

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний  
по методам контроля  
МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11;  
4.1.2938—11

Издание официальное

Москва • 2011

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

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

**Сборник методических указаний  
по методам контроля  
МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11;  
4.1.2938—11**

ББК 51.21+51.23

О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в сельскохозяйственном сырье, пищевых продуктах и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—70 с.

ISBN 978—5—7508—1025—3

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений Россельхозакадемии.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 2.06.2011 № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 12 июля 2011 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

**ББК 51.21+51.23**

ISBN 978—5—7508—1025—3

© Роспотребнадзор, 2011

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

## Содержание

Определение остаточных количеств прогексадиона-кальция в воде, почве, плодах и соке яблок методом методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2907—11 .....	4
Определение остаточных количеств имидаклоприда в моркови, луке, горохе, зерне и соломе риса, зерне и масле сои, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2923—11 .....	17
Определение остаточных количеств изопротурона и дифлюфеникана в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2924—11 .....	30
Определение остаточных количеств фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2925—11 .....	45
Определение остаточных количеств бифентрина в капусте, зерне гороха, сои и соевом масле методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2938—11 .....	57

## УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

12 июля 2011 г.

Дата введения: с момента утверждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

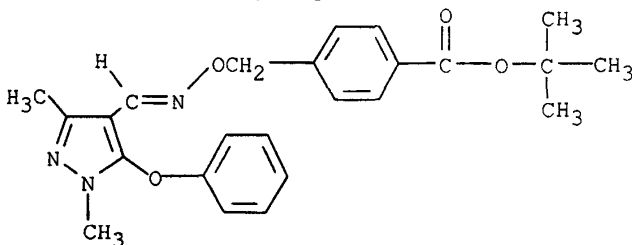
**Определение остаточных количеств фенпироксимата  
в зеленой массе, зерне и масле сои методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

## Методические указания

МУК 4.1.2925—11

Настоящий документ устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Действующее вещество: фенпироксимат.



2-третбутил(Е)-α-(1,3-диметил-5-фенокси-пирозол-4-илметиленамино-окси)-р-толуат (IUPAC)

Брутто формула:  $C_{24}H_{27}N_3O_4$ .

Молекулярная масса: 421,5.

Химически чистое вещество представляет собой белый кристаллический порошок.

Температура плавления: 101,1—102,4 °С.

Давление пара 0,0075 мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода:  $K_{ow} \lg P = 5,01$  (20 °С).

Растворимость в воде (мг/дм<sup>3</sup>, 20 °С):  $1,46 \times 10^{-2}$ .

Растворимость в органических растворителях (г/дм<sup>3</sup>, 25 °С) в метаноле – 15, ацетоне – 150, дихлорметане – 1 307, хлороформе – 1 197, тетрагидрофуране – 737.

Устойчив к воздействию кислот и щелочей. Возможными метаболитами фенпироксимата являются его Z-изомер и продукт деметилирования – деметилфенпироксимат.

*Краткая токсикологическая характеристика* (крысы): острая оральная токсичность LD<sub>50</sub> – 480 мг/кг для самцов и 245 мг/кг для женских особей. При подкожном введении LD<sub>50</sub> составляет более 2 000 мг/кг для животных мужского и женского пола. Ингаляционная токсичность LC<sub>50</sub> составляет 0,33 мг/дм<sup>3</sup> для самцов и 0,36 мг/дм<sup>3</sup> для самок. Не раздражает кожу, но является слабым раздражителем для слизистой глаз (кролики). В длительных экспериментах канцерогенные, тератогенные и мутагенные свойства не обнаружены.

*Область применения:* ингибитор митохондриального электронного транспорта. Оказывает быстрое уничтожающее действие на личинок и взрослых особей клещей различных видов при контакте или заглатывании. Применяют при выращивании фруктов – яблок, цитрусовых, персиков, винограда и другого с нормой расхода 25—75 г/га.

В России для фенпироксимата установлены следующие *гигиенические нормативы*: ДСД – 0,005 мг/кг/сут.; ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м<sup>3</sup>; ПДК в воде водоемов – 0,001 мг/дм<sup>3</sup>; ОДК в почве – 0,3 мг/кг; МДУ в яблоках и винограде – 0,2 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 (мг/дм <sup>3</sup> )	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r$ , %	Показатель внутривлабораторной прецизионности, $\sigma_{RL}$ , %	Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$ , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm \delta$ , %
Зеленая масса	0,01—0,05	7	9	11	22
	0,05—0,1	5	7	8	16
Зерно сои	0,01—0,05	7	9	11	22
	0,05—0,1	5	7	8	16
Масло сои	0,01—0,05	5	7	8	16
	0,05—0,1	3	4	5	10

\* соответствует расширенной неопределенности  $U_{\text{отн}}$  при коэффициенте охвата  $k = 2$

Таблица 2

Полнота извлечения фенпироксимата, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для  $n = 20$ ,  $P = 0,95$

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, $S$	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Зеленая масса	0,01	0,01—0,1	82,5	7,0	3,2
Зерно сои	0,01	0,01—0,1	87,6	4,9	2,3
Масло сои	0,01	0,01—0,1	92,0	8,6	4,0

## 2. Метод измерения

Методика основана на определении фенпироксимата методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем (масло) или смесью органического растворителя с водой (зерно и зеленая масса) и очистки экстракта методом последовательной твердофазной экстракции на патронах Диапак С16 и Силикагель 60.

Идентификация фенпироксимата 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

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

ГОСТ 23932—90

Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 мм<sup>3</sup> и от 1 до 5 см<sup>3</sup>, вид климатического исполнения УХЛЧ.2

ГОСТ 50444

Пипетки градуированные

ГОСТ 29227—91

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

ГОСТ 23932—90

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### 3.2. Реактивы

Ацетон, чда

ГОСТ 2603—79

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

ТУ 6-09-3534—87

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709—79

Гексан, хч

ТУ 2631-003-05807999—98

Кислота ортофосфорная, хч

ГОСТ 6552—80

Фенпироксимат с содержанием основного вещества 97,7 % (Nichon Nohyaka)

Этилацетат, хч

ГОСТ 22300-76

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)

Бидистиллятор

Баня ультразвуковая «Сапфир», УЗВ-1,3

ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98

Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции (Waters, кат. № WAT 200677).

Водоструйный насос

ГОСТ 10696—75



Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные, вместимостью 100, 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 8613—75
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Колбы круглодонные на шлифах КШ150 14/23 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ150 29-32 ТС	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные на шлифах КШ 250 29/32 ТС	ГОСТ 25336—82Е
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Патроны Диапак С16 (БиоХимМак)	ТУ 4215-002-05451931—94
Патроны, заполненные силикагелем 60 (Merck), 0,5 г	
Ротационный вакуумный испаритель фирмы ВЎСНІ, мод. R 205 (Швейцария)	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

#### 4. Требования безопасности

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

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

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

#### 5. Требования к квалификации операторов

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

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха ( $20 \pm 5$ ) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к определению

### 7.1. Кондиционирование колонки

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

### 7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *0,005 М раствор ортофосфорной кислоты*: ( $0,5 \pm 0,01$ ) г 98 %-й ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. *Для приготовления подвижной фазы* смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 75 : 25 по объему, используя мерные цилиндры.

7.2.3. *Приготовление элюентов для твердофазной экстракции*.  
*Элюент 1*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> этилацетата и доводят объем до метки гексаном.

*Элюент 2*. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 40 см<sup>3</sup> этилацетата и доводят объем до метки гексаном. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

### 7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

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

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

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

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

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

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

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

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

При изучении полноты определения фенпироксимата в зеленой массе, зерне и масле сои используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы с концентрациями 1,0 и 10,0 мкг/см<sup>3</sup> готовят из основного раствора с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup> методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

#### 7.4. Построение градуировочного графика

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

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

$$C = KS, \text{ где}$$

$S$  – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

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

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации фенпироксимата в градуировочном растворе в мг/см<sup>3</sup>,

$C_K$  – результат контрольного измерения массовой концентрации фенпироксимата в градуировочном растворе в мг/см<sup>3</sup>,

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

### 7.5. Подготовка патронов для твердофазной экстракции

**Диапак С16:** Непосредственно перед употреблением в патрон последовательно вносят 1 см<sup>3</sup> ацетона и 1 см<sup>3</sup> воды.

**Патрон Силикагель 60:** Непосредственно перед употреблением через патрон пропускают 2 см<sup>3</sup> гексана.

## 8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79) а также в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Пробы зеленой массы хранят в морозильной камере при температуре –18 °С. Для длительного хранения зерно сои подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы зерна доводят до стандартной влажности и измельчают. Пробы масла хранят в холодильнике при 0—4 °С в закрытой стеклянной таре не более 2 месяцев.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Определение фенпироксимата в зерне и зеленой массе сои

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают (10,0 ± 0,1) г измельченных на лабораторной мельнице зерен или зеленой массы, прибавляют 10 см<sup>3</sup> воды и, спустя 2—3 мин, 40 см<sup>3</sup> ацетона. Экстрагируют на ультразвуковой бане в течение 10 мин. Массу фильтруют через бумажный фильтр «красная лента» на воронке Бюхнера. Экстракцию повторяют, используя в качестве экстрагента 50 см<sup>3</sup> смеси ацетона и воды в соотношении 4 : 1. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Водный остаток (около 20 см<sup>3</sup>) фильтруют

через бумажный фильтр «красная лента» и пропускают через патрон Диапак С16, откондиционированный по п. 7.5. Фильтрат отбрасывают. Фенпироксимат элюируют  $3,5 \text{ см}^3$  ацетона. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше  $40^\circ\text{C}$ , сухой остаток растворяют в  $2,0 \text{ см}^3$  гексана и количественно переносят в патрон Силикагель 60, откондиционированный гексаном по п. 7.5. Фильтрат отбрасывают, патрон промывают двумя порциями по  $2 \text{ см}^3$  гексана и двумя порциями по  $4 \text{ см}^3$  элюента 1. Промывки отбрасывают. Фенпироксимат элюируют  $3 \text{ см}^3$  элюента 2. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше  $40^\circ\text{C}$ . Сухой остаток растворяют в  $1 \text{ см}^3$  подвижной фазы и  $10 \text{ мм}^3$  вводят в хроматограф.

### 9.2. Определение фенпироксимата в масле сои

В коническую колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают ( $10 \pm 0,1$ ) г масла и растворяют в  $50 \text{ см}^3$  гексана. Полученный раствор переносят в делительную воронку вместимостью  $250 \text{ см}^3$  и экстрагируют фенпироксимат трижды по  $25 \text{ см}^3$  ацетонитрила, встряхивая каждый раз делительную воронку в течение 1—2 мин. После четкого разделения фаз отделяют нижний ацетонитрильный слой. Объединенный экстракт промывают в делительной воронке двумя порциями гексана по  $20 \text{ см}^3$ . Промывки отбрасывают. Ацетонитрильный раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше  $40^\circ\text{C}$ . Сухой остаток растворяют в  $2 \text{ см}^3$  гексана и вносят в откондиционированный патрон Силикагель 60. Фильтрат отбрасывают, патрон промывают двумя порциями по  $2 \text{ см}^3$  гексана и двумя порциями по  $4 \text{ см}^3$  элюента 1. Промывки отбрасывают. Фенпироксимат элюируют  $3 \text{ см}^3$  элюента 2. Элюат упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани не выше  $40^\circ\text{C}$ . Сухой остаток растворяют в  $1 \text{ см}^3$  подвижной фазы и  $10 \text{ мм}^3$  вводят в хроматограф.

### 9.3. Условия хроматографирования

Ультразвуковой жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC VEN C18 ( $2,1 \times 100$ ) мм,  $1,7 \text{ мкм}$  (Waters). Температура колонки ( $30 \pm 1$ )  $^\circ\text{C}$ . Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и  $0,005 \text{ М}$  ортофосфорной кислоты в соотношении 75 : 25. Скорость потока элюента:  $0,2 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Рабочая длина волны УФ-детектора  $260 \text{ нм}$ . Объем вводимой пробы  $10 \text{ мм}^3$ .

Время удерживания фенпироксимата ( $4,5 \pm 0,1$ ) мин.

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

### 10. Обработка результатов анализа

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

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

$S_x$  – площадь пика фенпироксимата на хроматограмме испытуемого образца, AU · с (AU);

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

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

$P$  – навеска анализируемого образца, г;

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

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор фенпироксимата с концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

### 11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

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

### 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг.

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

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

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

*содержание фенпироксимата в пробах зерна, зеленой массы и масла сои менее 0,01 мг/кг*

*– 0,01 мг/кг – предел обнаружения фенпироксимата в пробах зерна, зеленой массы и масла сои.*

### 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 внутри-лабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода добавок.

Величина добавки  $C_D$  должна удовлетворять условию:

$$C_D = \Delta_{n,X} + \Delta_{n,X'}, \text{ где}$$

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

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

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры  $K_K$  рассчитывают по формуле:

$$K_K = X' - X - C_0, \text{ где}$$

$X'$ ,  $X$ ,  $C_0$  – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{ЛХ'}^2 + \Delta_{ЛХ}^2} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \leq K \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

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

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

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

$X_1$  и  $X_2$  – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;  
 $R$  – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций), %.

#### 14. Разработчики

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

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.677) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.10034).



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

**Сборник методических указаний по методам контроля  
МУК 4.1.2907—11; 4.1.2923—4.1.2925—11; 4.1.2938—11**

Редактор Н. Е. Акопова  
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 21.10.11

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 4,5  
Заказ 133

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