Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде и кофе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3418—17

Издание официальное

Москва • 2017

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде и кофе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3418—17

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде и кофе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—26 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (А. В. Довгилевич, Е. В. Довгилевич, Е. Н. Тестова, Ю. Н. Савушкин, Н. В. Устименко).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 декабря 2016 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 14 февраля 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

© Роспотребнадзор, 2017

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
14 февраля 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде и кофе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3418—17

Свидетельство о метрологической аттестации МВИ № РОСС RU. 0001.310430/0254.12.02.2016 от 12.02.2016.

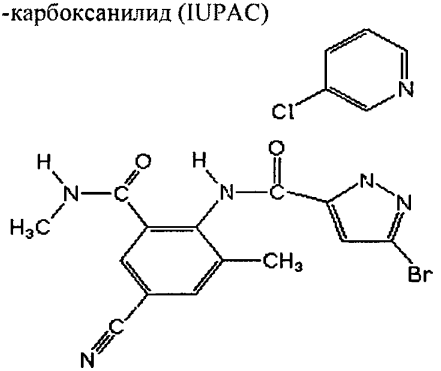
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием для определения уровня остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточко-

вых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде в диапазоне 0,01—0,1 мг/кг, а также в кофе в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Циантранилипрол

3-бромо-1-(3-хлоро-2-пиридил)-4′-циано-2′-метил-6′-(метилкарбомоил)пиразол-5-карбоксанилид (IUPAC)



Эмпирическая формула: $C_{19}H_{14}BrClN_6O_2$.

Молекулярная масса: 473,72.

Агрегатное состояние: порошок.

Цвет, запах: белое кристаллическое вещество без запаха.

Давление паров: $5{,}13 \times 10^{-15}$ Па (при 20 °С).

Коэффициент распределения октанол-вода (20 °С): K_{ow}logP = 1,97 (при pH 4), 2,02 (при pH 7) и 1,74 (при pH 9).

Температура плавления: 224 °С.

Растворимость в воде, мг/дм^3 (20 °С): 17,43 при pH 4, 12,33 при pH 7 и 5,94 при pH 9.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): ацетон – 6,54; ацетонитрил – 2,45; н-гексан – $6{,}7 \times 10^{-5}$; дихлорметан – 5,05; метанол – 4,73; н-октанол – 0,79; этилацетат – 1,96.

В водных растворах период полураспада цианранилипрола (DT_{50}) при 25 °С составляет 212 дней (pH 4), 30,3 дня (pH 7) и 0,85 дня (pH 9).

Краткая токсикологическая характеристика. Циантранилипрол относится к мало опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс и мышей составляет более 5 000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ для крыс и мышей составляет более 2 000 мг/кг) токсичности, но к умеренно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 ч) – более 5 200 мг/м^3 воздуха). Не вызывает раздражения кожи и глаз у кроликов. Не является мутагеном и канцерогеном. Не является тератогеном и эмбриотоксином для крыс и кроликов, не обладает репродуктивной токсичностью.

Область применения. Циантранилипрол – инсектицид системно-контактного действия, воздействующий на нервную систему насекомых. Усиливает высвобождение кальция из арсеналов путем активации ринидиновых рецепторов. Исчерпание кальциевых арсеналов приводит к ингибированию сокращения мышц. Рекомендуется к применению для борьбы с грызущими и сосущими насекомыми на капусте, луке, томатах.

В России установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД – 2,0 мг/кг массы тела человека; ОДК в почве – 0,4 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,1 мг/дм^3; ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1,3 мг/м^3; ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,002 мг/м^3; МДУ в продукции (мг/кг): томаты – 0,5; лук – 0,2; капуста – 0,3.

МДУ в импортируемой продукции (мг/кг): кукуруза (зерно) – 0,01, цитрусовые – 0,9; кофе – 0,5; огурцы – 0,3; кабачки – 0,4; баклажаны, перец – 0,5; сельдерей, шпинат – 15,0; рапс (зерно, масло), подсолнечник (семена, масло) – 1,5; плодовые семечковые – 0,8; рис – 0,03; картофель – 0,05; плодовые косточковые (абрикос, нектарин, слива и др.) – 1,5; миндаль – 0,03; виноград – 1,5.

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.

