Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Многоостаточное определение пестицидов различной химической природы в продукции растениеводства

Методические указания
МУК 4.1.3351—16

Издание официальное

Москва • 2016

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Многоостаточное определение пестицидов различной химической природы в продукции растениеводства

Методические указания
МУК 4.1.3351—16

ББК 51.23
М73

М73 **Многоостаточное** определение пестицидов различной химической природы в продукции растениеводства: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—42 с.

ISBN 978—5—7508—1517—3

1. Разработаны ФБУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана» Роспотребнадзора (В. Н. Ракитский, Т. В. Юдина, Н. Е. Федорова, В. Н. Волкова, М. В. Ларькина, М. В. Егорова, Л. В. Горячева, О. Е. Егорченкова, С. К. Рогачева, Л. П. Мухина, В. М. Волков, Ж. А. Чистова), ФБУЗ «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Роспотребнадзора (О. С. Литвинова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 17 декабря 2015 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 10 марта 2016 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1517—3

© Роспотребнадзор, 2016
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
10 марта 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Многоостаточное определение пестицидов различной химической природы в продукции растениеводства

Методические указания МУК 4.1.3351—16

Свидетельство об аттестации № РОСС RU.0001.310430/245.26.10.15.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения методов высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с тройным квадрупольным масс-детектором для определения массовых концентраций ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила, а также и газожидкостной хроматографии с масс-селективным детектором для определения массовых концентраций тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадимефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена в продукции растениеводства (плодовые семечковые, плодовые косточковые, виноград, картофель, морковь, огурцы, свекла, томаты) в диапазоне 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Характеристика веществ, основные физико-химические свойства представлены в табл. 1.

Таблица 1

Характеристика веществ, основные физико-химические свойства

Вещество, химическое наименование	Брутто-формула, молекулярная масса	Температура плавления, °С	Растворимость в воде, г/дм^3 (20—25 °С)	Коэффициент распределения *н*-октанол-вода ($\log K_{ow}$)
1	2	3	4	5
Ацетамиприд (*E*)-N^1-[(6-хлор-3-пиридил)метил]-N^2-циано-N^1-метилацетамиприд	$C_{10}H_{11}ClN_4$ 222,7	98,9	4,25	0,80 (pH 7)
Имидаклоприд (*E*)-1-(6-хлор-3-пиридилметил)-*N*-нитроимидазолидин-2-илиденамин	$C_9H_{10}ClN_5O_2$ 255,7	144	0,61	0,57 (pH 7)
Карбендазим метил бензимидазол-2-илкарбамат	$C_9H_9N_3O_2$ 191,20	302—307	29 (pH 4), 8 (pH 7), 7 (pH 8)	1,48 (pH 7)
Клотианидин (*E*)-1-(2-хлор-1,3-тиазол-5-ил-метил)-3-метил-2-нитрогуанидин	$C_6H_8ClN_5O_2S$ 249,7	176,8	0,327	0,7 (pH 7)
Крезоксим-метил (*E*)-метил-2-метоксиимино[α-(о-толилокси)-метил-фенил]ацетат	$C_{18}H_{19}NO_4$ 313,4	97,2—101,7	0,002	3,4 (pH 7)
Пенконазол (*RS*)-1-(2,4-дихло-β-пропилфенилэтил)-1*H*-1,2,4-триазол	$C_{13}H_{15}Cl_2N_3$ 284,18	60,3	0,073	3,72 (pH 7)
Пираклостробин Метил *N*-{2-[1-(4-хлорфенил)-1*H*-пиразол-3-илоксиметил] фенил}(*N*-метокси) карбамат	$C_{19}H_{18}ClN_3O_4$ 387,8	63,7—65,2	0,0019	3,99 (pH 7)
Пириметанил *N*-(4,6-диметилпиримидин-2-ил)анилин	$C_{12}H_{13}N_3$ 199,3	96,3	0,160 (pH 4,2), 0,121 (pH 6,1), 0,099 (pH 9)	2,84 (pH 7)
Спироксамин 8-*трет*-бутил-1,4-диоксаспиро [4,5]декан-2-ил-метил(этил)(пропил)амин	$C_{18}H_{35}NO_2$ 297,5	темп. кипения 120 °С при 6,7 Па	> 200 (pH 3), 0,340—0,470 (pH 7), 0,010—0,014 (pH 9)	2,79 (pH 7)
Тиабендазол 2-(1,3-тиазол-4-ил) бензимидазол	$C_{10}H_7N_3S$ 201,3	197—198	10,0 (pH 2), 0,16 (pH 4), 0,03 (pH 7—10)	2,39 (pH 7)
Тиаклоприд (*Z*)-3-(6-хлор-3-пиридилметил)-1,3-тиазолидин-2-илиденцианамид	$C_{10}H_9ClN_4S$ 252,7	136	0,185	1,25 (pH 7)

