mPa.

Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 6,22 (25 °С).

Растворимость: в воде при 25 °С – 0,002 мг/л; в н-гексане – 10—50; метаноле – 70—100; в ксилоле, ацетоне, хлороформе, этилацетате, DMSO, DMFA – > 600 (в г/кг при 25 °С).

Вещество относительно стабильно на свету, стабильно к гидролизу при pH 5,7 и 9 (25 °С).

Краткая токсикологическая характеристика

Класс токсичности по ВОЗ – II, ЕПА – II.

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс 75—88 мг/кг.

Область применения

Инсектицид широкого спектра действия (группа пиретроидов), применяется на зерновых, масличных, плодовых и других культурах.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), σ_{R_1}, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$). $\pm\delta$, %
Семена от 0,01 до 0,1 вкл.	7	9	12	25
Масло от 0,02 до 0,1 вкл.	7	9	12	25
Масло от 0,1 до 0,2 вкл.	8	9	11	22
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$				

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$, $P = 0,95$) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Полнота определения эсфенвалерата в семенах и масле рапса ($N = 5$ для каждой концентрации)

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Семена	0,01	0,01—0,1	82,4	4,6	4,2
Масло	0,02	0,02—0,2	77,4	4,9	4,5

2. Метод измерений

Методика основана на извлечении эсфенвалерата из семян и масла рапса (горчицы) водно-ацетоновым раствором или ацетонитрилом с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися жидкостями и на колонке с флорисилом. Количественное определение проводят методом газожидкостной хроматографии с использованием электронозахватного детектора.

Нижний предел измерения эсфенвалерата в пробе семян 0,01 мг/кг, масла – 0,02 мг/кг, средняя полнота извлечения из семян 82,4 % и из масла 77,4 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф Цвет-550 М или аналогичный с ДЭЗ (ДПР)	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Цилиндры мерные на 100 см^3	ГОСТ 1774—74Е
Колбы мерные на 25, 50, 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см^3	ГОСТ 29227—91

Примечание. Допускается использование средств измерения иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт эсфенвалерата 99,8 %	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534—87

Азот газообразный в баллонах с редуктором	ТУ 6-16-40-14—88
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—79
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Насадка для колонки: хроматон N-Super (0,125—0,160 мм) с 5 % SE-30 или XE-60 (Чехия)	
Натрий серно-кислый безводный, ч, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Флорисил 150–250 μm (Merck, Германия), содержание воды ≤ 2,5 %	
Хлороформ, чда	ТУ-2631-020-11291058—96
Этиловый эфир уксусной кислоты, чда	ГОСТ 22300—76
Элюент для колоночной хроматографии № 1: гексан–этилацетат (50 : 50 по объему)	
Элюент для колоночной хроматографии № 2: гексан–этилацетат (20 : 80 по объему)	

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аналитическая стеклянная насадочная колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм	
Мельница лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Установка ультразвуковая «Серьга»	ТУ 3.836.008
Ротационный вакуумный испаритель Büchi R-200/205 (Швейцария) или аналогичный	
Микрошприц МШ-10, МШ-10М	ТУ 2-833-106
Насос водоструйный	МРТУ 42 861-64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 25 336—82Е
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС	ГОСТ 25 336—82Е
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82Е
Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Стаканы химические	ГОСТ 25336—82Е
Колонка стеклянная хроматографическая длиной 25 см, диаметром 10 мм	

Примечание. Допускается применение оборудования иных производителей с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1007—76).

При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—2009 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 мПа (150 кгс/см^2) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздуховодов и газопроводов под давлением» ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Отбор и хранение проб

Отбор проб семян и масла рапса (горчицы) – ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Для длительного хранения семена рапса (горчицы) подсушивают при комнатной температуре в отсутствие света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы семян доводят до стандартной влажности и измельчают. Пробы масла рапса хранят в холодильнике при 0—4 °С в закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

6. Подготовка к определению

6.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,0 см^3 и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

6.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку, заполненную хроматоном N-Super (0,125—0,160 мм) с 5 % SE-30, не присоединяя к детектору, кондиционируют в токе инертного газа (азот) при температуре 250 °С в течение 8—10 ч.

6.3. Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску эсфенвалерата (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 $см^3$, растворяют навеску в ацетоне и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 1,0 $мг/см^3$). Градуировочные растворы с концентрациями 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 $мкг/см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя для разбавления гексан. Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 6 месяцев, градуировочные растворы – в течение недели.

Для внесения в образец при определении полноты извлечения используют градуировочные растворы.

6.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация эсфенвалерата в растворе) в хроматограф вводят по 1 $мм^3$ градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют высоты или площади пиков и строят график зависимости среднего значения высоты (площади) пика от концентрации эсфенвалерата в градуировочном растворе ($мкг/см^3$).