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

Таблица 1

Метрологические параметры для циантранилипрола

Анализируемый объект		Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности) ±δ, %, $P = 0.95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Цитрусовые культуры (апельсины)		0.01—0.1 вкл.	50	9	24	34
Плодовые семечковые культуры (яблоки)		0.01—0,1 вкл.	50	4	11	15
Плодовые косточковые культуры	Нектарины	0,01—0,1 вкл.	50	6	17	24
	Абрикосы			7	20	29
	Черешня			7	21	29
Плодовые овощные культуры	Перец	0.01—0.1 вкл.	50	5	13	19
	Кабачки			4	10	14
	Баклажаны			5	13	19
Стеблевые овощные культуры (сельдерей)		0,01—0,1 вкл.	50	8	22	31
Листовые овощные культуры (шпинат)		0,01—0.1 вкл.	50	4	10	14
Клубнеплоды (картофель)		0.01—0,1 вкл.	50	5	15	21
Орехи (миндаль)		0,01—0,1 вкл.	50	5	15	21
Зерновые культуры и продукты переработки зерна (зерно риса)		0.01—0,1 вкл.	50	4	10	14
Виноград		0,01—0.1 вкл.	50	6	15	21
Кофе		0.05—0,1 вкл.	50	4	10	14
		0.2—0.5 вкл.	25	3	8	11

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для циантранилипрола

Анализируемый объект		Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
		предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Цитрусовые культуры (апельсины)		0,01	0,01—0,1	84,49	8,32	3,29
Плодовые семечковые культуры (яблоки)		0,01	0,01—0,1	87,87	3,45	1,42
Плодовые косточковые культуры	Нектарины	0,01	0,01 – 0,1	87,02	5,29	2,16
	Абрикосы			85,96	5,04	2,03
	Черешня			79,34	6,22	2,31
Плодовые овощные культуры	Перец	0,01	0,01 – 0,1	78,11	7,44	2,72
	Кабачки			74,20	3,41	1,18
	Баклажаны			91,76	4,91	2,11
Стеблевые овощные культуры (сельдерей)		0,01	0,01—0,1	81,85	7,53	2,89
Листовые овощные культуры (шпинат)		0,01	0,01—0,1	76,00	5,05	1,80
Клубнеплоды (картофель)		0,01	0,01—0,1	87,05	5,83	2,37
Орехи (миндаль)		0,01	0,01—0,1	88,28	5,54	2,29
Зерновые культуры и продукты переработки зерна (зерно риса)		0,01	0,01—0,1	88,85	6,67	2,77
Виноград		0,01	0,01—0,1	73,71	3,66	1,26
Кофе		0,05	0,05—0,5	74,27	5,31	1,84

2. Метод измерений

Метод основан на определении циантранилипрола с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием тандемного масс-спектрометрического детектора (ВЭЖХ-МС-МС) после его экстракции из образцов с органическим растворителем и очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами.

Идентификация циантранилипрола проводится по времени удерживания, наличию характеристичных ионов в масс-спектрах хромато-

графически выделенного вещества и соотношению интенсивности (площади) пиков, отвечающих характеристичным ионам идентифицируемого компонента и аналитического стандарта на регистрируемых ионных масс-хроматограммах. Концентрацию циантранилипрола определяют по площадям соответствующих хроматографических пиков на ионных масс-хроматограммах по методу абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность метода достигается за счет использования масс-спектрометрического детектора по ионам, характеризующим вещество.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические класса точности – специальный (I) с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г	ГОСТ Р 53228—08
Весы лабораторные общего назначения класса точности – средний (III) с наибольшим пределом взвешивания до 400 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Система высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектором, включающая:	
– модульный жидкостный хроматограф, состоящий из градиентного насоса на два растворителя, позволяющий регулировать поток элюента от 0,001 до 5,0 $см^3$/мин и создавать давление от 0 до 600 бар;	
– вакуумный дегазатор;	
– термостат колонок с двумя независимо нагреваемыми зонами с диапазоном температур от 10 до 80 °С;	
– автоматический дозатор проб с использование виал на 2 $см^3$.	

ВЭЖХ-система соединена с тандемным масс-спектрометрическим детектором типа тройной квадруполь с двумя высокопроизводительными турбомолекулярными насосами,

позволяющим регистрировать отдельные ионы с заданными массами от 5 до 3 000 а.е.м.

Система оснащена компьютерной системой обработки данных, контролирующей работу всего прибора, обеспечивающей сбор и хранение всех масс-хроматограмм в процессе проведения хромато-масс-спектрометрического анализа, обеспечивающей обработку результатов измерений, вывод и расчет масс-хроматограмм и количественный анализ

Цилиндры мерные на 10, 25, 50, 100 и 500 см^3	ГОСТ 1770—74

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Циантранилипрол, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,2 %	CAS 736994-63-1
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	ТУ 6-09-2167—84
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72
n-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Калий марганцовокислый, чда	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, ч	ТУ 6-09-4711—81
Кислота муравьиная, чда	ГОСТ 5848—73
Метилен хлористый, хч	ТУ 2631-019-44493179—98
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий углекислый, кислый, хч	ГОСТ 4201—79
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77

Примечание. Допускается использование реактивов с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Банки полипропиленовые с крышками для экстракции вместимостью 250 см^3

Ванна ультразвуковая с потребляемой мощностью 140 Вт, рабочей частотой 50 Гц, рабочим объемом 4,5 $дм^3$	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Виалы объемом 2 $см^3$, закрываемые завинчивающейся или запрессовывающейся крышкой с тефлонированной резиновой прокладкой, прокалываемой микрошприцем для автоматического дозатора проб	
Воронки делительные на 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные стеклянные	ГОСТ 25336—82
Испаритель ротационный вакуумный с ручным подъемником, с диагональным конденсором и объемом испарительной колбы от 50 до 3 000 $см^3$, с изменяемой скоростью вращения штока испарителя от 5 до 240 об./мин, с водяной баней с антикоррозионным покрытием объемом 5 $дм^3$ и с диапазоном температур от 20 до 100 °С	
Колбы конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 250 и 4 000 $см^3$ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая стальная длиной 100 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зерненнем 3,5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	
Миксер ручной погружной, мощностью 260 Вт и с максимальной скоростью вращения от 2 000 до 12 500 об./мин	
Насос диафрагменный, химически стойкий на 100 %, с мощностью электропривода 245 Вт, предельным вакуумом 100 мбар/абс, с избыточным давлением 1 бар и скоростью откачки 34 $дм^3$/мин	
Предколонка хроматографическая стальная, длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	

Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—500 см^3	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 см^3 и приемной конической колбой объемом 1 000 см^3	
Фильтры обеззоленные нейтральные, быстро фильтрующие диаметром 11 см, зольность одного фильтра 0,00072 г	ТУ-6-09-1678—95

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 ГОСТу 12.1.007—76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТу 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТу 12.4.009—83. 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». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТу 12.0.004—91.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе с тандемным масс-спектрометрическим детектированием, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 % и нормальном атмосферном давлении; выполнение измерений на жидкостном хроматографе с тандемным масс-спектромет-

рическим детектором проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению определений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики.

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 ч. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С, отбрасывают.

7.1.2. Очистка ацетона

Ацетон, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 ч. Затем ацетон сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей, прибавляют туда марганцовокислый калий из расчета 100 мг/дм^3. Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С, отбрасывают.

7.1.3. Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней марганцовокислый калий из расчета 1 г/дм^3 и кипятят в течение 6 ч.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С, отбрасывают.

7.1.4. Очистка хлористого метилена

Хлористый метилен промывают равным объемом 5%-го раствора натрия углекислого (безводного), осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 12—24 ч. Затем хлористый

метилен сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ аппарата для перегонки растворителей. Хлористый метилен перегоняют при температуре 40,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 40,0 °С, отбрасывают.

7.1.5. Очистка гексана

Гексан, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 $г/дм^3$. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 ч. Затем гексан сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ аппарата для перегонки растворителей.

Гексан перегоняют при температуре 68,7 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 68,7 °С, отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление рабочих растворов

7.2.1.1. Приготовление 0,1%-го водного раствора муравьиной кислоты. В мерную колбу объемом 1 $дм^3$ помещают 500 $см^3$ бидистиллированной воды, прибавляют 1,0 $см^3$ муравьиной кислоты, перемешивают, объем доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор используется как компонент подвижной фазы.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией циантранилипрола 1,0 мг/$см^3$. Взвешивают 50 мг циантранилипрола в мерной колбе объемом 50 $см^3$. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией циантранилипрола 10,0 мкг/$см^3$. Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 2 используется для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 2 месяцев.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией циантранилипрола 1,0 мкг/$см^3$. Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 10 $см^3$ и доводят объем до

метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 3 используется для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор хранят в холодильнике не более 2 месяцев.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией циантранилипрола 0,1 мкг/см^3. Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 4 используется для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 4 хранят в холодильнике не более 7 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией циантранилипрола 0,05 мкг/см^3. Из стандартного раствора № 4 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 5 хранят в холодильнике не более 7 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией циантранилипрола 0,02 мкг/см^3. Из стандартного раствора № 4 отбирают пипеткой 2 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 6 хранят в холодильнике не более 7 суток.

7.2.2.7. Стандартный раствор № 7 с концентрацией циантранилипрола 0,01 мкг/см^3. Из стандартного раствора № 4 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 7 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 7 хранят в холодильнике не более 7 суток.

7.2.2.8. Стандартные растворы циантранилипрола в ацетонитриле с концентрациями 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см^3 для внесения в образцы. Из стандартного раствора № 2 методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см^3 и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы. Стандартные растворы для внесения хранят в холодильнике не более 2 месяцев.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую отклик целевого иона (*Response*) от концентрации циантранилипрола в растворе

(мкг/см^3), устанавливают путем определения соотношения интенсивности (площади) пиков, отвечающих характеристичным ионам идентифицируемого компонента и аналитического стандарта на регистрируемых ионных масс-хроматограммах по 4 растворам для градуировки с концентрацией 0,1; 0,05; 0,02 и 0,01 мкг/см^3.

В инжектор хроматографа вводят по 5 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.4. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Хроматографическую колонку с предколонкой устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С и скорости потока подвижной фазы 0,3 см^3/мин 3—4 ч.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб проводится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051—79 от 21.08.79, а также в соответствии с ГОСТами: цитрусовые культуры: ГОСТ Р 53596—09 «Плоды цитрусовых культур для употребления в свежем виде. Технические условия», ГОСТ 4427—82 «Апельсины. Технические условия»; плодовые семечковые культуры: ГОСТ 16270—70 «Яблоки свежие ранних сроков созревания. Технические условия», ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки», ГОСТ 21713—76 «Груши свежие поздних сроков созревания. Технические условия», ГОСТ 21714—76 «Груши свежие ранних сроков созревания. Технические условия»; плодовые косточковые культуры: ГОСТ 32787—14 «Абрикосы свежие. Технические условия», ГОСТ Р 54702—11 «Персики и нектарины свежие. Технические условия», ГОСТ Р 55643—13 «Вишня свежая. Технические условия», ГОСТ 21922—76 «Черешня свежая. Технические условия», ГОСТ 32286—16 «Слива и алыча крупноплодная свежие. Технические условия»; плодовые овощные культуры: ГОСТ 7177—80 «Арбузы продовольственные свежие. Технические условия», ГОСТ 7178—85 «Дыни свежие. Технические условия», ГОСТ Р 55885—13 «Перец сладкий свежий. Технические условия», ГОСТ 31822—12 «Кабачки свежие, реализуемые в розничной торговле. Технические условия», ГОСТ 31821—12 «Баклажаны свежие, реализуемые в розничной торговле. Технические условия»; стеблевые овощные культуры: ГОСТ 31854—12

«Лук порей свежий, реализуемый в розничной торговле. Технические условия», ГОСТ Р 55644—13 «Сельдерей свежий, реализуемый в розничной торговле. Технические условия»; листовые овощные культуры: ГОСТ Р 55650—13 «Овощи листовые свежие. Технические условия», ГОСТ 32883—14 «Зеленные культуры овощные свежие для промышленной переработки. Технические условия»; клубнеплоды: ГОСТ 7176—85 «Картофель свежий продовольственный, заготовляемый и поставляемый. Технические условия», ГОСТ Р 51808—13 «Картофель продовольственный. Технические условия», ГОСТ 26832—86 «Картофель свежий для переработки на продукты питания. ТУ»; орехи ГОСТ 32857—14 «Ядра миндаля сладкого. Технические условия», ГОСТ 31784—12 «Арахис. Технические условия», ГОСТ 16832—71 «Орехи грецкие. Технические условия»; зерновые культуры и продукты переработки зерна: ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ Р ИСО 24333—11 «Зерно и продукты его переработки. Отбор проб»; ГОСТ 32786—14 «Виноград свежий столовый. Технические условия»; ГОСТ Р 52088—03 «Кофе натуральный жареный. Общие технические условия».

Отобранные пробы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре –18 °С.

9. Выполнение определения

9.1. Яблоки, мякоть апельсинов, нектарины, черешня, абрикосы, баклажаны, кабачки, перец, сельдерей и шпинат

9.1.1. Экстракция и очистка полученного экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Образец измельченных яблок, мякоти апельсинов, нектаринов, черешни, абрикосов, баклажан, кабачков, перца, сельдерея или шпината массой 10 г помещают в стеклянный стакан объемом 500 см^3, прибавляют 100 см^3 ацетонитрила и перемешивают 1 мин с помощью погружного миксера. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см^3 с 5 г хлорида натрия через фильтр низкой плотности, перемешивают и выдерживают 5 мин.

Затем объединенный экстракт переносят в делительную воронку объемом 250 см^3 (нерастворившуюся соль оставляют в колбе) и после разделения фаз нижний водный слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт в делительной воронке промывают двумя порциями гексана

объемом по 50 см^3, каждый раз интенсивно встряхивая воронку по 2 мин. После полного разделения фаз отбрасывают выделившийся нижний водный слой и верхний гексановый слой. Ацетонитрильный экстракт переносят в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия, осушитель в колбе промывают 10 см^3 ацетонитрила, объединяют с основным экстрактом и упаривают досуха при температуре не выше 40 °С.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.1.1, прибавляют 3 см^3 ацетона, обмывают стенки концентратора, затем прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Экстракт в делительной воронке промывают двумя порциями гексана объемом по 30 см^3, интенсивно встряхивая делительную воронку каждый раз по 2 мин. После полного разделения фаз отбрасывают верхний гексановый слой, нижний водный слой возвращают в делительную воронку.

Циантранилипрол экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 30 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз по 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток растворяют в 10 см^3 ацетонитрила и 5 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.2. Клубни картофеля

9.2.1. Экстракция

Образец измельченных клубней картофеля массой 10 г помещают в стеклянный стакан объемом 500 см^3, прибавляют 100 см^3 ацетона и перемешивают 1 мин с помощью погружного миксера. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 см^3 через фильтр низкой плотности, перемешивают и выпаривают досуха при температуре не выше 40 °С.

Далее проводят очистку экстракта как указано в п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей».

Сухой остаток, полученный после очистки, растворяют в 10 см^3 ацетонитрила и 5 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.3. Ягоды винограда, зерно риса и ядра миндаля

9.3.1. Экстракция

Образец измельченных ягод винограда, зерна риса или миндаля массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Ацетонитрильный экстракт фильтруют через фильтр низкой плотности в плоскодонную колбу объемом 250 $см^3$ с 10 г сухого хлористого натрия. Экстракцию повторяют двумя порциями ацетонитрила объемом по 50 $см^3$ в тех же условиях. Ацетонитрильные экстракты объединяют в колбе объемом 250 $см^3$ с 10 г сухого хлористого натрия, перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 5 мин.

Затем объединенный экстракт переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$ (нерастворившуюся соль оставляют в колбе) и после разделения фаз нижний водный слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт в делительной воронке промывают двумя порциями гексана объемом по 50 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая воронку по 2 мин. После полного разделения фаз отбрасывают выделившийся нижний водный слой и верхний гексановый слой. Ацетонитрильный экстракт переносят в концентратор объемом 250 $см^3$ через слой безводного сульфата натрия, осушитель в колбе промывают 10 $см^3$ ацетонитрила, объединяют с основным экстрактом и упаривают досуха при температуре не выше 40 °С.

Далее проводят очистку экстракта как указано в п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей».

