

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний  
МУК 4.1.3182—4.1.3189—14

Издание официальное

Москва • 2015

**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 методических указаний  
МУК 4.1.3182—4.1.3189—14**

ББК 51.23+51.21

О60

**О60** **Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—112 с.

ISBN 978—5—7508—1313—1

1. Разработаны сотрудниками ГНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26.06.2014 № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 24 июля 2014 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23+51.21**

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

Подписано в печать 02.04.15

Формат 60x84/16

Усл. печ. л. 6,51  
Заказ 29

Тираж 150 экз.

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 8(495)952-50-89

© Роспотребнадзор, 2015  
© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

## Содержание

Определение остаточных количеств бромоксинила в масле кукурузном методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3182—14 .....	4
Определение остаточных количеств квинмерака в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3183—14 .....	16
Определение остаточных количеств сульфосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3184—14 .....	30
Определение остаточных количеств прохлораза в зеленой массе, семенах и масле подсолнечника и рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3185—14 .....	44
Определение остаточных количеств диметоморфа в салате методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3186—14 .....	57
Определение остаточных количеств эпоксиконазола в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.3187—14 .....	70
Определение остаточных количеств ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3188—14 .....	84
Определение остаточных количеств тиофанат-метила и карбендазима в зеленой массе, соломе и зерне хлебных злаков, ботве и корнеплодах сахарной свеклы, яблоках и яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3189—14 .....	97

**УТВЕРЖДАЮ**

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

А. Ю. Попова

24 июля 2014 г.

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств ацетамиприда  
в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.3188—14**

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.180/  
01.00043/2014.

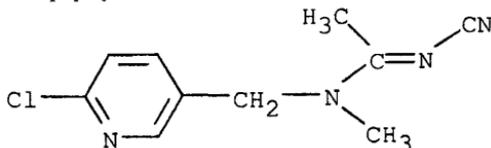
Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне концентраций 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИСО: ацетамиприд.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (E)-N<sup>1</sup>-[(6-хлор-3-пиридил)метил]-N<sup>2</sup>-циано-N<sup>1</sup>-метилацетамидин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>4</sub>.

Молекулярная масса: 222,7.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления: 98,9 °С.

Давление пара:  $< 1 \times 10^{-3}$  мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода:  $K_{ow}$   $\log P = 0,80$  (25 °С).

Растворимость в воде (мг/дм<sup>3</sup>, 25 °С): 4 250.

Растворимость в органических растворителях: растворим в ацетоне, метаноле, этаноле, дихлорметане, хлороформе, ацетонитриле и тетрагидрофуране.

Стабилен в буферных при рН 4, 5, 7. Медленно разлагается при рН 9 и 45 °С. Устойчив к воздействию света.

Слабое основание,  $pK_a$  0,7.

*Краткая токсикологическая характеристика.* Острая оральная токсичность  $LD_{50}$  2 148 мг/кг (крысы). При подкожном введении  $LD_{50}$  4 166 мг/кг (кролики). Ингаляционная токсичность  $LC_{50}$  более 3,0 мг на 1 дм<sup>3</sup> воздуха (крысы, период наблюдения 4 ч). Практически не раздражает кожу и слизистую глаз у кроликов.

*Область применения.* Системный инсектицид – агонист никотиновых ацетилхолиновых рецепторов, влияющий на синапсы центральной нервной системы насекомых.

Механизм действия: трансламинарная активность контактного и желудочного действия.

Используется для подавления развития тли *Hemiptera*, *Thysanoptera* и *Lipidoptera* посредством обработки почвы и листьев растений во фруктовых садах при нормах расхода 100—700 г/га.

## 1. Погрешность измерений

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 (мг/дм <sup>3</sup> )	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{Rn}$ , %	Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$ , %
Ботва	0,05—0,5	7	9	12	23
Корнеплоды	0,05—0,5	7	9	12	23
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$					

Таблица 2

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

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, $S$	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Ботва	0,05	0,05—0,5	85,7	2,30	3,23
Корнеплоды	0,05	0,05—0,5	86,1	3,19	4,47

## 2. Метод измерений

Методика основана на определении ацетамиприда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового (УФ) детектора после его извлечения из образцов ацетонитрилом и последующей очистки на патроне для твердофазной экстракции.

