

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник
МУК 4.1.2777—4.1.2786—10**

ББК 51.21
О60

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

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1.2782—10

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

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

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

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

24 ноября 2010 г.

Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

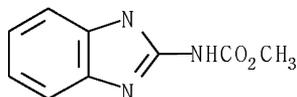
Методические указания МУК 4.1.2782—10

Общие положения

Свидетельство об аттестации методики № 01.5.04.673 от 25.06.2010.

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

Действующее вещество: Карбендазим.



Метилбензимидазол-2-илкарбамат (IUPAC).

Молекулярная масса: 191,2.

Брутто формула: $C_9H_9N_3O_2$.

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

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

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

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

Растворимость в воде (мг/дм³, 24 °С): 29 (рН 4); 8 (рН 7); 7 (рН 8).

Растворимость в органических растворителях (г/дм³, 24 °С): диметилформамид – 5; ацетон – 0,3, этанол – 0,3; хлороформ – 0,1; этилацетат – 0,135; дихлорметан – 0,068; бензол – 0,036; циклогексан и диэтиловый эфир – < 0,01; н-гексан – 0,0005.

Субстанция карбендазима стабильна по крайней мере в течение 2 лет при температуре хранения ниже 50 °С, а также после 7 дней интенсивного облучения светом (20 000 люкс). В щелочных растворах медленно разлагается. При 22 °С DT₅₀ превышает 350 дней (рН 5 и 7) и равен 124 дням (рН 9). Будучи слабым основанием (рK_a 4,2), в кислых растворах образует стабильные водорастворимые соли.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность – LD₅₀ для крыс – 6 400 мг/кг; для собак – более 2 500 мг/кг; дермальная – LD₅₀ для кроликов более 10 000 мг/кг; для крыс – более 2 000 мг/кг; не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз; ингаляционная – при использовании водной суспензии 10 г/л эффект не обнаружен для крыс, кроликов, морских свинок и кошек. Период наблюдения 4 часа.

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

В России для карбендазима установлены следующие гигиенические нормативы:

- ПДК в воде – 0,1 мг/дм³;
- ОДК в почве – 0,1 мг/кг;
- МДУ (мг/кг) – корнеплоды сахарной свеклы 0,1; зерно хлебных злаков 0,2.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

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

Таблица 2

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

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

2. Метод измерения

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

Идентификация карбендазима проводится по времени удерживания, количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы**3.1. Средства измерений**

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

снабженном дегазатором, автоматическим
пробоотборником и термостатом колонки

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 24104—2001

Весы технические ВЛКТ-500 ГОСТ 24104—80

pH-метр фирмы Hanna Instrument, мод. P212

Колбы мерные на 10, 50, 100, 1 000 см³ ГОСТ 23932—90

Микродозаторы Ленпипет переменного объе-
ма от 200 до 1 000 мм³ и от 1 до 5 см³.

Пипетки градуированные ГОСТ 29227—91

Цилиндры мерные на 50 и 100 см³ ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или
лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч ТУ 6-09-3534—87

Вода бидистиллированная, деионизированная ГОСТ 6709—79

Гексан, хч ТУ 2631-003-05807999—98

Гидроксид натрия, 1 М водный раствор

Карбендазим с содержанием основного веще-
ства 99,4 %

Натрий серноокислый, безводный, хч ГОСТ 4166—76

Соляная кислота, 0,1 М водный раствор

Трифторуксусная кислота, ч, 0,05 % водный
раствор

ТУ 6-09-3877—80

Этилацетат

ГОСТ 223000—76

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонит-
рила и 0,05 % трифторуксусной кислоты в
соотношении 10 : 90

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже ука-
занных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH

C18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)

Воронки лабораторные В-75-110 ГОСТ 25336—82

Бидистиллятор

Ротационный вакуумный испаритель фирмы

VÜSCI, мод. R 205

Ультразвуковая баня УЗВ-1,3

ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98

Фильтры бумажные «красная лента»

ТУ 6.091678—86

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

4. Требования безопасности

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

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

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

5. Требования к квалификации операторов

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

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Acquity VEN C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 см³/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0,05 % раствор трифторуксусной кислоты: 0,5 см³ свежеперегнанной трифторуксусной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Приготовление подвижной фазы: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 100 см³ ацетонитрила и доводят объем до метки 0,05 % раствором трифторуксусной кислоты.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 1,0 мг/см³: точную навеску карбендазима (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,4, 0,8, 1,2, 2,0 и 4,0 мкг/см³ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 4,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,4 см³ основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 2,0 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,2 см³ основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 1,2 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 3 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,8 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 2,0 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,4 мкг/см³: в мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

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

7.4.1. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация карбендазима в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм³ градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации карбендазима в градуировочном растворе.

