

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

**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

**Методика измерений остаточных количеств
Тиабендазола в семенах и масле рапса методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2864—11**

Общие положения и область применения

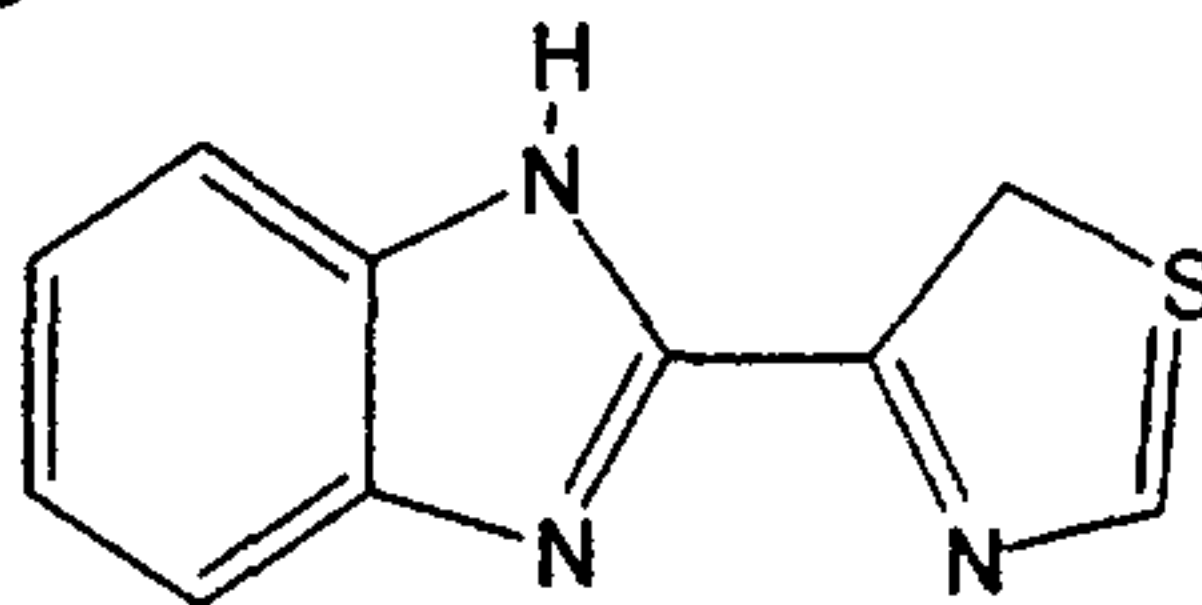
*Свидетельство об аттестации методики от 23.11.2010
№ 01.5.04.693.*

Настоящие методические указания устанавливают метод измерения массовой концентрации Тиабендазола в семенах и масле рапса в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество: Тиабендазол.

Структурная формула:



Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(1,3-тиазол-4-ил) бензимидазол.

2-(4-тиазолил)-1H-бензимидазол (С.А.).

Эмпирическая формула: $C_{10}H_7N_3S$.

Молекулярная масса: 201,3.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления: 297—298 °С. Давление паров при 25 °С: $4,6 \times 10^{-4}$ мПа. Коэффициент распределения н-октанол-вода: $K_{ow} \log P = 2,39$ (рН 7).

Растворимость (г/л) при 20 °С: н-гептан — < 0,01, ксилол — 0,13, ацетон — 2,43, 1,2-дихлорэтан — 0,81, метанол — 8,28, этилацетат — 1,49, н-октанол — 3,91, вода — 10,0 (рН 2), 0,16 (рН 4), 0,03 (рН 7–10). Устойчив к гидролизу. Водный фотолиз (20 °С, рН 5, DT₅₀ 29 ч); pK_{a1} = 4,73; pK_{a2} = 12,00.

Краткая токсикологическая характеристика: Острая пероральная токсичность (LD₅₀) для мышей — 3 600 мг/кг, крыс — 3 100 мг/кг, кроликов — 3 800 мг/кг, птиц — более 2 250 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD₅₀) для кроликов — более 2 000 мг/кг, не ирритант; ингаляционная токсичность (LC₅₀) для крыс — более 0,5 мг/кг. Не токсичен для пчел. СК₅₀ для рыб 0,55 мг/л при экспозиции 96 ч. Класс токсичности по ВОЗ — III.

Область применения: Тиабендазол — системный фунгицид защитного и лечебного действия. Тиабендазол образует защитный слой на обработанной поверхности, используется на овощных, плодовых и зерновых культурах. Не совместим с купратами и окисляющими агентами, такими как хлораты и нитраты.

Гигиенические нормативы для Тиабендазола в семенах и масле рапса в России не установлены.

2. Методика определения Тиабендазола в семенах и масле рапса методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении Тиабендазола методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой на колонке с силикагелем.

2.1.2. 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

Диапазон измерений, массовая концентрация, мг/кг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_p , %	Показатель промежуточной прецизионности (относительное среднеквадратическое отклонение в условиях вариации факторов «время», «оператор» в одной лаборатории), σ_{Rp} , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
Семена рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	5	12	14	24
Масло рапса от 0,01 до 0,10 вкл.	6	7	8	16
* Соответствует расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата $k = 2$.				

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

Таблица 2

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S , %	Доверительный интервал среднего результата, $\pm$ %
Семена рапса	0,01	0,01—0,1	89,4	2,7	5,3
Масло рапса	0,01	0,01—0,1	89,8	1,1	2,3

2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения Тиабендазола достигается сочетанием условий подготовки проб и хроматографического анализа.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил для ВЭЖХ, сорт 1 или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Изопропиловый спирт	ТУ 2632-015-11291058—95
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Каля перманганат	ГОСТ 20490—75
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота ортофосфорная, хч, 0,005 М	
водный раствор	ГОСТ 6552—80
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий двууглекислый	ГОСТ 83—79
Натрий сернокислый безводный, ч, свежепро-	
каленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил:	
0,005 М раствор H_3PO_4 (40 : 60, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии	
60 (0,040—0,063 mm) («Merck», Германия)	
Стекловата	
Тиабендазол, аналитический стандарт с содер-	
жанием д.в. 99,8 % (Cheminova)	
Элюент № 1 для колоночной хроматографии:	
смесь гексан – ацетон (80 : 20, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии:	
смесь гексан – ацетон (15 : 85, по объему)	

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «Альянс»
фирмы «Waters» с УФ-детектором
(Waters 2487) с дегазатором и автоматическим
пробоотборником или аналогичный
Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4,6) мм, 3 мкм
(Waters, USA) или аналогичная

Ванна ультразвуковая УЗВ-1,3, или аналогичная	ГОСТ Р МЭК 60335-2-15—98
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Мельница лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Ротационный испаритель вакуумный Buchi R-205 или аналогичный	
Бидистиллятор	
pH-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-250 и 500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные на 50, 100, 500 и 1 000 см ³	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 см ³	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см ³	ГОСТ 22292—74
Колонки стеклянные (25 × 1) см	

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками не ниже указанных.

2.4. Отбор проб

Отбор проб семян рапса производится в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 2 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы проверяют чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 см³ растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объёма 1,0 см³ и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Spherisorb Phenyl) кондиционируют в потоке подвижной фазы ($1 \text{ см}^3/\text{мин}$) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 0,005 М раствора ортофосфорной кислоты 0,5 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 дм^3 , растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 800 мл н-гексана и 200 мл ацетона. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 150 мл н-гексана и 850 мл ацетона.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску Тиабендазола (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией $1,0 \text{ мг}/\text{см}^3$).

Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 и $2,0 \text{ мкг}/\text{см}^3$ готовят методом последовательного разбавления по объёму, используя раствор подвижной фазы [смесь ацетонитрил – 0,005 М H_3PO_4 (40 : 60, по объёму)]. Стандартный и градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца.