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5
Тиаметоксам 3-[(2-хлор-5-тиазолил)метил]-тетрагидро-5-метил-*N*-нитро-4*H*-1,3,5-оксадиазин-4-имин	$C_8H_{10}ClN_5O_3S$ 291,7	139,1	4,1	0,13 (pH 7)
Фенгексамид *N*-(2,6-*Дихлор*-4-гидроксифенил)-1-метилциклогексанкарбоксамид	$C_{14}H_{17}Cl_2NO_2$ 302,22	153	0,022 (pH 3,9), 0,038 (pH 7)	3,62 (pH 4), 3,51 (pH 7), 2,23 (pH 9)
Цимоксанил 1-(2-циано-2-метоксииминоацетил)-3-этилмочевина	$C_7H_{10}N_4O_3$ 198,2	160—161	0,89	0,59 (pH 5), 0,67 (pH 7)
Тефлутрин 2,3,5,6-тетрафтор-4-метилбензил (*Z*)-(1*RS*,3*RS*)-3-(2-хлор-3,3,3-трифторпроп-1-енил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат	$C_{17}H_{14}ClF_7O_2$ 418,7	44,6	$0,02 \times 10^{-3}$	6,4 (pH 7)
Метрибузин 4-амино-6-*трет*-бутил-4,5-дигидро-3-метилтио-1,2,4-триазин-5-он	$C_8H_{14}N_4OS$ 214,3	125	1,165	44,7 (pH 7)
Фенпропиморф *цис*-4-[(*RS*)-3-(4-*трет*-бутилфенил)-2-метилпропил]-2,6-диметилморфолин	$C_{20}H_{33}NO$ 303,48	44	$4,3 \times 10^{-3}$	4,5 (pH 7, 20 °C)
Триадимефон (*RS*)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-1-(1*H*-1,2,4-триазол-1-ил) бутан-2-он	$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$ 293,8	82,3	0,070	3,18 (pH 7, 20 °C)
Ципродинил 4-циклопропил-6-метил-*N*-фенилпиримидин-2-амин	$C_{14}H_{15}N_3$ 225,29	75,9	0,020 (pH 5), 0,013 (pH 7), 0,015 (pH 9)	4 (pH 7, 20 °C)
Триадименол (1*RS*,2*RS*;1*RS*,2*SR*)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-1-(1*H*-1,2,4-триазол-1-ил)бутан-2-ол	$C_{14}H_{18}ClN_3O_2$ 295,8	110	0,033—0,066	3,2
Флутриафол 3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота	$C_{16}H_{13}F_2N_3O$ 301,29	130	0,95	2,3 (pH 7)
Ципроконазол (2*RS*,3*RS*;2*RS*,3*SR*)-2-(4-хлорфенил)-3-циклопропил-1-(1*H*-1,2,4-триазол-1-ил)бутан-2-ол	$C_{15}H_{18}ClN_3O$ 291,78	106,5	0,93	3,09 (pH 7)
Трифлоксистробин метил (*E*)-метоксиимино-{(*E*)-α-[1-(α,α,α-трифтор-м-толил) этилиденамино-окси]-о-толил} ацетат	$C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$ 408,37	72,9	$0,61 \times 10^{-3}$	4,5 (pH 7)

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5
Дифлюфеникан 2',4'-дифтор-2-(α,α,α-трифтор-м-толилокси)никотинанилид	$C_{19}H_{11}F_5N_2O_2$ 394,29	159,5	$0,05 \times 10^{-3}$	1,54 (pH 7)
Бифентрин 2-метил-3-фенилбензил(1*RS*)-цис-3-(2-хлор-3,3,3-трифторпроп-1-енил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат	$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$ 422,88	69,3	$0,001 \times 10^{-3}$	1,26 (pH 7)
Тебуфенпирад *N*-(4-*трет*-бутилбензил)-4-хлор-3-этил-1-метилпиразол-5-карбоксамид	$C_{18}H_{24}ClN_3O$ 333,8	65	0,002	4,93 (pH 7)
Пирипроксифен 4-феноксифенил (*RS*)-2-(2-пиридилокси) пропиловый эфир	$C_{20}H_{19}NO_3$ 321,37	49	$0,37 \times 10^{-3}$	5,37

1. Метрологические характеристики

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. 2.

Таблица 2

Метрологические параметры

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности, $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, %
1	2	3	4	5	6	7
Плодовые семечковые (яблоки)						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,2	7,2	14	20
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	19

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	19
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,3	7,4	15	21
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,5	4,9	10	14
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,5	11	16
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	19
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6,4	13	18
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,5	7,7	15	21
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,8	16	22
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,8	6,7	13	19
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,5	4,9	10	14
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,5	4,9	10	14
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,1	10	14
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,7	11	16
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,3	11	15
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,5	7,8	16	22
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6,3	13	18
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,3	9	132
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,6	6,5	13	18
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Плодовые косточковые (абрикос)						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,7	9,4	19	26
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	9,0	12,6	25	35
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,4	8,9	18	25
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	10,4	14,5	29	41
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,8	16	22
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,0	8,4	17	24
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,0	8,4	17	24
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,8	11,0	22	31
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,9	9,7	19	27
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,7	10,7	21	30
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,3	10,3	21	29
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	8,3	11,6	23	32
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,3	8,8	18	25
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,2	10,1	20	28
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,4	11	15
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,7	9	13

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,2	4,5	9	13
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,4	6,2	12	17
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6,3	13	18
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	18
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,4	6,1	12	17
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,4	7,5	15	21
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,3	6,0	12	17
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,9	12	16
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,5	11	16
Виноград						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,8	3,9	8	11
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6.3	13	18
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,2	3,1	6	9
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,1	10	14
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,1	8	11
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,0	8	11
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	1,8	2,5	5	7

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,3	3,2	6	9
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,5	3,5	7	10
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,0	9,8	20	27
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,9	8,3	17	23
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,3	6,0	12	17
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,7	11	16
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,0	10	14
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл	50	4,2	5,9	12	16
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,9	6,8	14	19
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,5	11	16
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,4	6,2	12	17
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,1	7,1	14	20
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,8	10	13
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,8	6,7	13	19
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,8	6,7	13	19
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,4	9	12
Картофель						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,1	7,1	14	20
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,5	10,5	21	29

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,8	8,1	16	23
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,4	10,4	21	29
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,8	9,6	19	27
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,8	16	22
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	8,4	11,8	24	33
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,4	9,0	18	25
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,8	9,5	19	27
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,8	12	16
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,5	7,7	15	22
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,3	6,0	12	17
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,5	3,5	7	10
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,8	12	16
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,2	7,2	14	20
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,5	13	18
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,3	8,9	18	25
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6,2	12	17
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,4	6,1	12	17