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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации эсфенвалерата в градуировочном растворе;

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

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

6.5. Подготовка колонки с флорисилом для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты и вносят суспензию 4,5 г флорисила в 20 см^3 смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему), дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку промывают 25 см^3 этой же смеси со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

6.6. Проверка хроматографического поведения эсфенвалерата на колонке с флорисилом

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,5 см^3 стандартного раствора эсфенвалерата с концентрацией 1 мкг/см^3. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 2 см^3 элюента № 1 и вносят в колонку. Колбу обмывают еще 2 см^3 элюента № 1 и также вносят в колонку. Затем промывают колонку 25 см^3 гексана и элюируют эсфенвалерат 60 см^3 элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см^3 гексана и анализируют на содержание эсфенвалерата по п. 2.6.4. Фракции, содержащие эсфенвалерат, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см^3 гексана и анализируют по п. 2.6.4. Рассчитывают содержание эсфенвалерата в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания эсфенвалерата может меняться при использовании новой партии сорбента.

6.7. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

7. Проведение определения

7.1. Экстракция эсфенвалерата из семян рапса

Навеску измельченных на лабораторной мельнице семян массой 10 г помещают в коническую колбу на 250 см^3, заливают 50—100 см^3 смеси растворителей ацетон–вода (в соотношении 1 : 1) и экстрагируют эсфенвалерат в ультразвуковой ванне в течение 15 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр («красная лента»). Экстракцию повторяют дважды 30 см^3 той же смеси. Объединенный фильтрат помещают в делительную воронку и переэкстрагируют эсфенвалерат гексаном трижды порциями по 30 см^3. Объединенные гексановые экстракты фильтруют через слой безводного серно-кислого натрия. Полученный раствор выпаривают на ротационном испарителе при температуре бани 50 °С до полного удаления гексана. Далее проводят очистку экстрактов по п. 7.3.

7.2. Экстракция эсфенвалерата из рапсового масла

Навеску масла 10 г растворяют в 60 см^3 гексана и экстрагируют эсфенвалерат 50 см^3 ацетонитрила в УЗ-ванне в течение 15 мин. Полученную смесь помещают в делительную воронку объемом 250 см^3. После расслоения* нижний ацетонитрильный слой сливают, из верхнего гексанового слоя экстрагируют эсфенвалерат ацетонитрилом еще дважды порциями по 30 см^3. К объединенному ацетонитрильному экстракту добавляют воду в соотношении ацетонитрил–вода (1 : 4) и переэкстрагируют эсфенвалерат хлороформом трижды порциями по 30 см^3. Объединенные хлороформные экстракты сушат над безводным серно-кислым натрием и выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 50 °С. Сухой остаток растворяют в 5 см^3 ацетона и помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С на 2 ч. Охлажденный ацетоновый раствор декантируют в круглодонную колбу на 10 см^3 через фильтр «красная лента», после чего фильтр промывают 2 см^3 ацетона. Полученный раствор упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Далее очистку проводят по п. 7.3.

7.3. Очистка экстрактов на колонке с флорисилом

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по пп. 7.1 и 7.2 экстрактов семян или масла, количественно переносят дву-

---

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий можно добавить несколько мл насыщенного раствора хлористого натрия или этилового спирта.

мя порциями по 2 см^3 смеси гексан–этилацетат (1 : 1, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (*п. 6.2*). Промывают колонку 25 см^3 гексана, элюат отбрасывают. Эсфенвалерат элюируют 60 см^3 элюента № 2 (гексан–этилацетат = 2 : 8). Весь элюат собирают в грушевидную колбу емкостью 100 см^3. Раствор выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 50 °С. Сухой остаток растворяют в 1—2 см^3 гексана и 1 мм^3 раствора вводят в хроматограф.

7.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Цвет-550М» с ДПР (ДЭЗ).

Колонка стеклянная 1 м × 3 мм, заполненная хроматоном N-Super (0,125—0,160 мм) с 5 % SE-30.

Температура колонки 240 °С, испарителя 250 °С, детектора 320 °С.

Скорость газа-носителя (азот) через колонку 46 см^3/мин.

Шкала электрометра 8×10^{10} (16×10^{10}).

Объем вводимой пробы 1 мкл.

Время удерживания эсфенвалерата 3 мин 20 с.

Линейный диапазон детектирования 0,1—2 нг.

7.5. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание эсфенвалерата в образце семян или масла (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_2 \cdot C \cdot V}{H_1 \cdot P}, \text{ где}$$

H_1 – высота (площадь) пика эсфенвалерата в стандартном растворе, мм (мв · с);

H_2 – высота (площадь) пика эсфенвалерата в анализируемой пробе, мм (мв · с);

V – объём экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация эсфенвалерата в стандартном растворе, мкг/см^3.

Содержание остаточных количеств эсфенвалерата в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2 параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор эсфенвалерата 2 мкг/см^3, разбавляют.

8. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

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

9. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$\bar{X}$ – 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 0,01 мг/кг, где «*» – 0,01 мг/кг – предел обнаружения в семенах рапса).*

10. 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».

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

10.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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. 4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

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

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

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

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

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

11. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 10.

12. Разработчики

Цибульская И. А., Копытова Ф. И., Долженко О. В. (ГНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений» Россельхозакадемии (ГНУ ВИЗР), Санкт-Петербург, Пушкин).

Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, семенах и масле рапса, зерне гороха, семенах и масле льна

Сборник методических указаний по методам контроля МУК 4.1.3020—12; 4.1.3022—12; 4.1.3042—12; 4.1.3045—12

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 07.02.13

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,75

Тираж 200 экз. Заказ 11

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

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс (495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru