

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Определение остаточных количеств  
тебуконазола, тридимефона и тридименола  
в ботве и корнеплодах свеклы методом  
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2458—09**

**ББК 51.21**  
**О60**

**О60      Определение остаточных количеств тебуконазола, тридимефона и тридименола в ботве и корнеплодах свеклы методом газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.**

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская., Т. Ф. Блинова., О. К. Остроухова).
2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2008 г. № 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 2 февраля 2009 г.
4. Введены в действие с 29 апреля 2009 г.
5. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 31.07.09

Формат 60x88/16

Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

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, 2009  
© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

2 февраля 2009 г.

Дата введения: 29 апреля 2009 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Определение остаточных количеств тебуконазола, тридимефона и тридименола в ботве и корнеплодах свеклы методом газожидкостной хроматографии

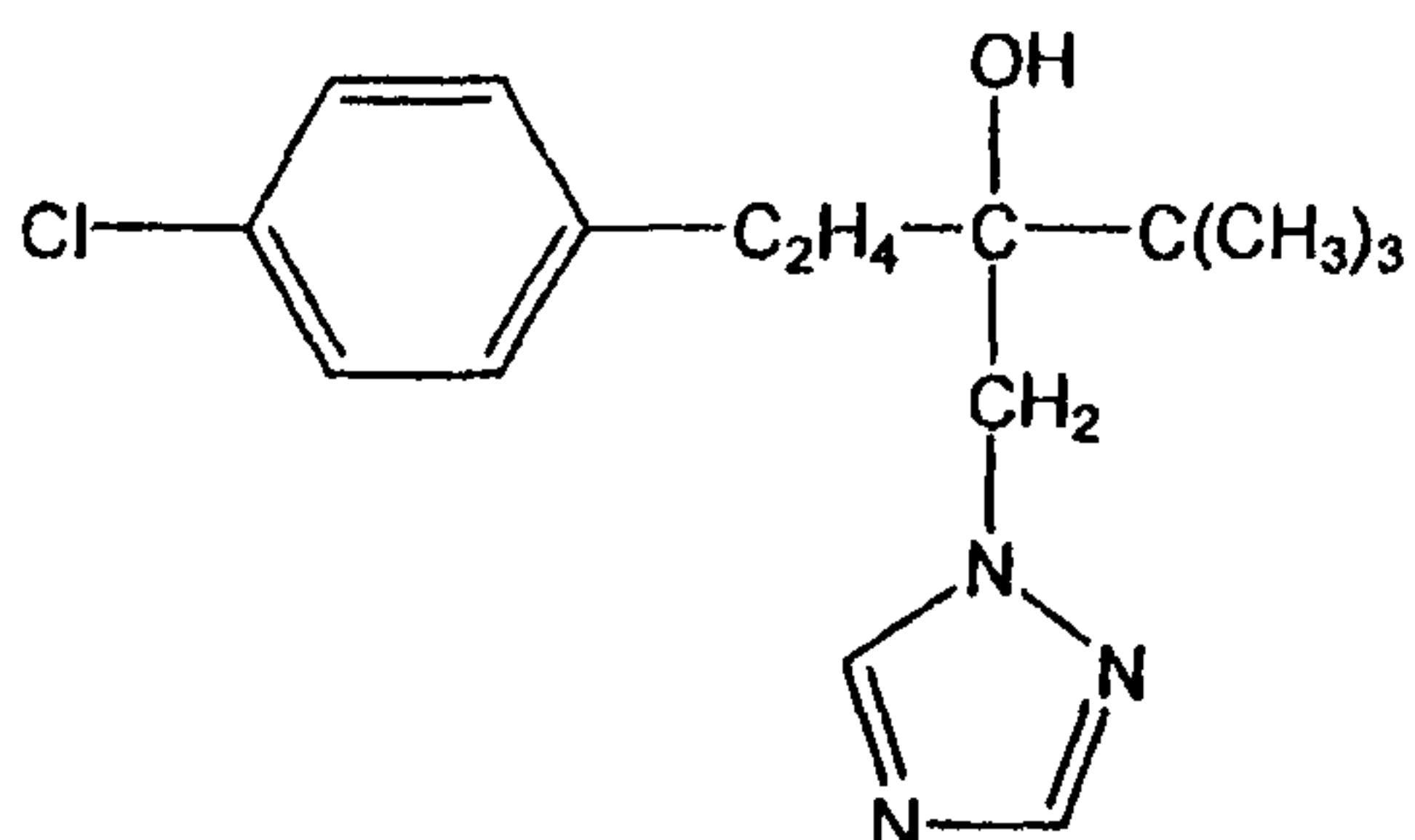
#### Методические указания

МУК 4.1.2458—09

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в корнеплодах свеклы массовой концентрации тебуконазола, триадимефона и триадименола в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг, в ботве свеклы — 0,05—0,5 мг/кг.

#### Тебуконазол

Структурная формула:



$C_{16}H_{22}ClN_3O$   
Мол. масса: 307,8

(RS)-1-р-хлорфенил-4,4-диметил-3-(1Н-1,2,4-триазол-1-ил) метил)пентан-3-ил (IUPAC).

Химически чистый препарат – бесцветное кристаллическое вещество.

Температура плавления: 105 °C

Давление паров при 20 °C –  $1,7 \times 10^{-3}$  мПа

Коэффициент распределения н-октанол/вода:  $K_{ow} \log P = 3,7$  (20 °C)

Растворимость в воде при 20 °C – 36 мг/л (рН 5—9); гексане < 0,1, изопропаноле, толуоле – 5—100, дихлорметане > 200 (в г/л при 20 °C).

Вещество стабильно на свету, при повышенной температуре и гидролизу в чистой воде.

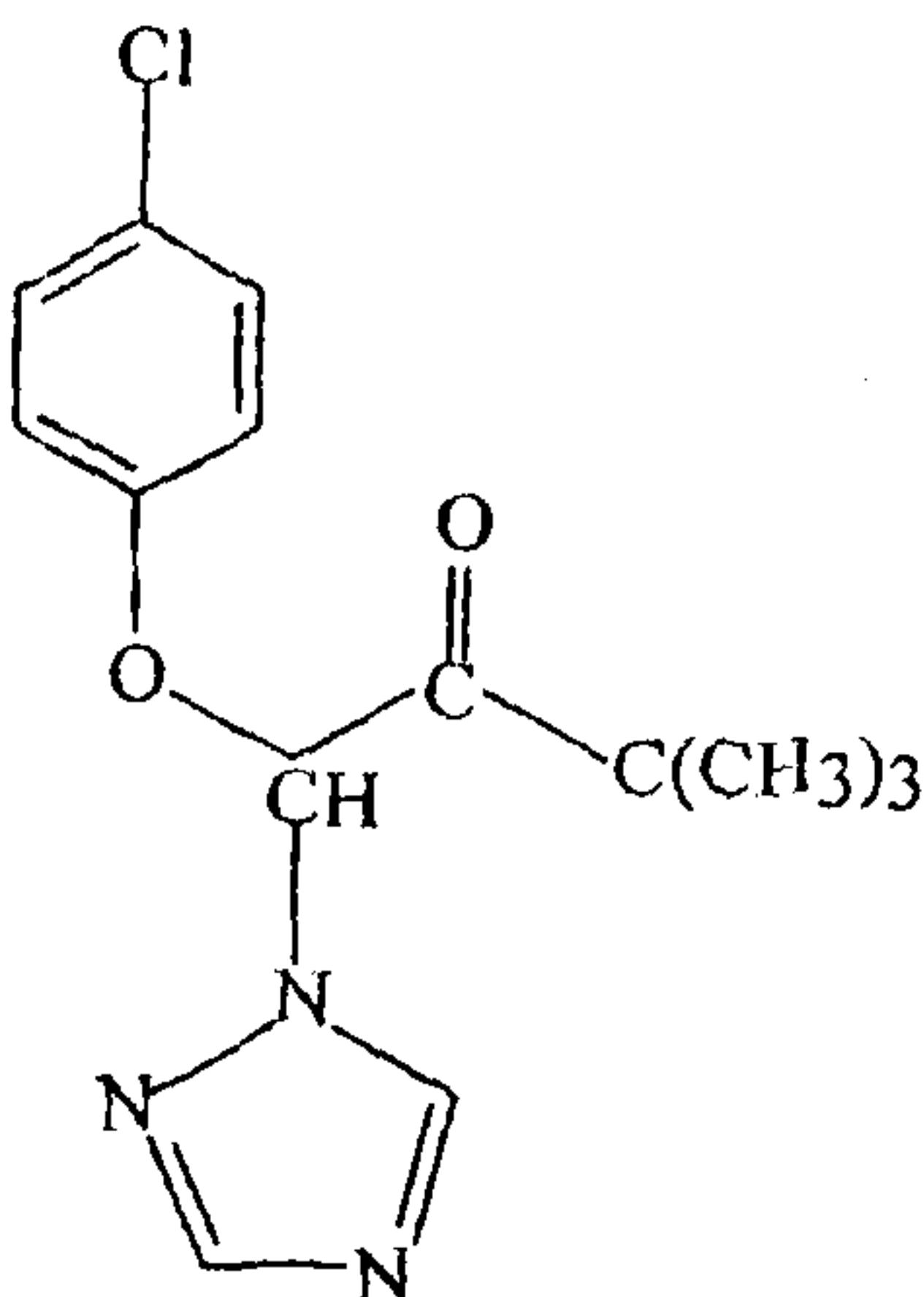
Класс токсичности по ВОЗ – III, ЕПА – II.

Острая оральная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс 4 000 г/кг, дермальная > 5 000 мг/кг.

Область применения: системный фунгицид широкого спектра действия.

### Триадимефон

Структурная формула:



C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>C<sub>1</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>

Мол. масса: 293,8

1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-1-(1Н-1,2,4-триазол-1-ил) бутан-2-он (IUPAC).

Химически чистый препарат – бесцветное кристаллическое вещество со слабым характерным запахом.

Температура плавления: 82,3 °С.

Давление паров при 20 °С – 0,02 мРа, при 25 °С – 0,06 мРа.

Коэффициент распределения н-октанол/вода:  $K_{ow} \log P = 3,11$  (20 °С)

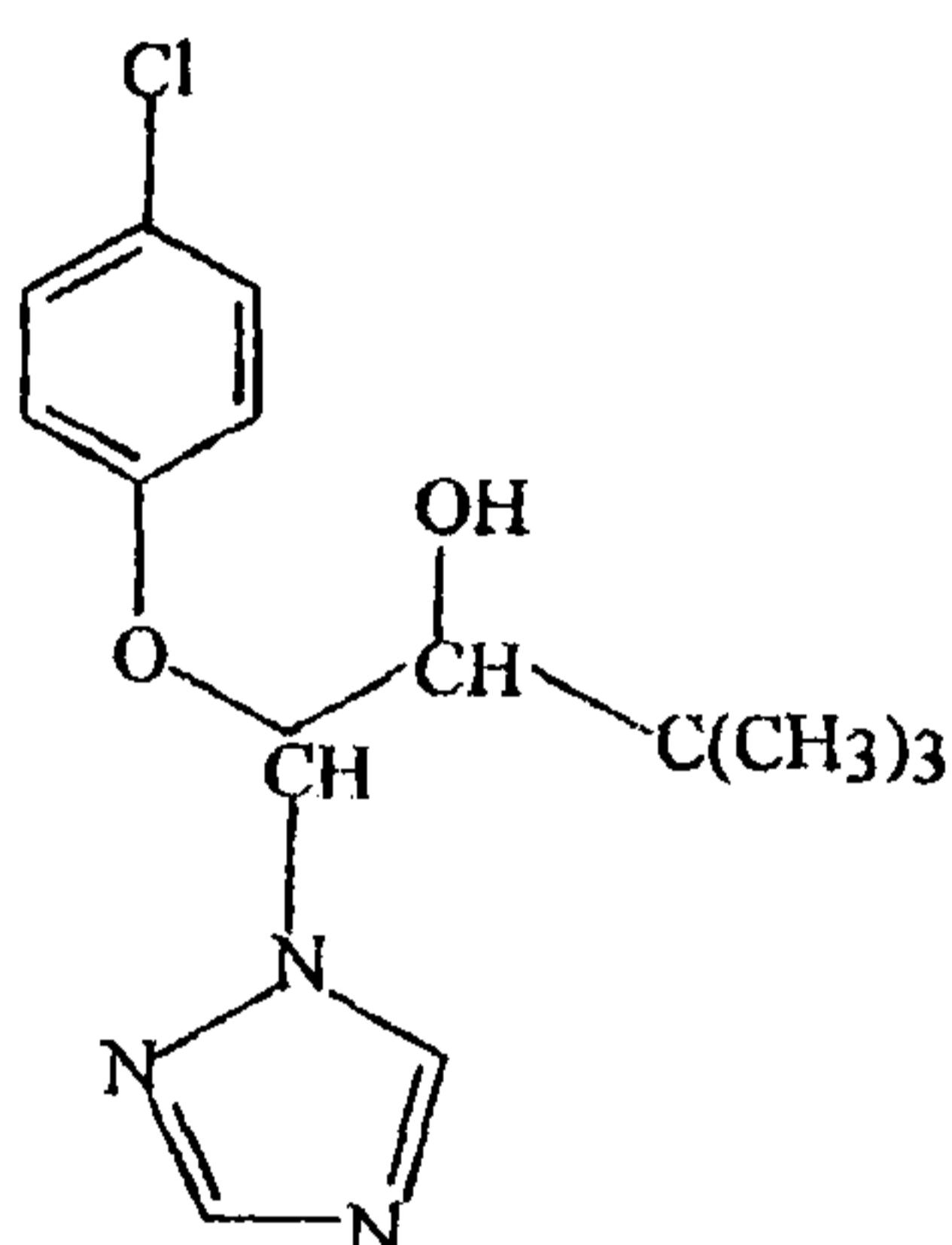
Растворимость в воде при 20 °С – 64 мг/л (рН 5—9); гексане – 6,3, изопропаноле 99, дихлорметане, толуоле > 200 (в г/л при 20 °С); умеренно растворим в большинстве органических растворителей. Устойчив к гидролизу.

Класс токсичности по ВОЗ – III, ЕПА – III.

Область применения: системный фунгицид защитного действия.

**Триадименол**

Структурная формула:



$C_{14}H_{18}ClN_3O_2$

Мол. масса: 295,8

(1RS,2RS;1RS,2SR)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-1-(1Н-1,2,4-триазол-1-ил)бутан-2-ол (IUPAC).

Химически чистый препарат – бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 138,2 °С

Давление паров при 20 °С –  $6 \times 10^{-4}$  мРа.

Коэффициент распределения н-октанол/вода:  $K_{ow} \log P = 3,08$  (20 °С)

Растворимость в воде при 20 °С – 62 мг/л (рН 5—9); гексане – 0,1—1,0, изопропаноле 50—100, толуоле 20—50, дихлорметане > 250 (в г/л при 20 °С). Устойчив к гидролизу. Класс токсичности по ВОЗ – III, ЕПА – III.

Область применения: системный фунгицид защитного действия.

Гигиенические нормативы для сахарной свеклы: тебуконазол – МДУ не установлен, триадимефон – 0,5 мг/кг, триадименол – МДУ не установлен.

**Методика определения тебуконазола, триадимефона и триадименола (при их совместном присутствии) в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии**

**1. Основные положения**

**1.1. Принцип метода**

Методика основана на извлечении тебуконазола, триадимефона и триадименола из образца ботвы или корнеплодов свеклы органическими растворителями с последующей очисткой экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися жидкими фазами и количественном определении газохроматографическим методом с использованием насадочных колонок и термоионного детектора (ТИД) для определения тебуконазола и триадименола и электронозахватного детектора (ДЭЗ или ДГР) для определения триадимефона.

**1.2. Метрологические характеристики**

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

Таблица 1

## Метрологические параметры

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta, \%$ $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$	Предел воспроизводимости, $R, \%$
1	2	3	4	5	6
Корнеплоды					
Тебуконазол	0,01—0,1	50	3,5	9,8	10,8
Триадимефон	0,01—0,1	50	5,4	15,1	16,6
Триадименол	0,01—0,1	50	4,0	11,2	12,3

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6
Ботва свеклы					
Тебуконазол	0,05—0,1	50	4,4	12,3	13,5
	0,1—0,5	25	3,8	10,6	11,7
Триадимефон	0,05—0,1	50	5,9	16,5	18,2
	0,1—0,5	25	5,0	14,0	15,4
Триадименол	0,05—0,1	50	4,8	13,4	14,8
	0,1—0,5	25	4,1	11,5	12,6

**1.3. Избирательность метода**

Избирательность метода определения тебуконазола, триадимефона и триадименола достигается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

**2. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы****2.1. Реактивы и материалы**

Аналитический стандарт тебуконазола  
с массовой долей основного вещества 99,0 %

Аналитический стандарт триадимефона  
с массовой долей основного вещества 99,6 %

Аналитический стандарт триадименола

с массовой долей основного вещества 99,6 %

Азот газообразный высокой чистоты

ТУ 301-07-25—89

Ацетон, осч

ТУ 2633-004-11291058—94

Вода дистиллированная

ГОСТ 7602—76

н-Гексан, хч

ТУ 6-09-3375—78

Изопропиловый спирт, хч

ТУ 6-09-402—75

Дихлорметан, хч

ТУ 2631-019-44493179—98

Натрий сернокислый б/в, чда

ГОСТ 4166—76

Натрий хлористый, чда

ГОСТ 4233—77

Насадки для колонок: 5 % SE-30

на хроматоне N-Super (0,120—0,160 мм) и

5 % ХЕ-60 на хроматоне N-Super (0,120—

0,160 мм)

Стекловата

Толуол, хч	ТУ 6-09-786—76
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Фильтровальная бумага	ТУ 6 091678—86
Силикагель 60 для колоночной хроматографии (170—230 меш) (Merck, № 7734)	
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан–толуол (13 : 7, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь толуол–ацетон (19 : 1, по объему).	
Элюент № 3 для колоночной хроматографии: смесь толуол–ацетон (4 : 1, по объему).	

## 2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый «Цвет 550М» с ТИД и ДПР, с насадочными колонками или аналогичный	
Хроматограф «Кристалл 2000М» с ДТИ, с капиллярной колонкой	
Колонка капиллярная кварцевая длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой HP-1, толщина слоя 0,25 мкм	
Ванна ультразвуковая УЗВ/100 ТН или аналогичная	
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы лабораторные типа ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—2001
Воронки делительные емкостью 250 и 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные со шлифом емкостью 100, 250 и 500 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные со шлифом емкостью 50, 100, 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Колонка стеклянная хроматографическая длиной 12 см, диаметром 1 см	
Микрошприц МШ-10	ТУ 2-833-106
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные емкостью 1, 2 и 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 20292—74
Ротационный вакуумный испаритель Büchi R-200/205 (Швейцария) или аналогичный	

Стаканы химические на 100, 200 и 500 см<sup>3</sup> ГОСТ 25336—82  
 Цилиндры мерные емкостью 100 и 200 см<sup>3</sup> ГОСТ 1770—74

### 3. Отбор и хранение проб

Отбор образцов свеклы для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения образцы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой -18 °С и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

### 4. Подготовка к определению

**4.1. Подготовка и очистка реагентов и растворителей.** Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре + 40 °С до объема 1 см<sup>3</sup> и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

**4.2. Приготовление градиуровочных растворов.** Стандартные растворы готовят растворением в ацетоне (марки осч) по 50 мг аналитических стандартов тебуконазола, триадимефона и триадименола в мерных колбах на 100 см<sup>3</sup>. Из полученных растворов с концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup> готовят градиуровочные растворы с концентрациями 0,5, 1,0, 2,0 и 5,0 мкг/см<sup>3</sup> методом последовательного разбавления гексаном.

При определении полноты извлечения пестицида из образцов свеклы для внесения использовали соответствующие градиуровочные растворы, приготовленные из основного раствора методом последовательного разбавления гексаном. Стандартные растворы тебуконазола и триадимефона хранятся в холодильнике в течение 6 месяцев, триадименола – в течение 1 месяца; градиуровочные растворы – в течение недели.