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

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации карбендазима в градуировочном растворе;

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

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

8. Отбор проб и хранение

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

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

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

9. Проведение определения

9.1. Определение карбендазима в зерне гороха

10 г измельченных семян гороха помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ воды и 50 см³ этилацетата. Экстрагируют в ультразвуковой бане в течение 10 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента» и экстракцию повторяют с 50 см³ этилацетата. Объединенный экстракт помещают в делительную воронку и отделившийся водный слой отбрасывают. Из органического экстракта карбендазим экстрагируют 30 см³ 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Водный слой отделяют. Экстракцию повторяют еще 2 раза. Объединенный водный экстракт промывают последовательно дважды по 30 см³ гексана и дважды по 20 см³ этилацетата*. Органические слои отбрасывают, а водный подщелачивают 1 М раствором гидроксида натрия до pH 10 и экстрагируют карбендазим 30 см³ этилацетата. Экстракцию повторяют еще дважды, доводя pH водной фазы до 10 перед каждой экстракцией. Этилацетатный экстракт помещают в делительную воронку, выделившийся водный (нижний) слой отбрасывают, а органический промывают 25 см³ воды, доведенной до pH 10 1 М раствором гидроксида натрия. Промывку отбрасывают. Органический экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1,25 см³ подвижной фазы. 10 мм³ полученного раствора вводят в хроматограф.

* Повторную экстракцию нужно проводить только после полного разделения фаз. Для ускорения процесса разделения можно в делительную воронку добавить 1—2 см³ этилового спирта.

9.2. Определение карбендазима в масле рапса

10 г масла растворяют в 90 см³ гексана, помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³ и экстрагируют 30 см³ 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной. Экстракцию повторяют еще два раза. Гексан отбрасывают. Объединенный водный экстракт промывают последовательно дважды по 30 см³ гексана и дважды по 20 см³ этилацетата. Органические слои отбрасывают, а водный подщелачивают 1 М раствором гидроксида натрия до pH 10 и экстрагируют карбендазим 30 см³ этилацетата. Экстракцию повторяют еще дважды, доводя pH водной фазы до 10 перед каждой экстракцией. Объединенный этилацетатный экстракт промывают 25 см³, доведенной до pH 10 1 М раствором гидроксида натрия. Промывку отбрасывают, а органический экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1,25 см³ подвижной фазы. 10 мм³ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим прободоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC VEN C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,05 % трифторуксусной кислоты в соотношении 10 : 90. Скорость потока элюента: 0,2 см³/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 280 нм. Объем вводимой пробы 10 мм³.

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

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,4—4,0 мкг/см³.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание карбендазима в зерне гороха или масле рапса (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

S_x – площадь пика карбендазима на хроматограмме испытуемого образца, мм² (AU);

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

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;

P – навеска анализируемого образца, г;

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

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор карбендазима с концентрацией 4,0 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости ($r = 2,8\sigma$).

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг.

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

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

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

содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения» (например: менее 0,05 мг/кг*, где * – 0,05 мг/кг – предел обнаружения карбендазима в зерне гороха и масле рапса).

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

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

Величина добавки C_0 должна удовлетворять условию:

$$C_0 = \Delta_{л,х'} + \Delta_{л,х'}$$

$\pm\Delta_{л,х'}$ ($\pm\Delta_{л,х'}$) – 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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = X' - X - C_0, \text{ где}$$

X' , X , C_0 – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,X'}^2 + \Delta_{n,X}^2} \quad (1)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_k) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости:

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

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

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

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

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

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

Содержание

Определение остаточных количеств Фамоксадона в луке-перо и луке-репке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2777—10.....	3
Определение остаточных количеств Цимоксанила в луке-перо и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2778—10.....	23
Определение остаточных количеств Пикоксистробина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2779—10.....	41
Определение остаточных количеств флуазинама в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2780—10.....	67
Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2781—10.....	79
Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2782—10.....	93
Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ: МУК 4.1.2783—10.....	107
Определение остаточных количеств дифеноконазола в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2784—10.....	121
Определение остаточных количеств паклобутразола в воде, почве, зеленой массе, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2785—10.....	139
Определение остаточных количеств дифеноконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2786—10.....	159