

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

**Методика измерений остаточных количеств  
Тиабендазола в семенах и масле рапса методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

## Методические указания

## МУК 4.1.2864—11

## Общие положения и область применения

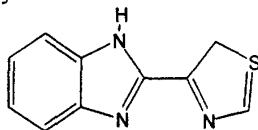
*Свидетельство об аттестации методики от 23.11.2010  
№ 01.5.04.693.*

Настоящие методические указания устанавливают метод измерения массовой концентрации Тиабендазола в семенах и масле рапса в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

## 1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество: Тиабендазол.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(1,3-тиазол-4-ил) бензимидазол.

2-(4-тиазолил)-1H-бензимидазол (С.А.).

Эмпирическая формула:  $C_{10}H_7N_3S$ .

Молекулярная масса: 201,3.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления: 297—298 °С. Давление паров при 25 °С:  $4,6 \times 10^{-4}$  мПа. Коэффициент распределения н-октанол-вода:  $K_{ow} \log P = 2,39$  (рН 7).

Растворимость (г/л) при 20 °С: н-гептан — < 0,01, ксилол — 0,13, ацетон — 2,43, 1,2-дихлорэтан — 0,81, метанол — 8,28, этилацетат — 1,49, н-октанол — 3,91, вода — 10,0 (рН 2), 0,16 (рН 4), 0,03 (рН 7–10). Устойчив к гидролизу. Водный фотолиз (20 °С, рН 5,  $DT_{50}$  29 ч);  $pK_{a1} = 4,73$ ;  $pK_{a2} = 12,00$ .

*Краткая токсикологическая характеристика:* Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для мышей — 3 600 мг/кг, крыс — 3 100 мг/кг, кроликов — 3 800 мг/кг, птиц — более 2 250 мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для кроликов — более 2 000 мг/кг, не раздражает; ингаляционная токсичность ( $LC_{50}$ ) для крыс — более 0,5 мг/кг. Не токсичен для пчел.  $СК_{50}$  для рыб 0,55 мг/л при экспозиции 96 ч. Класс токсичности по ВОЗ — III.

*Область применения:* Тиабендазол — системный фунгицид защитного и лечебного действия. Тиабендазол образует защитный слой на обработанной поверхности, используется на овощных, плодовых и зерновых культурах. Не совместим с купратами и окисляющими агентами, такими как хлораты и нитраты.

Гигиенические нормативы для Тиабендазола в семенах и масле рапса в России не установлены.

## **2. Методика определения Тиабендазола в семенах и масле рапса методом ВЭЖХ**

### **2.1. Основные положения**

#### *2.1.1. Принцип метода*

Методика основана на определении Тиабендазола методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой на колонке с силикагелем.

#### *2.1.2. 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

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_p$ , %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), $\sigma_{Rb}$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta$ , %
Семена рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	5	12	14	24
Масло рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	6	7	8	16

\* Соответствует расширенной неопределенности  $U_{отн}$  при коэффициенте охвата  $k = 2$ .

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

Таблица 2

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Семена рапса	0,01	0,01—0,1	89,4	2,7	5,3
Масло рапса	0,01	0,01—0,1	89,8	1,1	2,3

## 2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения Тиабендазола достигается сочетанием условий подготовки проб и хроматографического анализа.

**2.2. Реактивы и материалы**

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ, сорт 1 или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Изопропиловый спирт	ТУ 2632-015-11291058—95
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М водный раствор	ГОСТ 6552—80
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий двууглекислый	ГОСТ 83—79
Натрий серноокислый безводный, ч, свежепро- каленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил: 0,005 М раствор $H_3PO_4$ (40 : 60, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0,040—0,063 mm) («Merck», Германия)	
Стекловата	
Тиабендазол, аналитический стандарт с содер- жанием д.в. 99,8 % (Cheminova)	
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – ацетон (80 : 20, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – ацетон (15 : 85, по объему)	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже ука-  
занных.

**2.3. Приборы и посуда**

Жидкостный хроматограф «Альянс»  
фирмы «Waters» с УФ-детектором  
(Waters 2487) с дегазатором и автоматическим  
пробоотборником или аналогичный  
Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4,6) мм, 3 мкм  
(Waters, USA) или аналогичная



Ванна ультразвуковая УЗВ-1,3, или аналогичная	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15-98
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Мельница лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Ротационный испаритель вакуумный Buchi R-205 или аналогичный	
Бидистиллятор	
pH-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-250 и 500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные на 50, 100, 500 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 22292—74
Колонки стеклянные (25 × 1) см	

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками не ниже указанных.

#### **2.4. Отбор проб**

Отбор проб семян рапса производится в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 2 месяцев.

#### **2.5. Подготовка к определению**

##### **2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей**

Перед началом работы проверяют чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 см<sup>3</sup> растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объёма 1,0 см<sup>3</sup> и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

### 2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Spherisorb Phenyl) кондиционируют в потоке подвижной фазы ( $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

### 2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 0,005 М раствора ортофосфорной кислоты 0,5 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом  $1 \text{ дм}^3$ , растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 800 мл н-гексана и 200 мл ацетона. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 150 мл н-гексана и 850 мл ацетона.