Для внесения в контрольный образец при определении полноты извлечения используют стандартный раствор, разбавленный ацетонитрилом до нужного уровня концентраций методом последовательного разбавления. Растворы для внесения в масло готовят из стандартного раствора с концентрацией $0,5 \text{ мг}/\text{см}^3$ методом последовательного разбавления по объёму изопропиловым спиртом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация Тиабендазола в растворе) в хроматограф вводят по 20 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации Тиабендазола в градуировочном растворе ($\text{мкг}/\text{см}^3$).

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

$$\frac{|K_{\text{контр}} - K|}{K} \cdot 100 \leq \lambda_{\text{контр}}, \text{ где}$$

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

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см³ смеси гексан–ацетон (80 : 20, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 см³ элюента № 2 и 30 см³ элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения Тиабендазола на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см³ отбирают 0,1 см³ стандартного раствора Тиабендазола с концентрацией 10 мкг/см³. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40 °С), остаток растворяют в 5 см³ элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см³ элюента № 1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 см³ элюента № 1, которые отбрасывают, затем 100 см³ элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см³ каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3) и анализируют на содержание Тиабендазола (п. 2.6.3).

Фракции, содержащие Тиабендазол, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.3). Рассчитывают содержание Тиабендазола в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания Тиабендазола и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение Тиабендазола из проб семян и масла рапса

Навеску измельченных семян массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и экстрагируют Тиабендазол 40 см³ ацетонитрила на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды порциями по 30 см³.

Навеску масла массой 20 г помещают в делительную воронку емкостью 250 см³ и экстрагируют Тиабендазол трижды ацетонитрилом порциями по 30 см³, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний органический слой.

Объединенные экстракты семян или масла промывают гексаном в делительных воронках дважды по 25 см³, встряхивая смесь каждый раз в течение 1—2 мин и собирая нижний органический слой.

После этого экстракты выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстрактов проводят на колонке с силикагелем по п. 2.6.2.

Внимание! Отделение ацетонитрильного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

2.6.2. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.1 экстрактов растительных материалов, количественно переносят двумя порциями смеси гексан—ацетон (80 : 20, по объему) по 5 см³ каждая в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5). Промывают колонку 50 см³ элюента № 1, который отбрасывают. Тиабендазол элюируют 80 см³ элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 см³. Раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мм³ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2 487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Колонка Spherisorb Phenyl (150 × 4.6) мм, 3 мкм (Waters, USA).

Температура колонки 30 ± 1 °С.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил: 0,005 М раствор H₃PO₄ (40 : 60, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 300 нм.

Объем вводимой пробы 20 мм³.

Линейный диапазон детектирования 0,1—2,00 мкг/мл.

2.6.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание Тиабендазола в образцах семян или масла (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \times C \times V}{S_1 \times P}, \text{ где}$$

S_1 — площадь пика Тиабендазола в стандартном растворе, мм² (мв · сек);

S_2 — площадь пика Тиабендазола в анализируемой пробе, мм² (мв · сек);

V — объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см³;

P — навеска анализируемого образца, г;

C — концентрация стандартного раствора Тиабендазола, мкг/см³;

Содержание остаточных количеств Тиабендазола в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2 параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор Тиабендазола 2 мкг/см³, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

X_1, 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.

4. 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;

$\Delta = \delta \cdot X / 100$, где

δ – 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 Тиабендазола в рапсе).

5. 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».

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

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

Величина добавки C_d должна удовлетворять условию:

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

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг: где

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

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

Результат контроля процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = X' - X - C_d, \text{ где}$$

X' , X , C_d – 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:

$$K = \sqrt{\Delta_{n,X'}^2 + \Delta_{n,X}^2}$$

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.

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

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

6. Требования безопасности

6.1. 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 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 1.2.2701—10 и ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

7. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 5.

8. Разработчики

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

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 01.5.04.686) и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2011.09107).

**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

Тираж 200 экз.

Печ л. 7,25
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