

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник  
МУК 4.1.2859—4.1.2866—11

Издание официальное

Москва • 2011

**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 4.1.2859—4.1.2866—11**

БКБ 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.—115 с.

ISBN 978—5—7508—1012—3

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (В. А. Калинин, профессор, канд. с-х. наук., Е. В. Довгилевич, ст. н. сотр., канд. биол. наук, А. В. Довгилевич, ст. н. сотр., канд. хим. наук, Н. В. Устименко, ст. н. сотр., канд. биол. наук, Е. Н. Щербинкина, инженер).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28.12.2010 № 3).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 31 марта 2011 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

**БКБ 51.21**

ISBN 978—5—7508—1012—3

© Роспотребнадзор, 2011

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

## Содержание

<b>Определение остаточных количеств Фенпироксимата в яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2859—11 .....</b>	<b>4</b>
<b>Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодах томата, томатном соке, ягодах винограда и виноградном соке методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2860—11 .....</b>	<b>19</b>
<b>Определение остаточных количеств Цимоксанила в томатном соке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2861—11 .....</b>	<b>35</b>
<b>Методика измерений остаточных количеств гимексазола в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2862—11 .....</b>	<b>51</b>
<b>Определение остаточных количеств Пропизахлора в воде, почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника, рапса и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2863—11 .....</b>	<b>64</b>
<b>Методика измерений остаточных количеств Тиабендазола в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2864—11 .....</b>	<b>77</b>
<b>Определение остаточных количеств Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2865—11 .....</b>	<b>89</b>
<b>Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодовых (косточковых) культурах, перце, огурцах, томатах, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2866—11 .....</b>	<b>100</b>

## УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

31 марта 2011 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ  
**Определение остаточных количеств Фенпропидина  
в зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур  
методом высокоэффективной жидкостной  
хроматографии**  
Методические указания  
МУК 4.1.2865—11

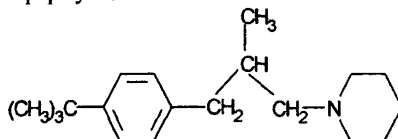
**Общие положения и область применения**

*Свидетельство об аттестации методики от 25.06.2010 № 01.5.04.686.*

Настоящий документ устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Фенпропидина в зеленой массе и зерне зерновых культур в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг и в соломе в диапазоне 0,04—0,4 мг/кг.

Действующее вещество: Фенпропидин.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: (RS)-1-[3-(4-трет-бутилфенил)-2-метилпропил]пиперидин.

Молекулярная масса: 273,5.

Эмпирическая формула: C<sub>19</sub>H<sub>31</sub>N.

Химически чистое вещество представляет собой бледно-желтую слегка вязкую жидкость без запаха.

Температура кипения > 250 °С, 70,2 °С/1.1 Ра.

Давление пара 17 мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода:  $K_{ow}$   $lgP = 2,9$  (рН 7, 25 °С).

Растворимость в воде (мг/дм<sup>3</sup>, 25 °С): 530 (рН 7); 6,2 (рН 9).

Легко смешивается с ацетоном, этанолом, толуолом, н-октанолом и гексаном (25 °С). Стабилен при хранении в закрытом контейнере при комнатной температуре, по крайней мере, в течение 3 месяцев. Водные растворы устойчивы к воздействию УФ-света и гидролизу при 80 °С (рН 4, 7 и 10). рК<sub>a</sub> 10,1 (сильное основание).

*Краткая токсикологическая характеристика:* у крыс острая оральная токсичность LD<sub>50</sub> > 1 447 мг/кг; при подкожном введении LD<sub>50</sub> > 4 000 мг/кг. Ингаляционная токсичность LD<sub>50</sub> 1 220 мг в 1 м<sup>3</sup> воздуха (Время экспозиции 4 ч). У кроликов вызывает раздражение кожи и глаз.

Не обладает мутагенным, канцерогенным и тератогенным действием.

*Область применения:* Фенпропидин – листовый фунгицид системного действия с целебным защитным и искореняющим эффектом. Подавляет развитие таких заболеваний зерновых культур, как ложномучнистая роса, ржавчина и пятна на листьях, вызываемые, соответственно, грибами из родов *Erysiphe graminis*, *Puccinia SPP* и *Rhynchosporium secalis*.

Гигиенические нормативы в России для фенпропидина: МДУ в зерне хлебных злаков 0,25 мг/кг.

## 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	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель внутривлабораторной прецизионности, $\sigma_{R_L}$ , %	Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$ , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm\delta$ , %
Зеленая масса	0,01—0,10	6	7	8	16
Зерно	0,01—0,10	6	7	8	16
Солома	0,04—0,10	5	6	8	16
	0,10—0,40	3	4	5	10

\* Соответствует расширенной неопределенности  $U_{отн}$  (в относительных единицах) при коэффициенте охвата  $k = 2$ .

Таблица 2

**Полнота извлечения Фенпропидина, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для  $n = 20$ ,  $P = 0.95$**

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Зеленая масса	0,01	0,01—0,1	87,3	5,15	2,4
Зерно	0,01	0,01—0,1	90,4	5,8	2,7
Солома	0,04	0,04—0,4	88,15	8,3	3,9

## 2. Метод измерения

Методика основана на определении Фенпропидина методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов смесью органического растворителя с водой и очистки экстракта путем перераспределения кислотно-основных форм Фенпропидина между двумя несмешивающимися фазами и методом твердо-фазной экстракции.