Идентификация ацетамиприда 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

Ультразвуковой жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допустимой погрешности 0,2 мг	ГОСТ 24104—01
Весы технические с пределом взвешивания до 400 г и пределом допустимой погрешности 0,1 г	ГОСТ 24104—01
Колбы мерные на 10, 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 23932—90
Микродозаторы одноканальные переменного объема от 200 до 1 000 мм <sup>3</sup> и от 1 до 5 см <sup>3</sup>	
Цилиндры мерные на 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 23932—90

**Примечание.** Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### 3.2. Реактивы

Ацетамиприд – аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,9 %	
Ацетонитрил для ВЭЖХ	ТУ 2634-002-04715285—12
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Натрий серно-кислый безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Смесь № 1: гексан—этилацетат в соотношении 1 : 1 по объему	
Смесь № 2: гексан—этилацетат в соотношении 1 : 9 по объему	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 20 : 80	
Этилацетат, хч	ГОСТ 22300—76

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

### 3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 см<sup>3</sup>

ГОСТ 9737—93

Патроны для твердофазной экстракции, заполненные гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля, 0,6 г

ТУ 4215-002-0545-931—94

Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками объемом 50 см<sup>3</sup>

Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар

Центрифуга с максимальной рабочей частотой вращения 4 000 об./мин

Устройство перемешивающее (50—200 колебаний в минуту)

ТУ 4389-007-44330709—11

**Примечание.** Допускается применение 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—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

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—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.

## **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 ( $20 \pm 5$ ) °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 аналитическую колонку кондиционируют в потоке подвижной фазы ( $0,1—0,2$  см<sup>3</sup>/мин) до стабилизации нулевой линии.

### **7.2. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции**

Патрон заполненный гидрофильным слабокислотным сорбентом на основе силикагеля промывают 2 см<sup>3</sup> смеси № 2, затем 3 см<sup>3</sup> смеси № 1.

### **7.3. Приготовление растворов**

**7.3.1. Раствор ортофосфорной кислоты 0,005 М.** В мерную колбу объемом 1 дм<sup>3</sup> помещают ( $0,5 \pm 0,01$ ) г 98 %-й ортофосфорной кислоты, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

**7.3.2. Для приготовления подвижной фазы** смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 20 : 80 по объему, используя мерные цилиндры.

#### **7.4. Подготовка основного и градуировочных растворов**

7.4.1. Основной раствор с концентрацией  $0,5 \text{ мкг/см}^3$ . Точную навеску ацетамиприда ( $50 \pm 0,5 \text{ мг}$ ) помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

##### **7.4.2. Подготовка градуировочных растворов**

Градуировочные растворы с концентрациями ацетамиприда  $0,05$ ;  $0,1$ ;  $0,2$ ;  $0,5$  и  $1,0 \text{ мкг/см}^3$  готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

7.4.2.1. Раствор № 1 с концентрацией  $1,0 \text{ мкг/см}^3$ . В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $0,2 \text{ см}^3$  основного раствора и доводят до метки подвижной фазой.

7.4.2.2. Раствор № 2 с концентрацией  $0,5 \text{ мкг/см}^3$ . В мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $5,0 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.3. Раствор № 3 с концентрацией  $0,2 \text{ мкг/см}^3$ . В мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $2 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.4. Раствор № 4 с концентрацией  $0,1 \text{ мкг/см}^3$ . В мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $1 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.4.2.5. Раствор № 5 с концентрацией  $0,05 \text{ мкг/см}^3$ . В мерную колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $0,5 \text{ см}^3$  раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре  $0—4 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 1 месяца, градуировочные растворы — в течение недели.

При изучении полноты определения ацетамиприда в ботве и корнеплодах сахарной свеклы используют ацетонитрильные растворы вещества, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

#### **7.5. Построение градуировочного графика**

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика — концентрация ацетамиприда в растворе) в хроматограф вводят по  $10 \text{ мм}^3$  градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимо-

сти среднего значения площади пика от концентрации ацетамиприда 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 ацетамиприда в градуировочном растворе;

$C_k$  – результат контрольного измерения массовой концентрации ацетамиприда в градуировочном растворе;

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

#### **7.6. Проверка хроматографического поведения ацетамиприда на патроне для твердофазной экстракции**

В круглодонную колбу емкостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 1 см<sup>3</sup> градуировочного раствора ацетамиприда с концентрацией 1 мкг/см<sup>3</sup>. Отдувают растворитель током воздуха. Остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> смеси № 1 и переносят на подготовленный патрон (п. 7.2). Колбу обмывают 1 см<sup>3</sup> смеси № 1 и смыв тоже переносят на патрон. Промывают патрон 5 см<sup>3</sup> смеси № 1, элюат отбрасывают. Затем элюируют ацетамиприд смесью № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 2 см<sup>3</sup>, упаривают досуха, растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют по п. 9.3.

Фракции, содержащие ацетамиприд, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

**Примечание.** Проверку хроматографического поведения ацетамиприда следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может измениться при использовании новой партии патронов и растворителей.

## 8. Отбор проб и хранение

Отбор проб свеклы производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (от 21.08.79 № 2051—79), а также в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготавливаемая и поставляемая». Для длительного хранения аналитические пробы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  и хранят до анализа в герметичной полиэтиленовой упаковке.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Экстракция ацетамиприда из ботвы и корнеплодов сахарной свеклы

Навеску измельченной пробы ( $10 \pm 0,1$ ) г помещают в полипропиленовую центрифужную пробирку вместимостью  $50\text{ см}^3$ , последовательно добавляют  $10\text{ см}^3$  ацетонитрила, 4 г безводного натрия сернокислого и 1 г натрия хлористого. Пробирку плотно закрывают и помещают в перемешивающее устройство на 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин. От верхнего ацетонитрильного слоя отбирают аликвоту  $1\text{ см}^3$ , переносят в круглодонную колбу вместимостью  $25\text{ см}^3$ . Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Сухой остаток подвергают очистке по п. 9.2.

### 9.2. Очистка на патроне

Сухой остаток, полученный по п. 9.1, растворяют в  $1\text{ см}^3$  смеси № 1, вносят в предварительно кондиционированный патрон (п. 7.2), колбу ополаскивают  $1\text{ см}^3$  смеси № 1 и также вносят на патрон. Патрон промывают  $5\text{ см}^3$  смеси № 1, элюат отбрасывают. Ацетамиприд элюируют  $8\text{ см}^3$  смеси № 2, элюат собирают, упаривают досуха на ротацион-

ном вакуумном испарителе, остаток растворяют в  $1 \text{ см}^3$  подвижной фазы и  $10 \text{ мм}^3$  вводят в хроматограф.

### 9.3. Условия хроматографирования

Ультразффективный жидкостный хроматограф с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка, заполненная сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18 ( $100 \times 2,1$ ) мм, 1,7 мкм. Температура колонки:  $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ . Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 20 : 80. Скорость потока элюента:  $0,2 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Рабочая длина волны УФ-детектора: 245 нм. Объем вводимой пробы:  $10 \text{ мм}^3$ . Абсолютное время удерживания ацетамиприда:  $(5,2 \pm 0,1)$  мин.

## 10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание ацетамиприда в пробе ( $X$ , мг/кг) вычисляют по формуле:

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

$S_x$  – площадь пика ацетамиприда на хроматограмме испытуемого образца,  $\text{мм}^2$  (AU);

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

$V$  – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа,  $\text{см}^3$ ;

$P$  – навеска анализируемого образца, г;

$f$  – полнота извлечения ацетамиприда, приведенная в табл. 2, %.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ацетамиприда с концентрацией  $1,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$ , 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:

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

$X_1, X_2$  – 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.

### 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;

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

В случае если содержание компонента меньше 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 ацетамиприда в корнеплодах сахарной свеклы).

### 13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «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  $C_\delta$  должна удовлетворять условию:

$$C_\delta = \Delta_{n,x} + \Delta_{n,x'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{n,x}$  ( $\pm \Delta_{n,x'}$ ) – 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:

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле:

$$K_x = X' - X - C_\delta, \text{ где}$$

$X'$ ,  $X$ ,  $C_\delta$  – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,x'}^2 + \Delta_{n,x}^2}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_x| \leq K, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приво-

дящие 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 ( $R$ ):

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

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

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

Разработаны сотрудниками «Всероссийского НИИ защиты растений», С.-Петербург (Долженко В. И., Цибульская И. А., Комарова А. С., Черменская Т. Д.).