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,2	10	14
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,7	11	16
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,4	7,5	15	21
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,3	9	12
Морковь						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,6	3,6	7	10
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,8	10	13
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,4	9	12
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,8	4,0	8	11
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,1	8	11
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,3	11	15
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,8	3,9	8	11
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,8	12	12
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,4	7,5	15	21
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,2	4,5	9	13
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,3	6,1	12	17
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,3	9	12
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	19
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,3	11	15
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,1	8	11
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,8	12	16

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,0	4,2	8	12
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,9	12	17
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,2	10	14
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,7	9	13
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,7	3,7	7	10
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,0	10	14
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,1	7,1	14	20
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,5	11	15
Огурцы						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,4	7,6	15	21
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,1	8	12
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,3	6,0	12	17
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	8,3	11,6	23	33
Крезоксимметил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,4	8,9	18	25
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,8	12	16
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,6	9,2	18	26
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	8,4	11,7	23	33
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	18
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,8	8,1	16	23
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,1	10	14
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,8	11,0	22	31
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,5	7,7	15	22
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,9	4,1	8	12
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,6	6,5	13	18
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,3	11	15
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,5	6,3	13	18
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,8	10	13
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,0	8,4	17	24
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,9	6,8	14	19
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	18
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,4	7,5	15	21
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,5	11	15
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,8	12	16
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,4	11	15
Свекла						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,4	4,7	9	13
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,9	9,7	19	27

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,0	9,9	20	28
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл	50	6,2	8,7	17	24
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,2	7,3	15	21
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,9	6,8	14	19
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,0	9,8	20	27
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,8	16	22
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,0	8,4	17	23
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	19
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,0	7,0	14	20
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,2	8,6	17	24
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,3	7,4	15	21
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,1	4,4	9	12
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,1	10	14
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,4	11	15
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,5	4,9	10	14
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,7	7,9	16	22
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,3	11	15

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,7	9	13
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,5	11	15
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,1	10	14
Томаты						
Ацетамиприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,2	10	14
Имидаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,7	5,2	10	14
Карбендазим	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,7	11	16
Клотианидин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,8	12	16
Крезоксим-метил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,7	6,6	13	18
Пенконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,6	9,2	18	26
Пираклостробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,4	3,4	7	10
Пириметанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	6,6	9,2	18	20
Спироксамин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,9	16	22
Тиабендазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,5	10,5	21	29
Тиаклоприд	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,3	4,6	9	13
Тиаметоксам	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,2	5,9	12	17
Фенгексамид	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,3	7,4	15	21
Цимоксанил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,6	7,9	16	22
Тефлутрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	2,6	3,7	7	10
Метрибузин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,9	5,4	11	15

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7
Фенпропиморф	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Триадимефон	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,1	5,8	12	16
Ципродинил	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,0	5,6	11	16
Триадименол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Флутриафол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,8	5,4	11	15
Ципроконазол	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	7,1	9,9	20	28
Трифлоксистробин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	5,1	7,1	14	20
Дифлюфеникан	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,0	4,2	8	12
Бифентрин	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,6	5,1	10	14
Тебуфенпирад	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	4,6	6,4	13	18
Пирипроксифен	от 0,01 до 0,1 вкл.	50	3,2	4,5	9	13

Полнота извлечения веществ, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для всего диапазона измерений ($n = 20$) приведены в табл. 3.

Таблица 3

Полнота извлечения веществ, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

Определяемое вещество	Метрологические параметры, $P = 0,95$; $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	средняя полнота извлечения, %	стандартное отклонение, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
1	2	3	4	5	6
Плодовые семечковые (яблоки)					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	85	4,9	2,56
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	76	6,1	3,17
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	84	4,9	2,56

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	76	4,6	2,38
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	80	3,5	1,85
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	81	5,6	2,93
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	73	2,4	1,25
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	83	5,6	2,90
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	85	4,3	2,22
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	84	4,0	2,10
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	83	6,9	3,59
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	85	6,7	3,48
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	85	8,1	4,24
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	85	6,3	3,28
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	80	2,6	1,36
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	76	3,3	1,70
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	81	3,2	1,66
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	78	4,1	2,12
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	83	3,5	1,81
Триадименол	0,01	0,01—0,1	80	4,0	2,07
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	82	5,4	2,83
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	82	4,21	2,19
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	80	3,83	2,00
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	85	4,0	2,08
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	81	2,9	1,52
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	79	3,6	1,89
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	79	3,0	1,56
Плодовые косточковые (абрикос)					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	87	6,6	3,43
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	83	7,0	3,64
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	82	5,0	2,60
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	79	7,6	3,97
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	80	4,4	2,28
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	91	5,5	2,84
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	82	6,7	3,49
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	83	6,3	3,27
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	87	6,1	3,19
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	82	6,1	3,16
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	84	6,6	3,44

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	91	8,5	4,44
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	84	6,1	3,16
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	83	5,6	2,94
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	85	3,7	2,01
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	79	2,5	1,32
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	82	2,6	1,33
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	81	4,0	2,07
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	85	4,1	2,16
Триадименол	0,01	0,01—0,1	82	4,3	2,24
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	81	4,3	2,22
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	83	4,4	2,29
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	82	4,2	2,19
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	88	4,8	2,53
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	82	3,8	1,99
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	81	3,8	2,00
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	83	3,3	1,73
Виноград					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	91	6,1	3,16
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	81	9,8	5,09
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	89	5,0	2,60
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	88	7,3	3,79
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	87	4,7	2,38
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	89	6,0	3,12
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	77	4,8	2,49
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	83	6,8	3,56
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	95	3,2	1,66
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	94	3,9	2,02
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	85	4,6	2,40
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	88	7,7	4,00
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	86	7,3	3,82
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	84	6,3	3,28
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	86	4,0	2,06
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	81	3,0	1,60
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	82	2,8	1,45
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	80	3,1	1,61
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	83	4,6	2,38

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Триадименол	0,01	0,01—0,1	81	3,2	1,67
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	81	4,3	2,25
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	82	4,0	2,08
Трифлюксистробин	0,01	0,01—0,1	83	4,5	2,34
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	86	4,2	2,20
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	83	4,0	2,09
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	82	4,0	2,10
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	83	2,8	1,47
Картофель					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	93	5,1	2,67
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	86	7,4	3,84
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	91	6,0	3,14
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	80	5,6	2,90
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	76	6,0	3,11
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	94	5,8	3,01
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	85	7,6	3,96
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	85	6,4	3,31
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	92	6,1	3,20
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	90	7,3	3,78
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	92	4,6	2,37
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	95	4,6	2,38
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	93	5,7	2,97
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	93	4,3	2,26
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	92	2,4	1,25
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	87	5,6	2,94
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	87	4,9	2,55
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	86	4,1	2,13
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	89	4,4	2,27
Триадименол	0,01	0,01—0,1	88	6,0	3,11
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	90	4,1	2,14
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	89	3,8	1,96
Трифлюксистробин	0,01	0,01—0,1	91	4,0	2,07
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	92	3,3	1,73
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	90	3,6	1,87
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	86	5,5	2,89
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	88	4,8	2,48

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Морковь					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	102	3,9	2,03
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	99	3,6	1,88
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	99	3,1	1,60
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	96	3,1	1,60
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	93	3,5	1,82
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	98	3,5	1,83
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	98	2,6	1,37
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	97	5,0	2,59
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	96	5,1	2,66
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	99	3,4	1,79
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	102	4,3	2,24
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	100	4,0	2,07
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	97	4,6	2,43
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	99	3,8	1,96
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	92	2,9	1,50
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	89	3,7	1,93
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	90	3,9	2,04
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	89	4,1	2,15
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	92	3,0	1,55
Триадименол	0,01	0,01—0,1	90	6,6	3,45
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	91	3,9	2,05
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	90	3,5	1,82
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	92	3,7	1,95
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	92	2,6	1,36
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	91	3,1	1,59
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	90	4,6	2,41
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	92	3,7	1,93
Огурцы					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	95	5,2	2,71
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	94	4,9	2,57
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	88	6,0	3,13
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	88	7,8	4,07
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	88	5,7	3,00
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	100	9,2	4,78
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	86	8,1	4,21

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	87	7,9	4,11
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	95	4,4	2,29
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	92	5,7	2,95
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	94	6,0	3,14
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	97	3,3	1,71
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	95	8,3	4,31
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	94	5,4	2,79
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	86	3,6	1,87
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	82	3,7	1,95
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	86	4,3	2,25
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	87	3,8	1,96
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	90	3,1	1,59
Триадименол	0,01	0,01—0,1	87	5,7	2,95
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	87	4,3	2,25
ципроконазол	0,01	0,01—0,1	88	4,6	2,42
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	90	4,6	2,41
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	93	3,6	1,87
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	90	3,9	2,03
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	90	3,6	1,89
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	90	3,6	1,89
Свекла					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	96	3,9	2,01
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	88	5,8	3,04
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	86	3,7	1,91
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	84	5,5	2,85
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	83	5,1	2,68
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	95	4,8	2,49
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	87	4,8	2,52
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	85	6,3	3,30
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	91	5,0	2,63
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	91	5,3	2,78
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	96	4,2	2,21
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	96	4,9	2,56
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	93	5,9	3,08
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	94	5,0	2,61
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	92	2,7	1,42

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	88	5,1	2,64
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	92	3,4	1,76
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	92	3,4	1,76
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	92	3,4	1,78
Триадименол	0,01	0,01—0,1	88	5,2	2,72
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	90	3,5	1,80
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	91	3,3	1,73
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	91	3,7	1,90
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	92	3,4	1,80
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	92	2,9	1,49
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	91	3,5	1,83
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	91	3,2	1,69
Томаты					
Ацетамиприд	0,01	0,01—0,1	84	3,0	1,55
Имидаклоприд	0,01	0,01—0,1	76	5,7	2,96
Карбендазим	0,01	0,01—0,1	87	3,6	1,87
Клотианидин	0,01	0,01—0,1	81	3,4	1,77
Крезоксим-метил	0,01	0,01—0,1	82	3,6	1,87
Пенконазол	0,01	0,01—0,1	81	5,4	2,82
Пираклостробин	0,01	0,01—0,1	73	1,7	0,90
Пириметанил	0,01	0,01—0,1	86	6,1	3,16
Спироксамин	0,01	0,01—0,1	85	5,0	2,59
Тиабендазол	0,01	0,01—0,1	86	6,2	3,25
Тиаклоприд	0,01	0,01—0,1	79	2,9	1,53
Тиаметоксам	0,01	0,01—0,1	81	4,5	2,34
Фенгексамид	0,01	0,01—0,1	79	4,6	2,38
Цимоксанил	0,01	0,01—0,1	85	4,7	2,47
Тефлутрин	0,01	0,01—0,1	91	2,5	1,31
Метрибузин	0,01	0,01—0,1	78	3,6	1,85
Фенпропиморф	0,01	0,01—0,1	84	3,6	1,89
Триадимефон	0,01	0,01—0,1	77	3,5	1,83
Ципродинил	0,01	0,01—0,1	87	4,8	2,49
Триадименол	0,01	0,01—0,1	81	4,3	2,22
Флутриафол	0,01	0,01—0,1	80	5,7	2,96
Ципроконазол	0,01	0,01—0,1	85	6,2	3,24
Трифлоксистробин	0,01	0,01—0,1	87	6,0	3,11

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5	6
Дифлюфеникан	0,01	0,01—0,1	91	2,6	1,35
Бифентрин	0,01	0,01—0,1	86	3,8	2,00
Тебуфенпирад	0,01	0,01—0,1	84	4,4	2,26
Пирипроксифен	0,01	0,01—0,1	86	4,1	2,16

2. Метод измерений

Метод основан на определении ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила при совместном присутствии с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращеной фазе с тройным квадрупольным масс-детектором в режиме динамического мультиреакционного мониторинга и тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадимефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена при совместном присутствии с помощью капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с масс-селективным детектором.

Экстракцию веществ из анализируемых проб выполняют ацетонитрилом, содержащим 1 % уксусной кислоты, с использованием смеси солей для экстракции (смесь сульфата магния и хлорида натрия). Очистку экстрактов проводят методом дисперсионной твердофазной экстракции с применением смеси сорбентов на основе амина, октадецилсилана и графитизированной сажи. Предварительное внесение в первичный экстракт толуола перед очисткой с применением твердофазной экстракции позволяет устранить деградацию планарных пестицидов (карбендазим, тиабендазол).

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения каждого вещества в анализируемом объеме пробы – 10 пг (методы ВЭЖХ, ГЖХ).

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с тандемным масс-спектрометрическим детектором: тройной

квадруполь, снабженный автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Газовый хроматограф, снабженный масс-селективным детектором, автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	
Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 5—790 мм рт. ст.	ТУ 2504-1797—75
Весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 110 г и пределом допустимой погрешности ± 0,2 мг	ГОСТ Р 53228—08
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,01 г	ГОСТ Р 53228—08
Микрошприц вместимостью 10 мм^3	
Колбы мерные вместимостью 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Меры массы	ГОСТ OIML R 111-1—09
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003—88
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 250, 500 и 1 000 см^3	ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Аналитический стандартный образец ацетамиприда с содержанием основного компонента 99,9 %
Аналитический стандартный образец имидаклоприда с содержанием основного компонента 98,8 %
Аналитический стандартный образец карбендазима с содержанием основного компонента 98,8 %
Аналитический стандартный образец клотианидина с содержанием основного компонента 99,4 %
Аналитический стандартный образец крезоксим-метила с содержанием основного компонента 98,3 %

Аналитический стандартный образец пенконазола с содержанием основного компонента 99,1 %
Аналитический стандартный образец пираклостробина с содержанием основного компонента 99,1 %
Аналитический стандартный образец пириметанила с содержанием основного компонента 99,5 %
Аналитический стандартный образец спироксамина с содержанием основного компонента 97,4 %
Аналитический стандартный образец тиабендазола с содержанием основного компонента 99,8 %
Аналитический стандартный образец тиаклоприда с содержанием основного компонента 99,9 %
Аналитический стандартный образец тиаметоксама с содержанием основного компонента 99,7 %
Аналитический стандартный образец фенгексамида с содержанием основного компонента 98,7 %
Аналитический стандартный образец цимоксанила с содержанием основного компонента 99,5 %
Аналитический стандарт тефлутрина с содержанием основного компонента 96,4 %
Аналитический стандарт метрибузина с содержанием основного компонента 98,7 %
Аналитический стандарт фенпропиморфа с содержанием основного компонента 99,6 %
Аналитический стандарт триадимефона с содержанием основного компонента 99,2 %
Аналитический стандарт ципродинила с содержанием основного компонента 99,9 %
Аналитический стандарт триадименола с содержанием основного компонента 98 %
Аналитический стандарт флутриафола с содержанием основного компонента 96,5 %
Аналитический стандарт ципроконазола с содержанием основного компонента 96,5 %
Аналитический стандарт трифлоксистробина с содержанием основного компонента 99,6 %
Аналитический стандарт дифлюфеникана с содержанием основного компонента 99,8 %
Аналитический стандарт бифентрина с содержанием основного компонента 99,0 %

Аналитический стандарт тебуфенпирада с содержанием основного компонента 96,4 %	
Аналитический стандарт пирипроксифена с содержанием основного компонента 99,3 %	
Азот осч, из баллона	ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73)
Гелий газообразный вч, в баллонах	ТУ 0271-001-45905715—02
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-14.2167—84
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
Калий марганцовокислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Магний сернокислый (сульфат магния), безводный хч	ГОСТ 4523—77
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995—77
Муравьиная кислота, 99,7% , чда	ГОСТ 5848—73
Натрий хлористый (хлорид натрия), хч	ГОСТ 4233—77
Сорбент для твердофазной экстракции на основе силикагеля с привитыми пропиламинными группами: $(CH_2)_3NH_2$ (SPA), площадь поверхности ~570 $м^2/г$, средний размер пор 67 А, средний размер частиц 60 мкм	
Сорбент для твердофазной экстракции на основе силикагеля с привитыми октадецильными группами $(CH_2)_{17}CH_3$ (C18EC), площадь поверхности ~547 $м^2/г$, средний размер пор 64 А, средний размер частиц 58 мкм	
Графитизированная сажа (GCB), специфическая площадь поверхности ~100 $м^2/г$, размер частиц 120/400 меш	
Толуол, хч, для хроматографии	ТУ 6-09-786—76
Фосфор (V) оксид (фосфорный ангидрид, пентоксид фосфора), хч	ТУ 6-09-4173—85
Уксусная кислота, ледяная, хч	ГОСТ 61—75

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

3.3. Вспомогательные средства измерений, устройства, материалы

Баня водяная	ТУ 46-22-603—75
Воронки химические стеклянные конусные	ГОСТ 25336—82
Гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 30 до 90 %	ТУ 25-11-1645—84
Груша резиновая	ТУ9398-05-0576-9082—03
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный вакуумный	
Керамические гомогенизаторы для пробирок на 50 $см^3$	
Пробирки полипропиленовые центрифужные с крышками вместимостью 50 и 2 $см^3$	
Пробирки со шлифом вместимостью 5 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Склянка из темного стекла	
Стекловата	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник водяной обратный	
Фильтры мембранные для фильтрации проб с помощью шприца, размер пор 0,22 мкм	
Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % фенил- и 95 % диметилполисилоксана, толщина пленки сорбента 0,25 мкм	
Хроматографическая колонка стальная длиной 150 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, заполненная обращенно-фазным сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, зернением 1,8 мкм	
Центрифуга лабораторная, роторная, скорость вращения до 4 000 об./мин с центрифужными стаканами на 10 и 100 $см^3$	
Шприцы медицинские одноразовые вместимостью 2 $см^3$	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50—100 $мм^3$	

Примечание. Допускается использование вспомогательных средств измерений, устройств и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019—09, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный и газовый хроматографы.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07. Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном и газовом хроматографах, освоивших данную методику и подтвердивших экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %;

– выполнение измерений на жидкостном и газовом хроматографах проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов,

градуировочных растворов, растворов внесения, смеси растворителей для растворения проб (метод ВЭЖХ), установление градуировочных характеристик, отбор проб.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Ацетонитрил

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 20 г пентоксида фосфора) не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия (на 1 $дм^3$ ацетонитрила 10 г карбоната калия), фильтруют через мембранный фильтр.

7.1.2. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

7.2. Приготовление раствора уксусной кислоты в ацетонитриле с объемной долей 1 % (1%-й раствор)

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 300—400 $см^3$ ацетонитрила, вносят 10 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, перемешивают, доводят ацетонитрилом до метки, вновь перемешивают. Раствор хранят в темном месте (в емкости из темного стекла) не более 14 дней.

7.3. Приготовление компонентов подвижной фазы для ВЭЖХ

7.3.1. Компонент А: раствор 0,05 % (вес/объем) формиата аммония + 0,01 % (по объему) муравьиной кислоты в воде

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 0,5 г формиата, растворяют в 300—400 $см^3$ бидистиллированной воды, вносят 0,1 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.3.2. Компонент В: раствор 0,01 % (по объему) муравьиной кислоты в метаноле

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 300—400 $см^3$ метанола, вносят 0,1 $см^3$ муравьиной кислоты, доводят метанолом до метки, перемешивают.

Растворы хранят в темном месте (в емкости из темного стекла) не более 14 дней.

7.4. Приготовление градуировочных растворов

7.4.1. Серия 1 (метод ВЭЖХ)

7.4.1.1. *Исходные растворы ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3).* В 14 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают по 0,0100 г каждого вещества (раздельно), растворяют в 50—60 см^3 ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Растворы хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение 3 месяцев.

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходных растворов для градуировки.

7.4.1.2. *Раствор № 1 смеси ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила для градуировки и внесения (концентрация 1 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 1 см^3 исходного раствора каждого вещества с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.4.1.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения веществ методом «внесено-найдено», а также при контроле точности измерений методом «добавок».

7.4.1.3. *Рабочие растворы № 2—6 ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила для градуировки (концентрация 0,005—0,1 мкг/см^3).* В 5 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0, 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 градуировочного раствора № 1 смеси веществ с концентрацией 1,0 мкг/см^3 (п. 7.4.1.2), доводят до метки 1%-м раствором уксусной кислоты в ацетонитриле, приготовленном по п. 7.2, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—6 с концентрацией каждого вещества 0,005; 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см^3 соответственно.

Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение недели.

7.4.2. Серия 2 (метод ГЖХ)

7.4.2.1. *Исходные растворы тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадимефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3).* В 13 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают по 0,0100 г каждого вещества (раздельно), растворяют в 50—60 см^3 ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Растворы хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение 6 месяцев.

Растворы № 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходных растворов для градуировки.

7.4.2.2. *Раствор № 1 смеси тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадемефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена для градуировки и внесения (концентрация 1 мкг/см^3).* В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 1 см^3 исходного раствора каждого вещества с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.4.2.1), разбавляют ацетоном до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения веществ методом «внесено-найдено», а также при контроле точности измерений методом «добавок».

7.4.2.3. *Рабочие растворы № 2—5 смеси тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадимефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена для градуировки (концентрация 0,01—0,1 мкг/см^3).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0, 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 градуировочного раствора № 1 смеси веществ концентрацией 1,0 мкг/см^3 (п. 7.4.2.2), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией каждого вещества 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см^3 соответственно.

Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение недели.

7.5. Приготовление смеси солей для экстракции

Для приготовления одного набора смеси солей для экстракции смешивают (4 ± 0,01) г магния сернокислого и (1 ± 0,01) г натрия хлори-

стого, до использования хранят в герметичной упаковке (не более 6 месяцев).

Примечание. Возможно использование коммерческих наборов солей QuEChERS для экстракции проб фруктов и овощей массой 10 г.

7.6. Приготовление смеси сорбентов для очистки экстрактов

Для приготовления одного набора смеси сорбентов для очистки экстрактов в центрифужную полипропиленовую пробирку вместимостью 2 $см^3$ помещают (50 ± 4) мг сорбента для твердофазной экстракции на основе первичного-вторичного амина, (50 ± 4) мг графитизированной сажи, (150 ± 4) мг магния сернокислого и (50 ± 4) мг твердофазного сорбента на основе октадецилсилана, закрывают герметично крышкой, встряхивают для перемешивания, хранят не более 6 месяцев.

Примечание. Возможно использование дисперсионных наборов QuEChERS для фруктов и овощей с маслом и пигментами, помещенных в полипропиленовые пробирки вместимостью 2 $см^3$.

7.7. Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики, выражающие зависимость площадей пиков от концентрации ацетамиприда, имидаклоприда, карбендазима, клотианидина, крезоксим-метила, пенконазола, пираклостробина, пириметанила, спироксамина, тиабендазола, тиаклоприда, тиаметоксама, фенгексамида, цимоксанила, а также тефлутрина, метрибузина, фенпропиморфа, триадимефона, ципродинила, триадименола, флутриафола, ципроконазола, трифлоксистробина, дифлюфеникана, бифентрина, тебуфенпирада и пирипроксифена устанавливают методом абсолютной калибровки по 5 растворам для градуировки № 2—6 (серия 1) или 4 растворам для калибровки (серия 2) соответственно.

В инжектор жидкостного хроматографа вводят по 2 $мм^3$ каждого градуировочного раствора, приготовленного по п. 7.4.1.3, и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4.1, в испаритель газового хроматографа – по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора, приготовленного по п. 7.4.2.3, и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4.2. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков веществ, на основании которых строят градуировочные зависимости.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными: виноград – ГОСТ 25896—83 «Виноград свежий столовый. Техни-

ческие условия»; плодовые яблоки – ГОСТ 16270—70 «Яблоки свежие ранних сортов созревания. Технические условия», ГОСТ 27572—87 «Яблоки свежие для промышленной переработки»; абрикосы – ГОСТ 21832—76 «Абрикосы свежие. Технические условия»; томаты – ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Технические условия»; огурцы – ГОСТ 1726—85 «Огурцы свежие. Технические условия»; морковь – ГОСТ 1721—85 «Морковь столовая свежая заготавливаемая и поставляемая. Технические условия»; свекла – ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготавливаемая и поставляемая. Технические условия»; картофель – ГОСТ 7176—85 «Картофель свежий продовольственный, заготовляемый и поставляемый. Технические условия», ГОСТ Р 51808—13 «Картофель свежий продовольственный, реализуемый в розничной торговой сети. Технические условия», а также «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79).

Отобранные пробы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике в темноте не более 5 дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре –18 °С.

Перед анализом образцы измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец измельченных проб растительной продукции (виноград, яблоки, абрикосы, томаты, огурцы, морковь, свекла, картофель) массой 10 г помещают в центрифужную полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3, вносят 10 см^3 1%-го раствора уксусной кислоты в ацетонитриле, помещают в пробирку керамический гомогенизатор, закрывают крышку и интенсивно встряхивают вручную 30 с, вносят в пробирку смесь солей для экстракции (приготовленную по п. 7.5), закрывают крышкой и интенсивно встряхивают (вручную) в течение 1 мин. Затем пробу центрифугируют в течение 5 мин при скорости вращения 4 000 об./мин и подвергают очистке с применением дисперсионной твердофазной экстракции по п. 9.2 или 9.3.

9.2. Очистка экстракта

Аликвоту экстракта (верхний слой в пробирке после центрифугирования) объемом 1,5 см^3 с помощью пипетки переносят в пропиленовую центрифужную пробирку, содержащую смесь сорбентов, приготовленную по п. 7.6. Закрывают крышку и интенсивно встряхивают вруч-

ную в течение 30 с. Центрифугируют 15 мин при скорости вращения 4 000 об./мин. Отбирают с помощью медицинского шприца раствор, фильтруют через мембранный фильтр (размер пор 0,22 мкм) в виалу вместимостью 2 $см^3$ с фторопластовой прокладкой и навинчивающейся крышкой. Помещают в автосамплер хроматографа для анализа методом ВЭЖХ по п. 9.4.1 или ГЖХ по п. 9.4.2.

9.3. Очистка экстракта при определении планарных пестицидов (тиабендазола и карбендазима)

Для предотвращения деградации планарных пестицидов аликвоту экстракта (верхний слой в пробирке после центрифугирования по п. 9.1) объемом 1 $см^3$ с помощью пипетки переносят в полипропиленовую центрифужную пробирку, содержащую смесь сорбентов, приготовленную по п. 7.6, вносят 325 $мм^3$ толуола. Пробирку закрывают крышкой и интенсивно встряхивают вручную в течение 30 с. Центрифугируют 15 мин при скорости вращения 4 000 об./мин. Переносят 0,8 $см^3$ верхнего ацетонитрильного слоя в чистую полипропиленовую центрифужную пробирку на 2 $см^3$, отдувают растворитель струей азота при слабом нагревании на водяной бане (30 °С). Остаток растворяют в 0,6 $см^3$ ацетонитрила, содержащего 1 % уксусной кислоты. Отбирают с помощью медицинского шприца раствор, фильтруют через мембранный фильтр (размер пор 0,22 мкм) в виалу вместимостью 2 $см^3$ с фторопластовой прокладкой и навинчивающейся крышкой. Помещают в автосамплер хроматографа для анализа методом ВЭЖХ по п. 9.4.1.

9.4. Условия хроматографирования

9.4.1. Метод ВЭЖХ

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с тандемным масс-спектрометрическим детектором: тройной квадруполь с источником ионизации, оснащенным соосной подачей горячего азота для эффективной десольвации ионов.

Источник ионизации: электростатическое распыление.

Режим работы: регистрация дочерних положительных ионов после разрушения материнских ионов (регистрация «перехода») в режиме динамического мультиреакционного мониторинга. Параметры масс-спектрометрического детектора с тройным квадруполем приведены в табл. 4.

Таблица 4

Параметры масс-спектрометрического детектора с тройным квадруполем

Вещество	Материнский ион (масса/заряд)	Дочерние ионы (масса/заряд)	Напряжение на фрагментаторе, В	Энергия разрушения (соударения), В	Временной диапазон регистрации перехода, мин
Ацетамиприд	223,1	126,0*	100	15	3,94 ± 0,8
		56,0	100	15	
Имидаклоприд	256,1	175,1*	90	20	3,55 ± 0,8
		209,0	90	15	
Карбендазим	192,1	160,1*	100	15	4,11 ± 0,8
		132,1	100	25	
Клотианидин	250,0	169,1*	90	7	3,58 ± 0,8
		132,1	90	15	
Крезоксим-метил	314,2	116,0*	70	10	7,08 ± 0,8
		222,0	70	10	
Пенконазол	284,1	69,9*	85	15	7,11 ± 0,8
		158,8	85	30	
Пираклостробин	388,2	194,1*	100	10	7,18 ± 0,8
		296,2	100	10	
Пириметанил	200,1	107,1*	100	25	6,61 ± 0,8
		82,0	100	30	
Спироксамин	298,4	144,2*	100	10	6,54 ± 0,8
		100,2	100	10	
Тиабендазол	202,0	175,0*	120	25	4,69 ± 0,8
		131,0	120	35	
Тиаклоприд	253,1	126,0*	100	20	4,34 ± 0,8
		186,0	100	10	
Тиаметоксам	292,2	211,0*	85	4	2,92 ± 0,8
		181,0	85	16	
Фенгексамид	302,1	97,0*	120	10	6,88 ± 0,8
		142,1	100	5	
Цимоксанил	199,2	128,0*	65	5	4,22 ± 0,8
		111,0	100	20	
* Ион, используемый для количественного расчета					

Скорость сканирования: 200 мс.
Давление на распылителе: 35 *psi*.
Скорость осушающего газа 1 (азот): 10 дм^3/мин.
Температура газа 1: 250 °С.
Скорость газа 2 (азот): 11 дм^3/мин.
Температура газа 2: 340 °С.
Напряжение на капилляре: 4 500 В.
Напряжение в сопле (форсунке): 500 В.
Температура квадруполей (1 и 3): 100 °С.

Хроматографическая колонка стальная длиной 150 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, заполненная обращено-фазовым сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С18, зернением 1,8 мкм.

Температура колонки: 45 °С.
Скорость потока элюента: 0,4 см^3/мин.
Объем вводимой пробы: 2 мм^3 с промывкой иглы (3 с, метанол).

Режим элюирования (градиентный), пробег 13 мин, промывка колонки после анализа 10 мин (табл. 5).

Таблица 5

Режим элюирования

Время, мин	Содержание растворителя в подвижной фазе, % (по объему)	
	компонент А: раствор 0,05 % (вес/объем) формиата аммония + 0,01 % муравьиной кислоты (по объему) в воде	компонент В: 0,01 % (по объему) муравьиной кислоты в метаноле
0	90	10
5,0	35	65
6,5	5	95
8,5	5	95
10	90	10

Линейный диапазон детектирования: 10—200 пг.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией каждого вещества по 0,1 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой (не более чем в 50 раз).

9.4.2. Метод ГЖХ

Газовый хроматограф, снабженный масс-селективным детектором, автоматическим пробоотборником, предназначенный для работы с капиллярной колонкой.

Хроматографическая капиллярная кварцевая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, содержащая сорбент: 5 % фенил- и 95 % диметилполисилоксана, толщина пленки сорбента 0,25 мкм.

Температура детектора: квадруполя – 150 °С, источника – 230 °С, переходной камеры – 280 °С.

Температура испарителя: 275 °С.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 90 °С, выдержка 5 мин, нагрев колонки со скоростью 8 градусов в минуту до температуры 180 °С, выдержка 0 мин, нагрев колонки со скоростью 2 градуса в минуту до температуры 220 °С, выдержка 8 мин, нагрев колонки со скоростью 20 градусов в минуту до температуры 260 °С.

Газ 1 (гелий): поток в колонке 1,0 $см^3$/мин.

Давление: 68,6 кПа.

Средняя линейная скорость: 37 см/с.

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$.

Режим сканирования: *SIM*.

Параметры масс-селективного детектора приведены в табл. 6.

Таблица 6

Параметры масс-селективного детектора

Вещество	(масса/заряд)
Тефлутрин	177*, 197, 178
Метрибузин	198*, 57, 199
Фенпропиморф	128*, 129, 117
Триадемефон	57*, 41, 208
Ципродинил	224*, 77, 225
Триадименол	112*, 168, 128
Флутриафол	123*, 164, 219
Ципроконазол	222*, 139, 125
Трифлоксистробин	116*,131,172
Дифлюфеникан	394*, 266, 395
Бифентрин	181*, 165,182
Тебуфенпирад	318*, 276, 171
Пирипроксифен	136*, 96, 226
* Ион, используемый для количественного расчета	

Линейный диапазон детектирования: 0,01—0,1 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем градуировочный раствор с концентрацией каждого вещества по 0,1 мкг/см^3, разбавляют ацетонитрилом (не более чем в 50 раз).

10. Обработка результатов анализа

Содержание веществ в пробах (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{m}, \text{ где}$$

A – концентрации вещества, найденная по градуировочному графику в соответствии с величинами площадей хроматографического пика, мкг/см^3;

V – объем экстракта первичный, см^3, равен 10 см^3;

m – масса анализируемого образца, г.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

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

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде: ($\bar{X} \pm \Delta$) мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 2), %.

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

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

* 0,01 мг/кг – нижний предел количественного определения в пробах растительной продукции.

13. Контроль качества результатов измерений

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

13.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее двух образцов концентраций для градуировки, содержание веществ в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,005 до 0,1 мкг/см^3 (метод ВЭЖХ) и 0,01—0,1 мкг/см^3 (метод ГЖХ).

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

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

X – концентрация веществ в растворе при контрольном измерении, мкг/см^3;

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

B – норматив контроля градуировочной характеристики, равен 10 %.

Если величина расхождения (A) превышает 10 %, 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, предусмотренных МИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 7.7.

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 2), %.

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, 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

$$|K_к| \leq K, \qquad (2)$$

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):

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

X_1, X_2 – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 2), %.

Многоостаточное определение пестицидов различной химической природы в продукции растениеводства

Методические указания
МУК 4.1.3351—16

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

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

Подписано в печать 30.12.16

Формат 60x88/16

Печ. л. 2,75
Тираж 125 экз.
Заказ 99

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