

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
действующих веществ пестицидов в  
растительном сырье и пищевых продуктах**

**Сборник методических указаний  
по методам контроля  
МУК 4.1.2983—4.1.2985—12; 4.1.2987—12; 4.1.2991—12;  
4.1.3001—12; 4.1.3003—12; 4.1.3005—12**

ББК 51.23

О60

**О60** **Определение** остаточных количеств действующих веществ пестицидов в растительном сырье и пищевых продуктах: Сборник методических указаний по методам контроля.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012.—140 с.

1. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22.12.2012 № 2).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 19 марта 2012 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

Редакторы Н. Е. Аكوпова, Л. С. Кучурова  
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 31.10.12

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 8,75  
Заказ 55

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

© Роспотребнадзор, 2012

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012

МУК 4.1.2983—4.1.2985—12; 4.1.2987—12; 4.1.2991—12;  
4.1.3001—12; 4.1.3003—12; 4.1.3005—12

## Содержание

Определение остаточных количеств пиракlostробина в зеленой массе, зерне и масле кукурузы, в семенах и масле сои, подсолнечника и рапса, в плодах томатов и огурцов, томатном соке, корнеплодах моркови, луке-репке, капусте и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2983—12 .....	4
Определение остаточных количеств римсульфурана в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2984—12 .....	36
Определение остаточных количеств ацетамиприда в плодах и соке яблок методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2985—12 .....	47
Определение остаточных количеств тиаклоприда в зеленой массе, семенах и масле рапса, ягодах и соке винограда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2987—12 .....	59
Определение остаточных количеств флудиоксонила в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2991—12 .....	72
Определение остаточных количеств спиротетрамата и его основного метаболита спиротетрамата-енола в цитрусовых культурах (апельсин, мандарин, лимон, лайм, грейпфрут, клементин), плодовых семечковых (яблоня, груша), плодовых косточковых (персик, нектарин, абрикос), овощных культурах (томаты, перец, огурцы), хмеле, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3001—12 .....	86
Определение остаточных количеств фенгексамида в ягодах (клубника, киви), томатах, огурцах, винограде и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3003—12 .....	108
Определение остаточных количеств хлорантранилипрола в капусте (кочанная капуста, брокколи, цветная капуста), баклажанах, цитрусовых культурах (апельсины, лимоны, грейпфруты, мандарины и др.), салате, изюме методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3005—12 .....	124

УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

19 марта 2012 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств римсульфуона  
в томатах методом высокоэффективной  
жидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2984—12**

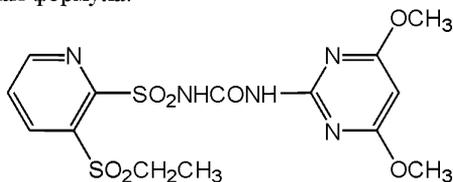
---

Свидетельство о метрологической аттестации от 25.07.2011  
№ 01.5.04.015/01.00043/2011.

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств римсульфуона в томатах в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Название действующего вещества по ИСО: римсульфуон.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: 1-(4,6-диметокси-  
пиримидин-2-ил)-3-(этилсульфонил-2-пиридинсульфонил) мочевины.

Молекулярная масса: 431,4.

Эмпирическая формула:  $C_{14}H_{17}N_5O_7S_2$ .

Химически чистое вещество представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 172—173 °С, давлением паров  $1,5 \times 10^{-3}$  мПа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода  $K_{ов}$   
 $\lg P = 0,288$  (рН 5),  $-1,47$  (рН 7).

Растворимость в воде: при 25 °С < 10 мг/л; 7,3 г/л (буферный раствор, рН 7). Хорошо растворим в ацетонитриле, дихлорметане и хлороформе.

Гидролиз (25 °С),  $DT_{50}$ : 4,6 дня (рН 5), 7,2 дня (рН 7), 0,3 дня (рН 9).

Группа токсичности по ВОЗ – U;  $LD_{50}$  для крыс > 5 000 мг/кг.

*Область применения*

Послевсходовый системный гербицид, эффективный в борьбе со злаковыми однолетними и многолетними сорняками. Используется для защиты кукурузы, картофеля и томатов.

*Гигиенические нормативы* для римсульфурана в России: МДУ для римсульфурана в томатах 0,05 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 среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $\sigma_{RL}$ , %	Показатель воспроизводимости, $\sigma_R$ , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности), $\pm\delta$ , %
Томаты	0,01—0,1	8	9	11	22

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

Таблица 2

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

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение $S$ , %	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ , %
Томаты	0,01	0,01—0,1	85,3	5,08	2,54

## 2. Метод измерения

Методика основана на определении римсульфурана методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его экстракции из томатов с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на патронах Диапак С 16.

Идентификация римсульфурана 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 «Альянс» фирмы

«Waters» с УФ-детектором (Waters 2487) с

дегазатором и автоматическим пробоотборником

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 24104—01

Весы технические ВЛКТ-500

ГОСТ 24104—01

Колбы мерные на 10, 100 и 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 объемом 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>

ГОСТ 29227—91

pH-метр универсальный ЭВ-74

ГОСТ 22261—76

Цилиндры мерные на 50, 100, 500 и 1 000 см<sup>3</sup>

ГОСТ 23932—90

**Примечание.** Допускается использование средств измерения иных производителей с аналогичными характеристиками, но не ниже указанных.

### 3.2. Реактивы

Ацетон, осч

ТУ 6-09-3513—86

Ацетонитрил для ВЭЖХ, сорт 1 или хч

ТУ 6-09-3534—87

Вода бидистиллированная, деионизированная

ГОСТ 6709—79

Гексан, хч

ТУ 2631-003-05807999—98

Кислота ортофосфорная, хч

ГОСТ 6552—80

Метилен хлористый

ТУ 2631-019-44493179—98

Натрий серно-кислый безводный, ч, свежепрокаленный

ГОСТ 4166—76

Римсульфурон, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9% (Sigma-Aldrich)

**Примечание.** Допускается использование реактивов с аналогичной квалификацией, но не ниже указанной.

### 3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка SunFire C18 (250 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA)	
Бидистиллятор	
Вакуумный манипулятор для работы с патронами для твердофазной экстракции (Waters, кат. № WAT 200677)	
Ванна ультразвуковая УЗВ-1.3	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98
Воронки делительные объемом 250 и 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Колбы плоскодонные на шлифах КШ 250 <sup>29/32</sup> ТС	ГОСТ 25336—82
Колбы-концентраторы емкостью 100 и 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Патроны Диапак С16 (Биохиммак) 0,4 г	
Предколлонка Waters SunFire C18 (20 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA).	
Ротационный испаритель вакуумный Buchi R-205	
Стаканы химические объемом 100, 200 и 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86

**Примечание.** Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных.

## 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 (SunFire C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы ( $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

### 7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *Приготовление 50 %-го раствора ацетона:* в мерную колбу емкостью  $1 \text{ дм}^3$  помещают 500 мл ацетона и доводят объем до метки дистиллированной водой.

7.2.2. *Приготовление 2М раствора ортофосфорной кислоты:* 200 г 98 %-й (или 225 г 87 %-й) кристаллической  $\text{H}_3\text{PO}_4$  помещают в мерную колбу объемом  $1 \text{ дм}^3$ , растворяют в  $600 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой.

7.2.3. *Приготовление 0,005М раствора ортофосфорной кислоты:* в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$  помещают  $2,5 \text{ см}^3$  2М раствора  $\text{H}_3\text{PO}_4$  и доводят объем до метки водой для ВЭЖХ.

7.2.4. *Приготовление подвижной фазы:* в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$  помещают  $400 \text{ см}^3$  ацетонитрила и доводят объем до метки 0,005М раствором ортофосфорной кислоты.

7.2.5. *Приготовление элюента:* в колбе на 100 см<sup>3</sup> смешивают 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила и доводят объем до метки дистиллированной водой.

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

*Основной раствор с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup>:* точную навеску римсульфурана (50 ± 0,1) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в ацетонитриле и доводят до метки тем же растворителем.

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мг/см<sup>3</sup> готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы.

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

При изучении полноты определения для внесения в матрицу используют ацетонитрильные растворы римсульфурана, которые готовят из основного стандартного раствора с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup> методом последовательного разбавления ацетонитрилом.

### 7.4. *Построение градуировочного графика*

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация римсульфурана в растворе) в хроматограф вводят по 20 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 римсульфурана в градуировочном растворе.