Идентификация Фенпропидина 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, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 24104—2001

Весы технические ВЛКТ-500

ГОСТ 24104—2001

pH-метр фирмы «Hanna Instrument», мод. P212

Колбы мерные на 10, 50, 100, 1 000 см<sup>3</sup>

ГОСТ 23932—90

Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 мм<sup>3</sup> и от 1 до 5 см<sup>3</sup>

Пипетки градуированные

ГОСТ 29227—91

Цилиндры мерные на 50 и 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

Ацетон, чда

ГОСТ 2603—79

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч

ТУ 6-09-3534—87

Гексан, хч

ТУ 2631-003-05807999—98

Вода бидистиллированная, деионизированная,

ГОСТ 6709—79

Фенпропидин с содержанием основного вещества 97,7 %, Мактешим Аган

Натрий серноокислый, безводный, хч

ГОСТ 4166—76

Соляная кислота, 0,1М водный раствор

Гидроксид натрия, 1М водный раствор

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 40 : 60

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

### 3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH

C18 (100 × 2.1) мм, 1,7 мкм (Waters)

Ультразвуковая баня «Сапфир»

Воронки лабораторные В-75-110

ГОСТ 25336—82

Бидистиллятор

Ротационный вакуумный испаритель фирмы

VUCNI, мод. R 205

Фильтры бумажные «красная лента»,

ТУ 6.091678—86

Патроны, заполненные силикагелем 60

(Merck), 0,5 г

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

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе 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 – 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  $20 \pm 5$  °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 колонку (Acquity VEN C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 см<sup>3</sup>/мин) до стабилизации нулевой линии.

### 7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0,005 М раствор ортофосфорной кислоты: 0,5 ± 0,01 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 40 : 60 по объему, используя мерные цилиндры.

7.2.3. Приготовление элюента для твердофазной экстракции. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> ацетона и доводят объем до метки гексаном. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

### 7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup>: точную навеску Фенпропидина (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 0,75 и 1,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя подвижную фазу.

7.3.2. Раствор № 1 с концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 0,2 см<sup>3</sup> основного раствора и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.3. Раствор № 2 с концентрацией 0,75 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят 7,5 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрацией 0,5 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрацией 0,2 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 2,0 см<sup>3</sup> раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрацией 0,1 мкг/см<sup>3</sup>: в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> 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 Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе пшеницы используют ацетонитрильные растворы вещества.

#### 7.4. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация Фенпропидина в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм<sup>3</sup> 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 зависимости среднего значения площади пика от концентрации Фенпропидина 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 Фенпропидина в градуировочном растворе;

C<sub>к</sub> – результат контрольного измерения массовой концентрации Фенпропидина в градуировочном растворе;

λ<sub>контр</sub> – норматив контроля градуировочного коэффициента, % (λ<sub>контр</sub> = 10 % при P = 0,95).

#### 7.5. Подготовка патронов для твердофазной экстракции

Непосредственно перед употреблением через патрон, заполненный силикагелем, пропускают 2,5 см<sup>3</sup> гексана.

### 8. Отбор проб и хранение

Отбор проб зерна производится в соответствии с ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950-79) «Зерновые. Отбор проб зерна». Пробы зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упа-

ковке при комнатной температуре. Перед анализом зерно и солому измельчают на лабораторных мельницах.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Определение Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе пшеницы

20 г зерна или измельченной зеленой массы или 5 г соломы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и экстрагируют 75 см<sup>3</sup> смеси ацетона и воды в соотношении 7 : 3 в ультразвуковой бане в течение 15 мин. Массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют с тем же объемом экстрагента. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Объем водного остатка доводят до 80 см<sup>3</sup>, подкисляют 1 М раствором хлористоводородной кислоты до pH 3,0 и промывают дважды по 25 см<sup>3</sup> гексана. Гексановый экстракт отбрасывают. К отделенному водному слою прибавляют около 5 см<sup>3</sup> 1 М раствора гидроксида натрия до pH 9,0 и экстрагируют фенпропидин трижды по 25 см<sup>3</sup> гексана. Экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2,0 см<sup>3</sup> гексана и вносят в откондиционированный патрон, заполненный силикагелем. Патрон промывают 2 см<sup>3</sup> гексана. Промывку отбрасывают. Фенпропидин элюируют 2 см<sup>3</sup> элюента, приготовленного по п. 7.2.3. Элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы. 10 мм<sup>3</sup> полученного раствора вводят в хроматограф.

### 9.2. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 × 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки (30 ± 1) °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 40 : 60. Скорость потока элюента: 0,2 см<sup>3</sup>/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 220 нм. Объем вводимой пробы 10 мм<sup>3</sup>.

Время удерживания Фенпропидина 4,7 ± 0,1 мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,1—1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

## 10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе пшеницы ( $X$ , мг/кг) вычисляют по формуле:

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

$S_x$  – площадь пика Фенпропидина на хроматограмме испытуемого образца, мм<sup>2</sup> (AU);

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

$V$  – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см<sup>3</sup>;

$P$  – навеска анализируемого образца, г;

$f$  – полнота извлечения Фенпропидина, приведенная в табл. 2 (%).

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Фенпропидина с концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>, 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 ( $r = 2,8 \sigma_r$ ).

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;

$\Delta$  – 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 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 Фенпропидина в зеленой массе и зерне пшеницы).

### 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  $C_d$  должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л.X'}$  ( $\pm \Delta_{л.X}$ ) – 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:

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

$\Delta$  – 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  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X' - X - C_\theta, \text{ где}$$

$X'$ ,  $X$ ,  $C_\theta$  – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{Л,Х}^2 + \Delta_{Л,Х}^2} \quad (1)$$

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 ( $R$ ):

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

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

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

#### 14. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, г. Санкт-Петербург).

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.2.015.25.11.09 от 26.11.09).

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

**Сборник  
МУК 4.1.2859—4.1.2866—11**

Редактор Е. В. Николаева  
Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 15.07 11

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ л. 7,25  
Заказ 93

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 952-50-89