**4.3. Построение градиуровочного графика.** Для построения градиуровочных графиков (площадь пика – концентрация тебуконазола, триадимефона и триадименола в растворе) в хроматограф вводят по 1 мм<sup>3</sup> градиуровочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации пестицида в градиуровочном растворе (мкг/см<sup>3</sup>).

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

## 5. Проведение определения

*5.1. Ботва и корнеплоды свеклы.* Навеску усредненных проб корнеплодов (50 г) или ботвы свеклы (10 г) измельчают, заливают смесью ацетон-дистиллированная вода (1 : 1 по объему) и экстрагируют тубуконазол, триадименол в ультразвуковой ванне в течение 15 мин.

Экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в колбу на 250 см<sup>3</sup>. Остаток на фильтре дважды промывают водно-ацетоновой смесью порциями по 25 см<sup>3</sup>. К объединенному экстракту добавляют 10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку на 500 см<sup>3</sup>. Пестициды экстрагируют трижды дихлорметаном порциями по 25—30 см<sup>3</sup>. Объединенный экстракт сушат над безводным сернокислым натрием и выпаривают на ротационном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> гексана при определении тебуконазола и триадименола (ТИД) и в 2,5 см<sup>3</sup> гексана при определении триадимефона (ДПР). В хроматограф вводят аликвоту 1 мм<sup>3</sup>.

При одновременном определении трех компонентов с использованием капиллярной колонки может потребоваться дополнительная очистка на колонке с силикагелем 60 (п. 2.5.2 и 2.5.3).

*5.2. Подготовка колонки с силикагелем для дополнительной очистки экстракта.* Силикагель не менее 5 ч прокаливают при 130 °С, охлаждают и хранят в эксикаторе. Навеску силикагеля 98,5 г помещают в круглодонную колбу и добавляют 1,5 г дистиллированной воды. Колбу плотно закрывают и интенсивно встряхивают в течение 5 мин. Затем колбу присоединяют к ротационному испарителю при атмосферном давлении и медленно врашают 2 ч. Деактивированный таким образом силикагель используют в течение 5 дней.

На дно стеклянной колонки помещают тампон из стекловаты и заполняют суспензией 1 г силикагеля в 3 см<sup>3</sup> гексана при открытом кране, сверху вносят слой 5—10 мм безводного сульфата натрия и промывают колонку 5 см<sup>3</sup> гексана. Когда уровень растворителя достигнет верхнего слоя в колонке, кран закрывают. Колонка готова к работе.

*5.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем.* Гексановый раствор анализа переносят на колонку. Открывают кран и дают пробе

впитаться. Когда уровень растворителя достигнет верхнего края колонки, кран закрывают. Колбу ополаскивают 1 см<sup>3</sup> гексана, пипеткой переносят раствор на колонку и открывают кран. Элюат отбрасывают.

Продолжают элюирование последовательно 6 см<sup>3</sup> элюента № 1, затем 6 см<sup>3</sup> толуола, затем порциями по 6 см<sup>3</sup> элюентов № 2 и № 3. Элюаты собирают.

Собранный объединенный элюат выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °C. Сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> гексана и 1 мм<sup>3</sup> вводят в хроматограф.

**Примечание:** профиль вымывания тебуконазола, триадимефона и триадименола может изменяться при использовании силикагеля новой партии или другой марки.

**5.4. Условия хроматографирования.** Условия хроматографирования для тебуконазола: газовый хроматограф «Цвет 550М» с ТИД. Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненная 5 % SE-30 на хроматоне N-Super (0,120—0,160 мм). Температура колонки 235 °C, испарителя 250 °C, детектора 380 °C. Шкала электрометра  $8 \times 10^9$ . Расход газа-носителя (азот) через колонку 30 см<sup>3</sup>/мин, водорода 17,4 см<sup>3</sup>/мин, воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин. Хроматографируемый объем 1 мм<sup>3</sup>.

Условия хроматографирования для триадименола: газовый хроматограф «Цвет 550М» с ТИД. Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненная 5 % XE-60 на хроматоне N-Super (0,120—0,160 мм). Температура колонки 210 °C, испарителя 250 °C, детектора 390 °C. Шкала электрометра  $16 \times 10^9$ . Расход газа-носителя (азот) через колонку 33,5 см<sup>3</sup>/мин, водорода 17,3 см<sup>3</sup>/мин, воздуха 200 см<sup>3</sup>/мин. Хроматографируемый объем 1 мм<sup>3</sup>.

Условия хроматографирования для триадимефона: газовый хроматограф «Цвет 550М» с ДПР. Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3 мм, заполненная 5 % SE-30 на хроматоне N-Super (0,120—0,160 мм). Температура колонки 200 °C, испарителя 240 °C, детектора 270 °C. Шкала электрометра  $32 \times 10^{10}$ . Расход газа-носителя (азот) через колонку 40 см<sup>3</sup>/мин. Хроматографируемый объем 1 мм<sup>3</sup>.

#### *Альтернативные условия хроматографирования*

Газовый хроматограф «Кристалл 2000 М» с ТИД, колонка кварцевая капиллярная длиной 30 м, диаметром 0,32 мм, неподвижная фаза НР-1, толщина слоя 0,25 мкм. Температура колонки программируется от 170 °C (10 с) до 270 °C (6 мин) со скоростью 25 °C/мин. Температура терmostата детектора 380 °C, испарителя 270 °C. Расход газа-носителя 1 (азот)-14,5 см<sup>3</sup>/мин, водорода — 14 см<sup>3</sup>/мин, воздуха — 200 см<sup>3</sup>/мин. Рас-

ход газа 2 (азот, сброс) 8 см<sup>3</sup>/мин. Расход газа 3 (азот, поддув ТИД) 28 см<sup>3</sup>/мин; расход газа 5 (водород) – 13 см<sup>3</sup>/мин, газа 6 (воздух) 200 см<sup>3</sup>/мин. Деление потока 1 : 4. Дозируемый объем 1 мм<sup>3</sup>.

## 6. Обработка результатов анализа

Содержание тебуконазола, триадимефона и триадименола в пробе рассчитывают методом внешнего стандарта по формуле:

$$X = \frac{H \times A \times V}{H_{ST} \times m}, \text{ где}$$

$X$  – массовая концентрация тебуконазола, тридимефона или триадименола в пробе, мг/кг,

$H$  – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мВ·с);

$H_{ST}$  – высота (площадь) пика аналитического стандарта, мм (мВ·с);

$A$  – концентрация градуировочного раствора, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса аналитической навески, г.

При получении зашкаленных пиков анализируемый экстракт разбавляют гексаном.

## 7. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

$r$  – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом  $r = 2,8 \sigma_r$ .

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

## 8. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

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

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

$\delta$  – 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 или 0,05 мг/кг\*)*

*\*-0,01 и 0,05 мг/кг – пределы обнаружения в корнеплодах и ботве свеклы соответственно).*

## 9. 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:

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

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

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

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

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

$\delta$  – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Результат контроля процедуры  $K_{\pi}$  рассчитывают по формуле:

$$K_K = \overline{X'} - \overline{X} - C_d, \text{ где}$$

$\overline{X'}$ ,  $\overline{X}$ ,  $C_d$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг;

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

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 по 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 ( $R$ )

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

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

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

## 10. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005—88).

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

**Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям по-жарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.**

**11. Требования к квалификации оператора**

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

**12. Разработчики**

Долженко В.И., Цибульская И.А., Блинова Т.Ф., Остроухова О.К.

**МУК 4.1.2458—09****Приложение**

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

**Полнота извлечения тебуконазола, 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, ±, %
Корнеплоды свеклы	0,01	0,01—0,1	85,6	4,5	4,0
Ботва свеклы	0,05	0,05—0,5	82,2	5,2	4,7

**Полнота извлечения триадименола, 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, ±, %
Корнеплоды свеклы	0,01	0,01—0,1	84,6	4,7	4,2
Ботва свеклы	0,05	0,05—0,5	80,2	5,4	4,9

**Полнота извлечения триадимефона, 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, ±, %
Корнеплоды свеклы	0,01	0,01—0,1	82,2	5,2	4,7
Ботва свеклы	0,05	0,05—0,5	78,8	5,8	5,3