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

$$C = K S, \text{ где}$$

$S$  – 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:

$$\frac{|C - C_k|}{C} \cdot 100 \leq \lambda_{\text{гид}}, \text{ где}$$

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

$C_k$  – результат контрольного измерения массовой концентрации римсульфурана в градуировочном растворе;

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

### 7.5. Подготовка патронов Дианак С16

Непосредственно перед употреблением через патрон последовательно пропускают по  $2 \text{ см}^3$  ацетонитрила и воды. Скорость потока не более  $2 \text{ см}^3/\text{мин}$ .

## 8. Отбор проб и хранение

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», от 21.08.1979 № 2051—79, а также в соответствии с ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Требования при заготовках и поставках».

Пробы плодов томатов помещают в морозильную камеру с температурой  $-18^\circ\text{C}$  и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

## 9. Проведение определения

### 9.1. Определение римсульфурана в плодах томатов

В коническую колбу емкостью  $250 \text{ см}^3$  помещают  $(20 \pm 0,1)$  г измельченного образца и экстрагируют римсульфуран  $50 \text{ см}^3$  смеси ацетон–вода (50 : 50, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют. Объединенный экстракт упаривают на роторном испарителе при температуре не выше  $40^\circ\text{C}$ . Объём водного остатка доводят до  $100 \text{ см}^3$  дистиллированной водой, помещают в делительную воронку объёмом  $250 \text{ см}^3$  и промывают дважды гексаном порциями по  $25 \text{ см}^3$ , встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и отбрасывая после расслоения верхний органический слой.

Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 3 и римсульфуран экстрагируют хлористым метилом дважды по  $50 \text{ см}^3$ , встряхивая воронку каждый раз по 2—3 мин. Верхний водный слой от-

брасывают. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 см<sup>3</sup> хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают досуха на ротном испарителе при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и количественно переносят в откондиционированный патрон (п. 7.5). Фильтрат отбрасывают. Римсульфурон элюируют 3 см<sup>3</sup> смеси ацетонитрил–вода в соотношении 50 : 50, приготовленной по п. 7.2.5. Элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> подвижной фазы и 20 мм<sup>3</sup> полученного раствора вводят в хроматограф.

### 9.2. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы Waters с УФ-детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками. Рабочая длина волны 230 нм.

Предколонка Waters SunFire C18 (20 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA) для защиты аналитической колонки. Колонка SunFire C18 (250 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Температура колонки 30 °С. Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 40 : 60. Скорость потока 1 см<sup>3</sup>/мин. Дозируемый объем 20 мм<sup>3</sup>. Линейный диапазон детектирования 0,05—1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

Время удерживания римсульфурана (11,5 ± 0,2) мин.

### 10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание римсульфурана  $X$  (мг/кг) вычисляют по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{S_x \text{ ЧК ЧУ Ч00}}{P \text{ Ч} f}, \text{ где}$$

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

$K$  – 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 римсульфурана, приведенная в табл. 2, (%).

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор римсульфурана с концентрацией  $1,0 \text{ мкг/см}^3$ , 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:

$$\frac{2 \sqrt{\bar{O}_1 - \bar{O}_2} | \bar{O}_0 |}{(\bar{O}_1 + \bar{O}_2)} J r, \text{ где} \quad (1)$$

$X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мг/кг;  
 $r$  – значение предела повторяемости ( $r = 2,8\sigma$ ).

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

### 12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

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

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

$\delta$  – 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  $0,01 \text{ мг/кг}^*$ ).*

*\* –  $0,01 \text{ мг/кг}$  – предел обнаружения римсульфурана в плодах томатов.*

### 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  $C_\delta$  должна удовлетворять условию:

$$\tilde{N}_a = D_{e,\delta} + D_{e,\delta y}, \text{ где}$$

$\pm D_{e,\delta}$  ( $\pm D_{e,\delta y}$ ) – 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:

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

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

Результат контроля процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{C}_y - \bar{C} - C_\delta, \text{ где}$$

$\bar{C}_y$ ,  $\bar{C}$ ,  $C_\delta$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$\hat{E} = \sqrt{D_{e,\delta y}^2 + D_{e,\delta}^2}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

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

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

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

$$\frac{2 \sqrt{|\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2|} \sqrt{100}}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \leq R, \text{ где} \quad (3)$$

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

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

#### 14. Разработчики

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