Сухой остаток, полученный после очистки, растворяют в 10 $см^3$ ацетонитрила и 5 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.4. Кофе

9.4.1. Экстракция

Образец измельченных зерен кофе массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. Ацетонитрильный экстракт фильтруют через бумажный фильтр низкой плотности в концентратор объемом 250 $см^3$. Экстракцию повторяют двумя порциями ацетонитрила объемом по 50 $см^3$ в тех же условиях. Ацетонитрильные экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$ и упаривают досуха при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток растворяют в 50 $см^3$ ацетонитрила (методом последовательного разведения) и 5 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.5. Условия хроматографирования и масс-спектрометрирования

Система высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектором, включающая:

– модульный жидкостный хроматограф, состоящий из градиентного насоса на два растворителя, позволяющий регулировать поток элюента от 0,001 до 5,0 $см^3$/мин и создавать давление от 0 до 600 бар;

– вакуумный дегазатор;

– термостат колонок с двумя независимо нагреваемыми зонами с диапазоном температур от 10 до 80 °С;

– автоматический дозатор проб с использованием виал на 2 $см^3$.

ВЭЖХ-система соединена с тандемным масс-спектрометрическим детектором типа тройной квадруполь с двумя высокопроизводительными турбомолекулярными насосами, позволяющим регистрировать отдельные ионы с заданными массами от 5 до 3 000 а.е.м.

Система оснащена компьютерной системой обработки данных, контролирующей работу всего прибора, обеспечивающей сбор и хранение всех масс-хроматограмм в процессе проведения хромато-масс-спектрометрического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчет масс-хроматограмм и количественный анализ.

Режим хроматографа

Колонка хроматографическая стальная длиной 100 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 3,5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Предколонка хроматографическая стальная длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил–0,1%-й водный раствор муравьиной кислоты (% по объему) в градиентном режиме.

Градиент потока элюента: до 1 мин – 5 : 95; к 2-й мин – 30 : 70; к 3-й мин – 95 : 5; к 8-й мин – 95 : 5; к 12-й мин – 5 : 95; к 15-й мин – 5 : 95.

Скорость потока элюента: 0,3 $см^3$/мин.

Длина волны: 265 нм.

Объем вводимой пробы: 5 $мм^3$.

Режим масс-спектрометра

Газ-осушитель – азот с температурой 320 °С, расход 10 $м^3$/мин.

Расход газа периферийного слоя 11 м^3/мин с температурой 250 °С.

Давление в распылителе 30 *psi*.

Напряжение ионизации 3 500 В.

Метод ионизации – электроспрей.

Режим ионизации – положительная.

Режим сканирования – мониторинг множественных реакций (MRM) с двумя MRM-переходами: 475→286 – переход количественного определения, энергия соударения 15 В; 475→444 – подтверждающий переход, энергия соударения 10 В. Энергия фрагментации 100 В, время сканирования 50 мс.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор циантранилипрола с концентрацией 0,1 мкг/см^3, соответственно разбавляют.

10. Обработка результатов

Для обработки результатов хроматографического анализа используется компьютерное программное обеспечение химического анализа, которое входит в хроматографическую систему.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание циантранилипрола в пробах рассчитывают по формуле, без учета полноты извлечения вещества из проб:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \cdot P, \text{ где}$$

X – содержание циантранилипрола в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

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

m – масса анализируемого образца, г (см^3);

P – содержание циантранилипрола в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8 \times \sigma_r$.

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

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

«*содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг*»*.

* 0,01 мг/кг – предел обнаружения.

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений, а также контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики для циантранилипрола проводят при смене основного градуировочного раствора № 1 каждые шесть месяцев, при смене основных градуировочных растворов № 2 и 3 – каждые два месяца, при смене основных градуировочных растворов 4, 5, 6 и 7 – каждые 7 дней, а также в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов концентраций для градуировки, содержание циантранилипрола в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,01 до 0,1 мкг/см^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C} \leq 5{,}45 \text{, где}$$

X – концентрация циантранилипрола контрольного измерения, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора циантранилипрола в ацетонитриле, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

5,45 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (A) превышает 5,45 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов циантранилипрола, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики определяют ее заново согласно п. 7.3.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д \text{, где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

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

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (R):