#### *Приготовление стандартного и градуировочных растворов:*

Берут точную навеску Тиабендазола (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией  $1,0 \text{ мг}/\text{см}^3$ ).

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 и  $2,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$  готовят методом последовательного разбавления по объёму, используя раствор подвижной фазы [смесь ацетонитрил – 0,005 М  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (40 : 60, по объёму)]. Стандартный и градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца.

Для внесения в контрольный образец при определении полноты извлечения используют стандартный раствор, разбавленный ацетонитрилом до нужного уровня концентраций методом последовательного разбавления. Растворы для внесения в масло готовят из стандартного раствора с концентрацией  $0,5 \text{ мг}/\text{см}^3$  методом последовательного разбавления по объёму изопропиловым спиртом.

### 2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация Тиабендазола в растворе) в хроматограф вводят по  $20 \text{ мм}^3$  градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации Тиабендазола в градуировочном растворе ( $\text{мкг}/\text{см}^3$ ).

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

$$\frac{|K_{\text{контр}} - K|}{K} \cdot 100 \leq \lambda_{\text{контр}}, \text{ где}$$

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

#### 2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см<sup>3</sup> смеси гексан–ацетон (80 : 20, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 см<sup>3</sup> элюента № 2 и 30 см<sup>3</sup> элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

#### 2.5.6. Проверка хроматографического поведения Тиабендазола на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см<sup>3</sup> отбирают 0,1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Тиабендазола с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup>. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40 °С), остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см<sup>3</sup> элюента № 1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см<sup>3</sup> элюента № 1, которые отбрасывают, затем 100 см<sup>3</sup> элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см<sup>3</sup> каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3) и анализируют на содержание Тиабендазола (п. 2.6.3).

Фракции, содержащие Тиабендазол, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3). Рассчитывают содержание Тиабендазола в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

**Примечание:** параметры удерживания Тиабендазола и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

### 2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

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

## 2.6. Проведение определения

### 2.6.1. Извлечение Тиабендазола из проб семян и масла рапса

Навеску измельченных семян массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и экстрагируют Тиабендазол 40 см<sup>3</sup> ацетонитрила на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды порциями по 30 см<sup>3</sup>.

Навеску масла массой 20 г помещают в делительную воронку емкостью 250 см<sup>3</sup> и экстрагируют Тиабендазол трижды ацетонитрилом порциями по 30 см<sup>3</sup>, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний органический слой.

Объединенные экстракты семян или масла промывают гексаном в делительных воронках дважды по 25 см<sup>3</sup>, встряхивая смесь каждый раз в течение 1—2 мин и собирая нижний органический слой.

После этого экстракты выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстрактов проводят на колонке с силикагелем по п. 2.6.2.

*Внимание!* Отделение ацетонитрильного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

### 2.6.2. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.1 экстрактов растительных материалов, количественно переносят двумя порциями смеси гексан—ацетон (80 : 20, по объему) по 5 см<sup>3</sup> каждая в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5). Промывают колонку 50 см<sup>3</sup> элюента № 1, который отбрасывают. Тиабендазол элюируют 80 см<sup>3</sup> элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 см<sup>3</sup>. Раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мм<sup>3</sup> раствора вводят в жидкостный хроматограф.

### 2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2 487), снабженный дегазатором, автоматическим проботоборником и термостатом колонки.

Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4.6) мм, 3 мкм (Waters, USA).

Температура колонки 30 ± 1 °С.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил: 0,005 М раствор H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (40 : 60, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 300 нм.

Объем вводимой пробы 20 мм<sup>3</sup>.

Линейный диапазон детектирования 0,1—2,00 мкг/мл.

### 2.6.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание Тиабендазола в образцах семян или масла (X, мкг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \times C \times V}{S_1 \times P}, \text{ где}$$

$S_1$  — площадь пика Тиабендазола в стандартном растворе, мм<sup>2</sup> (мв · сек);

$S_2$  — площадь пика Тиабендазола в анализируемой пробе, мм<sup>2</sup> (мв · сек);

$V$  — объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см<sup>3</sup>;

$P$  — навеска анализируемого образца, г;

$C$  — концентрация стандартного раствора Тиабендазола, мкг/см<sup>3</sup>;

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Тиабендазола 2 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

### 3. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

$X_1, X_2$  – 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.

#### 4. 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;

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

$\delta$  – 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 Тиабендазола в рапсе).

#### 5. 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».

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

5.2. 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:

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг; где

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

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

Результат контроля процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

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

$X$ ,  $X'$ ,  $C_\delta$  – 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:

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

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.

5.3. 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), %.

## **6. Требования безопасности**

6.1. 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 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 1.2.2701—10 и ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

## **7. Требования к квалификации оператора**

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 5.

## **8. Разработчики**

Цибульская И. А., Черменская Т. Д., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург).

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.686) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.09107).



**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