**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник**
**МУК 4.1.2859—4.1.2866—11**

Издание официальное

**Москва • 2011**

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 пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

**Сборник**
**МУК 4.1.2859—4.1.2866—11**

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—115 с.

ISBN 978—5—7508—1012—3

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

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28 12.2010 № 3).

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

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 978—5—7508—1012—3

**© Роспотребнадзор, 2011**
**© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011**

## Содержание

Определение остаточных количеств Фенпироксимата в яблочном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2859—11 ..... 4

Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодах томата, томатном соке, ягодах винограда и виноградном соке методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2860—11 ..... 19

Определение остаточных количеств Цимоксанила в томатном соке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2861—11 ..... 35

Методика измерений остаточных количеств гимексазола в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2862—11 ..... 51

Определение остаточных количеств Пропизахлора в воде, почве, зеленой массе, зерне кукурузы, семенах подсолнечника, рапса и растительном масле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2863—11 ..... 64

Методика измерений остаточных количеств Тиабендазола в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2864—11 ..... 77

Определение остаточных количеств Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2865—11 ..... 89

Определение остаточных количеств Хлорантранилипрола в плодовых (косточковых) культурах, перце, огурцах, томатах, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2866—11 ..... 100

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
31 марта 2011 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

## Методические указания
## МУК 4.1.2865—11

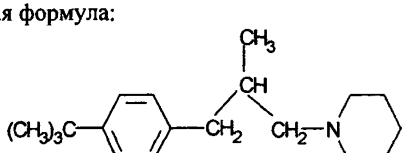
### Общие положения и область применения

*Свидетельство об аттестации методики от 25.06.2010 № 01.5.04.686.*

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

Действующее вещество: Фенпропидин.

Структурная формула:




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

Молекулярная масса: 273,5.

Эмпирическая формула: $C_{19}H_{31}N$.

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

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

Давление пара 17 мРа (25 °С).

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

Растворимость в воде (мг/дм$^3$, 25 °С): 530 (pH 7); 6,2 (pH 9).

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

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

Не обладает мутагенным, канцерогенным и тератогенным действием.

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

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

## 1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

**Метрологические параметры**

| Объект анализа | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{R_л}$, % | Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$, % | Показатель точности* (границы относительной погрешности), ±δ, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Зеленая масса | 0,01—0,10 | 6 | 7 | 8 | 16 |
| Зерно | 0,01—0,10 | 6 | 7 | 8 | 16 |
| Солома | 0,04—0,10 | 5 | 6 | 8 | 16 |
| | 0,10—0,40 | 3 | 4 | 5 | 10 |
| * Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2. | | | | | |

Таблица 2

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

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

## 2. Метод измерения

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

Идентификация Фенпропидина проводится по времени удерживания, количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

## 3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

### *3.1. Средства измерений*

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженным дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 24104—2001

Весы технические ВЛКТ-500 ГОСТ 24104—2001

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

Колбы мерные на 10, 50, 100, 1 000 $см^3$ ГОСТ 23932—90

Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$

Пипетки градуированные ГОСТ 29227—91

| | |
|---|---|
| Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$ | ГОСТ 23932—90 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Ацетон, чда | ГОСТ 2603—79 |
| Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч | ТУ 6-09-3534—87 |
| Гексан, хч | ТУ 2631-003-05807999—98 |
| Вода бидистиллированная, деионизированная, | ГОСТ 6709—79 |
| Фенпропидин с содержанием основного вещества 97,7 %, Мактешим Аган | |
| Натрий сернокислый, безводный, хч | ГОСТ 4166—76 |
| Соляная кислота, 0,1М водный раствор | |
| Гидроксид натрия, 1М водный раствор | |
| Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 40 : 60 | |

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

### *3.3. Вспомогательные устройства и материалы*

| | |
|---|---|
| Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2.1) мм, 1,7 мкм (Waters) | |
| Ультразвуковая баня «Сапфир» | |
| Воронки лабораторные В-75-110 | ГОСТ 25336—82 |
| Бидистиллятор | |
| Ротационный вакуумный испаритель фирмы BUCHI, мод. R 205 | |
| Фильтры бумажные «красная лента», | ТУ 6.091678—86 |
| Патроны, заполненные силикагелем 60 (Merck), 0,5 г | |

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

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда – ГОСТ 12.0.004.

При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

## 5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха 20 ± 5 °С и относительной влажности не более 80 %.

• выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к определению

### *7.1. Кондиционирование колонки*

Перед началом анализа колонку (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

### *7.2. Приготовление растворов*

7.2.1. *0.005 М раствор ортофосфорной кислоты*: 0,5 ± 0,01 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

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

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

### *7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов*

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

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

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

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

7.3.4. *Раствор № 3 с концентрацией 0.5 мкг/см$^3$:* в мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 5 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

7.3.6. *Раствор № 5 с концентрацией 0,1 мкг/см$^3$:* в мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ помещают 1 см$^3$ раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения Фенпропидина в зеленой массе, зерне и соломе пшеницы используют ацетонитрильные растворы вещества.

### *7.4. Построение градуировочного графика*

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация Фенпропидина в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм$^3$ градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации Фенпропидина в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (К) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

$S$ – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0.99.

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

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_K|}{C} \cdot 100 \le \lambda_{контр}, \text{ где}$$

$C$ – аттестованное значение массовой концентрации Фенпропидина в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации Фенпропидина в градуировочном растворе;

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

### *7.5. Подготовка патронов для твердофазной экстракции*

Непосредственно перед употреблением через патрон, заполненный силикагелем, пропускают 2,5 см$^3$ гексана.

## 8. Отбор проб и хранение

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

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

## 9. Проведение определения

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

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

### *9.2. Условия хроматографирования*

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

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

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,1—1,0 мкг/$см^3$.

## 10. Обработка результатов анализа

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

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

$S_x$ – площадь пика Фенпропидина на хроматограмме испытуемого образца, мм$^2$ (AU);

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

$V$ – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см$^3$;

$P$ – навеска анализируемого образца, г;

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

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Фенпропидина с концентрацией 1,0 мкг/см$^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

## 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

$r$ – значение предела повторяемости ($r$ = 2,8 $\sigma_r$).

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

## 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

$X$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг.

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

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

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

*«содержание вещества в пробе менее нижней границы определения»* (например: менее 0,01 мг/кг*, где *– 0,01 мг/кг – предел обнаружения Фенпропидина в зеленой массе и зерне пшеницы).

## 13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

$X'$, $X$, $C_д$ – 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 К рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'} + \Delta^2_{л,X}} \quad (1)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$| К_к | \le К, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

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

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости ($R$):

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

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

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

## 14. Разработчики

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

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

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

**Сборник**
**МУК 4.1.2859—4.1.2866—11**

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

Подписано в печать 15.07 11

Формат 60x88/16 Печ. л. 7,25
Тираж 200 экз. Заказ 93

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

gost.e-ecolog.ru