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

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

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Приложение 1

Полнота извлечения циантранилипрола из цитрусовых (апельсины, грейпфруты), плодовых семечковых (яблоки, груши), плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), листовых овощных культур (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), из клубнеплодов (картофель), орехов (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), из зерновых культур и продуктов переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), из винограда и кофе
(5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено циантранилипрола, мг/кг	Обнаружено циантранилипрола, мг/кг	Полнота определения, %
1	2	3	4
Апельсины	0.01	0,0075 ± 0,0003	75,0
	0,02	0,0180 ± 0,0007	89,8
	0,05	0,0435 ± 0,0047	87,0
	0,10	0,0862 ± 0.0034	86,2
Яблоки	0,01	0,0090 ± 0.0004	90.0
	0,02	0,0176 ± 0.0008	87.9
	0.05	0.0429 ± 0.0015	85.7
	0.10	0.0879 ± 0,0025	87,9
Нектарины	0,01	0,0083 ± 0,0004	82,6
	0,02	0,0172 ± 0,0013	85,9
	0,05	0,0458 ± 0,0013	91,5
	0,10	0,0881 ± 0.0023	88,1
Черешня	0,01	0,0083 ± 0.0008	83,2
	0,02	0,0154 ± 0.0014	77.2
	0.05	0.0395 ± 0.0024	78.9
	0.10	0.0780 ± 0.0029	78,0

Продолжение прилож. 1

1	2	3	4
Абрикосы	0,01	0,0084 ± 0.0004	83,8
	0,02	0,0176 ± 0.0012	87.9
	0,05	0,0434 ± 0.0039	86.8
	0.10	0.0853 ± 0,0028	85.3
Перец	0.01	0.0082 ± 0,0005	81.6
	0.02	0.0169 ± 0,0009	84,3
	0,05	0.0363 ± 0,0011	72,5
	0,10	0,0740 ± 0,0030	74,0
Кабачки	0,01	0,0077 ± 0.0003	76,6
	0,02	0,0147 ± 0.0005	73.7
	0,05	0,0368 ± 0.0016	73.6
	0,10	0,0728 ± 0.0018	72.8
Баклажаны	0.01	0.0086 ± 0,0005	86,4
	0.02	0.0184 ± 0,0006	91,8
	0,05	0.0470 ± 0,0021	93,9
	0,10	0.0949 ± 0,0033	94,9
Сельдерей	0,01	0,0083 ± 0.0007	82,6
	0,02	0,0165 ± 0.0023	82.3
	0,05	0,0410 ± 0.0038	81.9
	0,10	0,0806 ± 0.0066	80.6
Шпинат	0.01	0.0073 ± 0,0003	73.2
	0.02	0.0156 ± 0,0007	78,1
	0,05	0,0399 ± 0,0017	79,8
	0,10	0.0729 ± 0,0021	72,9
Картофель	0,01	0,0082 ± 0.0006	81.6
	0,02	0,0176 ± 0.0009	88.0
	0,05	0,0463 ± 0.0015	92.7
	0,10	0,0859 ± 0.0031	85.9
Миндаль	0.01	0.0083 ± 0,0003	83,2
	0.02	0.0180 ± 0,0012	90,0
	0,05	0.0452 ± 0,0030	90,5
	0,10	0,0894 ± 0,0052	89,4

Продолжение прилож. 1

1	2	3	4
Зерно риса	0,01	0,0091 ± 0,0004	91,4
	0,02	0,0186 ± 0,0008	93,1
	0,05	0,0400 ± 0,0018	79,9
	0,10	0,0910 ± 0,0018	91,0
Виноград	0,01	0,0075 ± 0,0005	74,8
	0,02	0,0146 ± 0,0007	73,0
	0,05	0,0372 ± 0,0014	74,3
	0,10	0,0727 ± 0,0013	72,7
Кофе	0,05	0,0359 ± 0,0013	71,8
	0,10	0,0731 ± 0,0032	73,1
	0,20	0,1600 ± 0,0058	80,0
	0,50	0,3608 ± 0,0084	72,2

Определение остаточных количеств циантранилипрола в цитрусовых (апельсины, грейпфруты), в плодовых семечковых (яблоки, груши), в плодовых косточковых (нектарины, персики, абрикосы, вишня, черешня, слива), в плодовых овощных (арбуз, дыня, перец, кабачки, баклажаны), в стеблевых овощных (лук-порей, сельдерей), в листовых овощных культурах (салат листовой, шпинат, цикорий салатный, горчица салатная), в клубнеплодах (картофель), в орехах (грецкий орех, миндаль, арахис, пекан), в зерновых культурах и продуктах переработки зерна (зерно риса, кукуруза зерновая лопающаяся и сахарная), в винограде и кофе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Методические указания
МУК 4.1.3418—17

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 09.10.17

Формат 60x84/16 Печ. л. 1.75
Тираж 125 экз. Заказ

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
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru