

**Государственное  
санитарно-эпидемиологическое  
нормирование  
Российской Федерации**

---

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ  
КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ,  
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ  
СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ  
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.1025–1026–01  
МУК 4.1.1130–1152–02  
МУК 4.1.1154–1165–02**

**Выпуск 1**

---

**МОСКВА  
2004**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

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

**Сборник методических указаний**

**МУК 4.1.1025—1026—01;  
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;  
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02**

**Выпуск 1**

**ББК 51.23**

**О60**

**О60      Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—352 с.**

**ISBN 5—7508—0491—7**

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23**

**ISBN 5—7508—0491—7**

**© Минздрав России, 2004**

**© Федеральный центр госсанэпиднадзора  
Минздрава России, 2004**

## **Содержание**

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 .....	5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, гружах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 .....	13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 .....	22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 .....	36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 .....	42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 .....	52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 .....	57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 .....	64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 .....	76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 .....	82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и лука методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 .....	100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 .....	111
Определение остаточных количеств Люfenурана в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 .....	118
Измерение концентраций Люfenурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 .....	128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 .....	134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 .....	148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 .....	155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 .....	166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02.....	174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 .....	186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде почве зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков зерне кукурузы семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 .....	194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02.....	212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 .....	225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 .....	232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02 .....	238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02.....	244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 .....	254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 .....	267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 .....	275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 .....	282
Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 .....	289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 .....	296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 .....	303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02.....	316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 .....	326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 .....	334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02.....	343

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра здраво-  
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

Дата введения: 1 января 2003 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Измерение массовой концентрации Тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

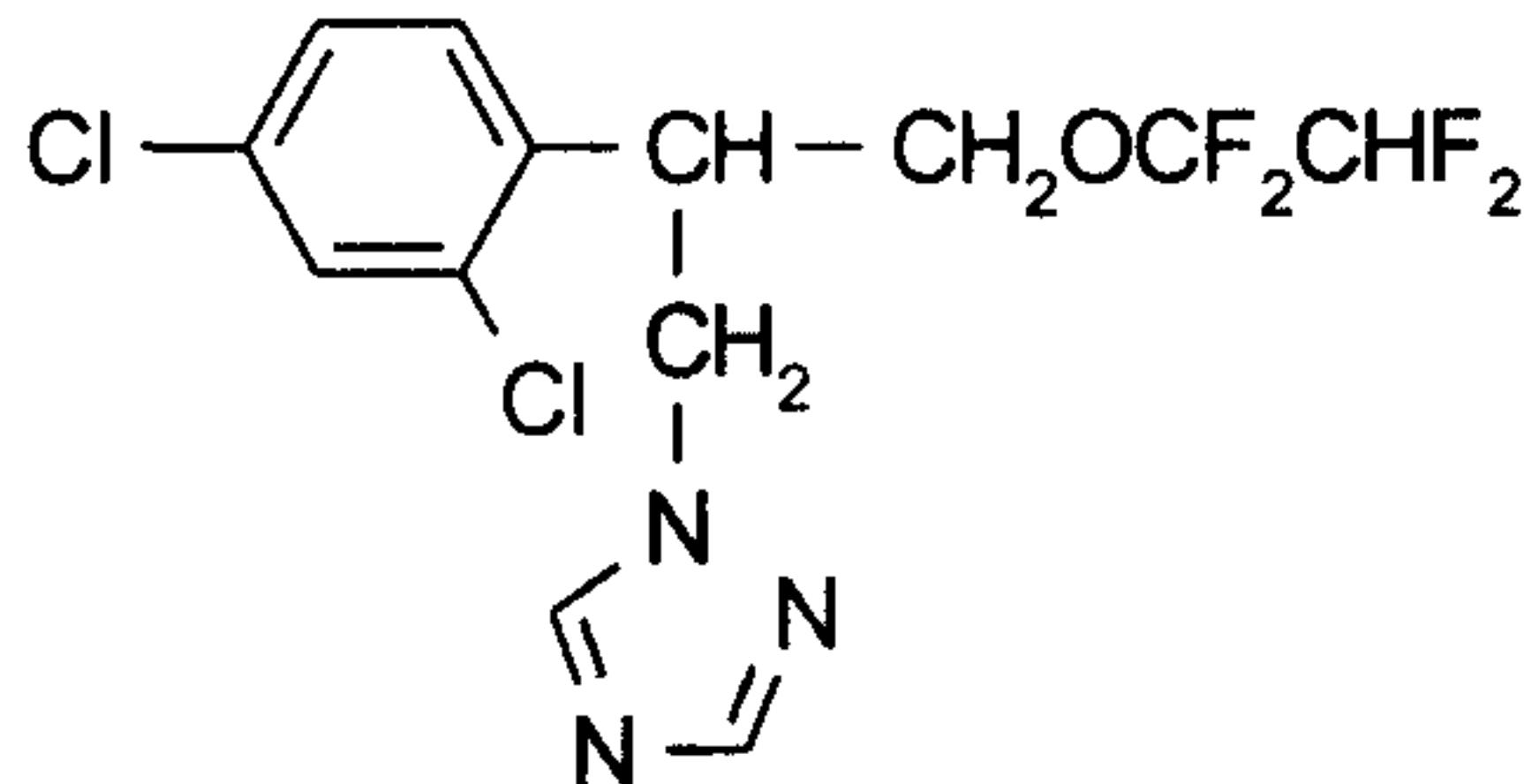
#### Методические указания

МУК 4.1.1165—02

Настоящие методические указания устанавливают методику коли-  
чественного химического анализа воздуха рабочей зоны методом газо-  
жидкостной хроматографии для определения в нем массовой концен-  
трации тетраконазола в диапазоне 0,1—1,0 мг/м<sup>3</sup>.

Тетраконазол – действующее вещество препарата ЭМИНЕНТ, ВЭ  
(125 г/л), фирма- производитель ТОМЕН КОРПОРЕЙШН, Япония.

(RS)-2-(2,4-дихлорфенил)-3-(1Н-1,2,4-триазол-1-ил)-1-(1,1,2,2-тетра-  
фторэтокси)- пропан (IUPAC).



C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>Cl<sub>2</sub>F<sub>4</sub>N<sub>3</sub>O

М. м. 372,1

Бесцветная вязкая жидкость, не имеет запаха. Разлагается при 235—240 °C до кипения. Давление паров при 20 °C: 1,4 × 10<sup>-6</sup> мм рт. ст. Плотность – 1,459 г/см<sup>3</sup> (20 °C). Растворимость в органических растворителях при 20 °C (вес. %): метанол – более 52; этиловый спирт – 46,7;

этилацетат – 42,2; 1,2-дихлорэтан – 41,7; ацетон – 40,3; ксиол – 29,9; гексан – 2,4. Растворимость в воде при 20 °С (мг/дм<sup>3</sup>): 189,8. Коэффициент распределения н-октанол–вода  $\log K_{ow}$  3,56 при 20 °С.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

#### *Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс (самцы) – 1 248 мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс – более 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ( $LK_{50}$ ) для крыс – более 3 660 мг/м<sup>3</sup>.

#### *Область применения препарата*

Тетраконазол – системный фунгицид, рекомендуемый для борьбы с широким спектром болезней озимых и яровых зерновых культур.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,6 мг/м<sup>3</sup>.

### **1. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 22\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

### **2. Метод измерения**

Измерения концентраций тетраконазола выполняют методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР).

Концентрирование тетраконазола из воздуха осуществляют на бумажные фильтры «синяя лента».

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы – 0,1 нг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

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

#### *3.1. Средства измерений*

Газовый хроматограф «Цвет», снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с пределом детектирования по линдану  $4 \times 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>

ТУ 2.722.150

или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками

Микрошлизы типа МШ-1, вместимостью

1 мкл

ТУ 5Е2-833-024

Аспирационное устройство ЭА-1	ТУ 25-11-1414—78
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0— 55 °С	ТУ 215—73Е
Мерные колбы, вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 20292—74Е
Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.	

### 3.2. Реактивы

Тетраконазол с содержанием д. в. 99,37 % (Томен Корпорейшн, Япония)	
Азот, осч, из баллона	ГОСТ 9293—79
Ацетон, ч	ГОСТ 2603—79
н-гексан, хч	ТУ 6-09-4521—77
Хроматон Супер с 5 % SE-30 (0,2—0,25 мм), Хемапол, Чехия	
Хроматон NAW-DMCS с 5 % OV-210 (0,12—0,16 мм), Хемапол, Чехия	
Этиловый спирт	ГОСТ 5964—67

### 3.3. Вспомогательные устройства

Бумажные фильтры «синяя лента», обеззо- ленные, предварительно промытые ацетоном или этанолом	ТУ 6-09-2678—77
Воронки химические, конусные, диаметром 34—40 мм	ГОСТ 25336—82Е
Груша резиновая	
Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 мл	ГОСТ 10394—72
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82Е
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель B-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917—76
Стаканы химические, вместимостью 100 мл	ГОСТ 25336—82Е
Стеклянные палочки	

Фильтродержатели пластмассовые,  
диаметром 18—20 мм

Хроматографическая колонка стеклянная,  
длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм

Допускается применение другого оборудования и хроматографических колонок с аналогичными техническими характеристиками.

#### **4. Требования безопасности**

4.1. При работе с реактивами соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

#### **5. Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на газовом хроматографе.

#### **6. Условия измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15150—69 при температуре воздуха  $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ , атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности не более 80 %.

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

#### **7. Подготовка к выполнению измерений**

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление стандартных растворов, подготовку хроматографической колонки и установление градуировочной характеристики, отбор проб.

##### **7.1. Приготовление стандартных растворов**

###### **7.1.1. Исходный раствор тетраконазола для градуировки (концентрация 100 мкг/см<sup>3</sup>)**

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,0100 г тетраконазола, растворяют в 50—70 см<sup>3</sup> ацетона, доводят ацетоном до метки,

тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3 месяцев.

#### *7.1.2. Раствор № 1 тетраконазола для градуировки (концентрация 10 мкг/см<sup>3</sup>)*

В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> исходного стандартного раствора тетраконазола (п. 7.1.1) с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют ацетоном до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение 1 месяца.

#### *7.1.3. Рабочие растворы №№ 2—6 для градуировки (концентрация 0,1—1,0 мкг/см<sup>3</sup>)*

В 5 мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят по 1,0; 2,5; 5,0; 7,0 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора № 1 (п. 7.1.2) с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup>, доводят объем до метки ацетоном. Получают растворы №№ 2-6 с концентрациями 0,1; 0,25; 0,5; 0,7 и 1,0 мкг/см<sup>3</sup>. Растворы хранятся в холодильнике в течение 1 месяца.

### **7.2. Отбор проб**

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». В течение 15 минут последовательно отбирают 3 пробы, для чего воздух с объемным расходом 1—2 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют в течение 5 минут через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации тетраконазола на уровне 0,5 ОБУВ воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 2 дм<sup>3</sup> воздуха.

Срок хранения в холодильной камере при 4 °C отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты – 14 дней.

### **7.3. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки**

Готовую насадку (5 % SE-30 на Хроматоне Супер, 0,20—0,25 мм или 5 % OV-210 на Хроматоне NAW-DMCS, 0,12—0,16 мм) засыпают в стеклянную колонку длиной 2 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в терmostате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 260 °C в течение 10—12 часов.

### **7.4. Установление градуировочной характеристики**

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах тетраконазола. Она вы-

ражает зависимость высоты пика (мм) от концентрации тетраконазола в растворе (мкг/см<sup>3</sup>) и строится с использованием 5 стандартных растворов №№ 2—6, приготовленных по п. 7.1.3. В испаритель прибора вводят по 1 мм<sup>3</sup> данных градуировочных растворов и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.4.1.

#### 7.4.1. Условия хроматографирования

Хроматограф газовый «Цвет 500М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов

7.4.1.1. Хроматографическая колонка длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная 5 % SE-30 на Хроматоне Супер (0,20—0,25 мм)

Температура терmostата колонки	240 °C
детектора	300 °C
испарителя	250 °C
Скорость газа-носителя (азота)	50 ± 1 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	64 × 10 <sup>10</sup> Ом
Скорость движения ленты самописца	200 мм/ч
Объем вводимой пробы	1 мм <sup>3</sup>
Время удерживания тетраконазола	115 ± 2 с
Линейный диапазон детектирования	0,1—1,0 нг

#### 7.4.1.2. Альтернативная колонка

Хроматографическая колонка длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная 5 % OV-210 на Хроматоне NAW-DMCS (0,12—0,16 мм),

Температура терmostата колонки	205 °C
детектора	300 °C
испарителя	250 °C
Скорость газа-носителя (азота)	27 ± 1 мл/мин
Рабочая шкала электрометра	64 × 10 <sup>10</sup> Ом
Скорость движения ленты самописца	240 мм/ч
Объем вводимой пробы	1 мм <sup>3</sup>
Время удерживания тетраконазола	100 ± 2 с
Линейный диапазон детектирования	0,1—1,0 нг

Градуировочную характеристику проверяют ежедневно по 1—2 стандартным растворам различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более чем на ± 11 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие стандартные растворы.

## 8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранный пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, заливают 10 см<sup>3</sup> ацетона, оставляют на 10 минут, периодически перемешивая. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 см<sup>3</sup>.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 40—45 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Сухой остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> гексана, хроматографируют в условиях, указанных в пп. 7.4.1.1 или 7.4.1.2.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Измеряют высоты пиков на хроматограмме с точностью до 0,5 мм.

Перед анализом опытной пробы проводят хроматографирование холостой (контрольной) пробы – экстракта неэкспонированного фильтра.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1,0 мкг/мл разбавляют гексаном.

## 9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию тетраконазола в пробе воздуха,  $X$ , мг/м<sup>3</sup> рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C W}{V_{20}}, \text{ где}$$

$X$  – содержание тетраконазола в пробе воздуха, мг/м<sup>3</sup>;

$C$  – концентрация тетраконазола в хроматографируемом растворе, установленная по градуировочной характеристике, мкг/см<sup>3</sup>;

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

$V_{20}$  – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм<sup>3</sup>.

$$V = 0,386 \frac{P}{273 + T} \cdot ut, \text{ где}$$

$T$  – температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), °С;

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

$u$  – расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин;

$t$  – длительность отбора пробы, мин.

Если пробоотборное устройство фиксирует объем воздуха ( $V$ , дм<sup>3</sup>), в вышеприведенной формуле произведение  $ut$  заменяется на  $V$ .

## 10. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

- результат анализа  $\bar{X}$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), характеристика погрешности  $\delta, \%$ ,  $P = 0,95$  или  $\bar{X} \pm \Delta \text{ мг}/\text{м}^3, P = 0,95$ ), где

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \text{ мг}/\text{м}^3$$

За результат анализа ( $\bar{X}$ ) принимается среднее арифметическое результатов параллельных определений  $X_1$  и  $X_2$  ( $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$ ), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости  $d$ , равного 21 %.

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

## 11. Контроль погрешности измерений

### 11.1. Контроль воспроизводимости измерений

Образцами для контроля служат градуировочные стандартные растворы №№ 2—6 тетраконазола. Процедура контроля состоит в приготовлении растворов по п. 7.1.3, определении содержания тетраконазола в образце по п. 7.4.1.

Проводят анализ 2 объемов градуированного раствора, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа, используя разные наборы мерной посуды, партии реактивов. В работе участвуют два аналитика. Результаты анализа должны удовлетворять условию:

$$|X_1 - X_2| < 0,01 \cdot \bar{X} \cdot D, \text{ где}$$

$X_1$  и  $X_2$  — результаты двух определений концентрации тетраконазола в условиях воспроизводимости,  $\text{мкг}/\text{см}^3$ ;

$\bar{X}$  — среднее арифметическое  $X_1$  и  $X_2$ ,  $\text{мкг}/\text{см}^3$ ;

$D$  — норматив оперативного контроля воспроизводимости измерений, равный 22 %.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

## 11.2. Контроль погрешности измерений

Для контроля погрешности измерений используют те же образ что и для контроля воспроизводимости. Измерения считают соответствующими нормативу оперативного контроля погрешности, если выполняется условие:

$$|X - X_m| < 0,01 \cdot X_m \cdot K, \text{ где}$$

$K$  – норматив оперативного контроля погрешности, равный 22 %;

$X$  – результат определения концентрации тетраконазола, мкг/см<sup>3</sup>;

$X_m$  – содержание тетраконазола в контрольном растворе, мкг/см<sup>3</sup>.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

## 12. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф., Юдина Т. В., Мошлакова Л. А., Волчек С. И., Волкова В. Н. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.).

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

**Сборник методических указаний**

**Выпуск 1**

**Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В., Кучурова Л. С., Максакова Е. И.  
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.**

**Подписано в печать 29.01.04**

**Формат 60x88/16**

**Печ. л. 22.0**

**Тираж 1500 экз.**

**Заказ 6417**

**Министерство здравоохранения Российской Федерации  
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3**

**Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом  
Федерального центра гигиенического надзора Минздрава России  
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11  
Отделение реализации, тел. 198-61-01**

**Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции  
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия  
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации  
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций  
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30**