Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3561—19

Издание официальное

Москва • 2019

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3561—19

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2019.— 27 с.

ISBN 978–5–7508–1715–3

1. Разработаны ФГБОУ ВО «Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (А. В. Довгилевич, Е. В. Довгилевич, Е. Н. Тестова, Н. В. Устименко).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 11 октября 2019 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1715–3

© Роспотребнадзор, 2019

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
11 октября 2019 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3561—19

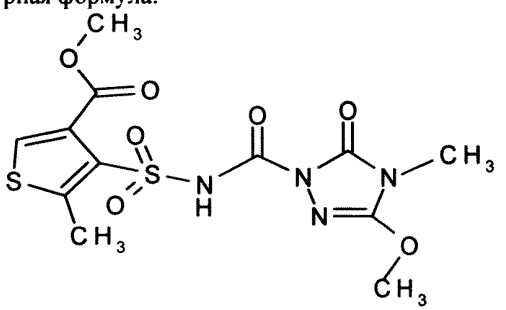
I. Общие положения и область применения

1.1. Настоящие методические указания (далее – МУК) устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения уровня остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве сахарной свеклы в диапазоне 0,05—0,50 мг/кг и в корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне 0,01—0,10 мг/кг.

1.2. Физико-химические свойства тиенкарбазон-метила.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 3-тиофенкарбоновая кислота, 4-[[[(4,5-дигидро-3-метокси-4-метил-5-оксо-1Н-1,2,4-триазол-1-ил)карбо-нил]амино]сульфонил]-5-метил, метиловый эфир.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{12}H_{14}N_4O_7S_2$.

Молекулярная масса: 390,4.

Цвет, запах: химически чистый тиенкарбазон-метил представляет собой белый порошок с легким характерным запахом.

Температура плавления: > 401 °С.

Температура кипения и замерзания: не определена, т. к. разрушается при 140 °С.

Температура вспышки и воспламенения: более 386 °С.

Плотность: 1,51 г/см^3 при 20 °С.

Давление паров в мм рт. ст.:

– $8{,}8 \times 10^{-14}$ Па при 20 °С (экстраполированный);

– $3{,}7 \times 10^{-13}$ Па при 25 °С (экстраполированный);

– $2{,}3 \times 10^{-10}$ Па при 50 °С (экстраполированный).

Коэффициент распределения октанол–вода:

	P_{ow}	Log P_{ow}
pH 4	0,738	–0,13
pH 7	0,010	–1,98
pH 9	0,0073	–2,14

Растворимость в воде: 72 мг/дм^3 (при 20 °С, pH 3,9).

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, при 20 °С): дихлорметан 100—120, ацетон – 9,54, этилацетат – 2,19, толуен – 0,91, этанол – 0,23, П-гексан – $0{,}15 \times 10^{-3}$.

1.3. *Краткая токсикологическая характеристика*: тиенкарбазон-метил относится к мало опасным по острой оральной ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг), но к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 часа) более 2 018 мг/м^3 воздуха). Тиенкарбазон-метил нефро- и нейротоксичен.

В организме животных тиенкарбазон-метил метаболизируется слабо, в растениях разлагается быстро и полностью. Главными метаболитами в растениях являются BYH 18636-MMT-глюкозид и BYH 18636-N-десметил. В полевых условиях $ДТ_{50}$ тиенкарбазон-метила составляет от 3 до 44,6 дня, $ДТ_{90}$ от 9,9 до 148 дней. Тиенкарбазон-метил фотолитически стабилен. $ДТ_{50}$ в воде составляет от 130 до 148 дней.

Область применения: тиенкарбазон-метил – гербицид системного действия, быстро поглощается листьями и корневой системой сорняков, свободно перемещается по всему растению с нисходящими и восходящими токами питательных веществ. Благодаря системному действию препарат проникает во все части растения, включая «спящие» почки. На

биохимическом уровне гербицид воздействует на фермент ацетолактатсинтазу (ALS), участвующий в цепи биосинтеза аминокислот, и нарушает процессы синтеза белков, что вызывает прекращение деления клеток в меристемных тканях сорных растений.

1.4. МУК предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов, а также могут быть использованы организациями, аккредитованными в установленном порядке на проведение исследований продовольственного сырья, пищевых продуктов.

1.5. МУК носят рекомендательный характер.

II. Погрешность измерений

2.1. 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.

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

Таблица 1

Метрологические параметры для тиенкарбазон-метила

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %, $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Ботва сахарной свеклы	0,05—0,10 вкл.	50	7	20	28
	0,20—0,50 вкл.		8	22	31
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01—0,10 вкл.	50	8	22	31

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для тиенкарбазон-метила

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, S, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Ботва сахарной свеклы	0,05	0,05—0,50	79,3	8,1	3,0
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,01—0,10	77,0	6,4	2,3

III. Метод измерения

3.1. Метод основан на определении тиенкарбазон-метила с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее – ВЭЖХ) с использованием диодно-матричного детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на колонках с окисью алюминия и на концентрирующих патронах для твердофазной экстракции с привитыми гидрофобными гексадецильными группами.

Идентификация вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Специфичность обеспечивается подбором колонки и условий программирования.

IV. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

4.1. Средства измерений

Весы аналитические класса точности – специальный (I), с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г — ГОСТ Р 53228

Весы лабораторные общего назначения класса точности – средний (III) с наибольшим пределом взвешивания до 400 г и пределом допустимой погрешности ± 0,5 г — ГОСТ Р 53228

Колбы мерные объемом 10, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$ — ГОСТ 1770

Пипетки мерные объемом 1,0; 2,0, 5,0 и 10,0 $см^3$ — ГОСТ 29227

pH-метр/милливольтметр с диапазоном измерения от 0 до 14 pH; ± 1999 мВ	
Хроматографическая система, включающая: – хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и с возможностью использования стандартного автосамплера с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм^3 для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему – компьютерное программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех хроматограмм в процессе проведения хроматографического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчет хроматограмм и количественный анализ	
Цилиндры мерные объемом 10, 25 и 50 см^3	ГОСТ 1770

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

4.2. Реактивы

Тиенкарбазон-метил, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,0 %	
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	
Алюминий окись для хроматографии, ч	
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	по ГОСТ 6709
Гелий, очищенный	
n-Гексан, хч	
Калий марганцовокислый, чда	ГОСТ 20490
Калий фосфорнокислый двузамещённый, 3-водный, чда	ГОСТ 2493
Кальций хлористый, ч	
Кислота муравьиная, чда	ГОСТ 5848
Кислота ортофосфорная, 85 %, чда	ГОСТ 6552
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61

Концентрирующие патроны для твердофазной экстракции с привитыми гидрофобными гексадецильными группами с постоянной активностью с размером частиц 63—200 мкм (С16) (объем – 1 $см^3$, масса сорбента – 0,6 г) (далее – концентрирующий патрон № 1);	
Метилен хлористый, хч	
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Натрий углекислый, кислый, хч	ГОСТ 4201
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328

Примечание. Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

4.3. Вспомогательные устройства, материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами	ГОСТ 25336
Банки полипропиленовые с крышками для экстракции вместимостью 250 $см^3$	
Ванна ультразвуковая с потребляемой мощностью 140 Вт, рабочей частотой 50 Гц, рабочим объемом 4,5 $дм^3$	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556
Виалы объемом 2 $см^3$, закрываемые завинчивающейся или запрессовывающейся крышкой с тефлонированной резиновой прокладкой, прокалываемой микрошприцем для автоматического дозатора проб	
Воронки делительные объемом 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336
Испаритель ротационный вакуумный с ручным подъемником, с диагональным конденсором и объемом испарительной колбы от 50 до 3 000 $см^3$, с изменяемой скоростью вращения штока испарителя от 5 до 240 об./мин, с водяной баней с антикоррозионным покрытием объемом 5 $дм^3$ и с диапазоном температур от 20 до 100 °С	

Колбы конические плоскодонные объемом 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) объемом 100, 250 $см^3$ и 4000 $см^3$ ТС	
Колонка хроматографическая стальная, длиной 150 мм, с внутренним диаметром 3,9 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	
Колонки хроматографические, стеклянные или пластиковые, длиной 150—250 мм и диаметром 15 мм	
Насос диафрагменный, химически стойкий на 100 %, с мощностью электропривода 245 Вт, предельным вакуумом 100 мбар/абс, с избыточным давлением 1 бар и скоростью откачки 34 $дм^3$/мин	
Предколонка хроматографическая стальная, длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18	
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—500 $см^3$	ГОСТ 25336
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1000 $см^3$	
Фильтры обеззоленные нейтральные, быстро фильтрующие, диаметром 11 см, зольность одного фильтра 0,00072 г	
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм	
Шприц инъекционный многократного применения объемом 10 $см^3$	ГОСТ 22967

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

V. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

5.2. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать гигиенических нормативов[1].

VI. Требования к квалификации операторов

6.1. Измерения в соответствии с настоящими МУК может выполнять специалист, имеющий опыт работы на жидкостном хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

VII. Условия измерений

7.1. При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

– процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 %;

– выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

VIII. Подготовка к определению

8.1. Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка колонок с окисью алюминия для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонках с окисью алюминия, установление градуировочной характеристики.

Подготовка органических растворителей.

8.1.1. *Очистка ацетонитрила.*

Ацетонитрил, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 часов.

[1] ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4000 $см^3$ аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С, отбрасывают.

8.1.2. *Очистка хлористого метилена.*

Хлористый метилен промывают равным объемом 5%-го раствора натрия углекислого кислого (безводного), осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 $г/дм^3$. Выдерживают его над осушителем в течение 12—24 часов. Затем хлористый метилен сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ аппарата для перегонки растворителей. Хлористый метилен перегоняют при температуре 40,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 40,0 °С, отбрасывают.

8.1.3. *Очистка гексана.*

Гексан, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 $г/дм^3$. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 часов. Затем гексан сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ аппарата для перегонки растворителей.

Гексан перегоняют при температуре 68,7 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 68,7 °С, отбрасывают.

8.1.4. *Приготовление бидистиллированной воды.*

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней марганцовокислый калий из расчета 1 $г/дм^3$ и кипятят в течение 6 часов.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С, отбрасывают.

8.2. Приготовление растворов для проведения анализа.

8.2.1. *Приготовление подвижной фазы для ВЭЖХ.*

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанный ацетонитрил, бидистиллированную воду и ортофосфорную или муравьиную кислоту.

8.2.1.1. Подвижная фаза № 1.

В плоскодонную колбу объемом 1000 $см^3$ помещают 400 $см^3$ ацетонитрила и 600 $см^3$ 0,005 М водного раствора ортофосфорной кислоты. Смесь тщательно перемешивают.

8.2.1.2. Подвижная фаза № 2.

В плоскодонную колбу объемом 1000 $см^3$ помещают 400 $см^3$ ацетонитрила и 600 $см^3$ 0,1 % водного раствора муравьиной кислоты. Смесь тщательно перемешивают.

В случае отсутствия в составе хроматографической системы автоматического дегазатора через раствор подвижной фазы пропускают газообразный гелий со скоростью 20 $см^3$/мин в течение 5 минут, после чего его помещают на 1 минуту в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов.

8.2.2. *Приготовление рабочих растворов.*

8.2.2.1. Приготовление 0,1 % раствора муравьиной кислоты.

В мерную колбу объемом 1 000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ бидистиллированной воды, 1 $см^3$ муравьиной кислоты, перемешивают, после чего доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.2.2.2. Приготовление 2 М раствора ортофосфорной кислоты.

В мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ бидистиллированной воды, вносят 13,7 $см^3$ 85,0%-й ортофосфорной кислоты, доводят объем бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2.2.3. Приготовление 0,005 М раствора ортофосфорной кислоты.

В мерную колбу объемом 1 000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ бидистиллированной воды, 2,5 $см^3$ 2 М раствора ортофосфорной кислоты, доводят объем профильтрованной через мембранный фильтр бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют в качестве компонента подвижной фазы для хроматографического анализа.

8.2.2.4. Приготовление смеси ацетонитрила с уксусной кислотой в соотношении 99 : 1.

В мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ ацетонитрила, 1 $см^3$ уксусной кислоты, перемешивают, после чего доводят объем до метки ацетонитрилом.

8.2.2.5. Приготовление 1 М раствора гидроокиси натрия.

В термостойкий химический стакан объемом 500 $см^3$ переносят 20 г гидроокиси натрия, добавляют 200—300 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают (осторожно, при растворении щелочи раствор сильно нагревается) и после охлаждения раствор переносят в мерную колбу, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают (при приготовлении раствора следует соблюдать осторожность и работать под тягой).

8.2.2.6. Приготовление 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия с NaCl.

Взвешивают 11,4 г $K_2HPO_4 \times 3H_2O$ и 100 г NaCl и переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, добавляют 500—600 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения солей, проверяют pH полученного раствора. Если pH раствора менее 9, доводят его до указанного значения с помощью 1 М раствора гидроокиси натрия, контролируя pH. После достижения нужного значения pH объем доводят водой до метки.

8.2.2.7. Приготовление 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия без NaCl.

Взвешивают 11,4 г $K_2HPO_4 \times 3H_2O$ и переносят в мерную колбу объемом 1000 $см^3$, добавляют 500—600 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения солей, проверяют pH полученного раствора. Если pH раствора менее 9, доводят его до указанного значения с помощью 1 М раствора гидроокиси натрия, контролируя pH. После достижения нужного значения pH объем доводят водой до метки.

8.2.2.8. Приготовление 0,5 % водного раствора уксусной кислоты.

В мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ бидистиллированной воды, прибавляют 0,5 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят водой объем в колбе до метки. Раствор используется для приготовления 0,005 % водного раствора уксусной кислоты.

8.2.2.9. Приготовление 0,005 % водного раствора уксусной кислоты.

В мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ бидистиллированной воды, прибавляют 1 $см^3$ 0,5 % водного раствора уксусной кислоты, перемешивают и доводят водой объем в колбе до метки.

8.2.2.10. Приготовление 0,1 % раствора уксусной кислоты в ацетонитриле.

В мерную колбу объемом 100 $см^3$ помещают 50 $см^3$ ацетонитрила, прибавляют 0,1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят ацетонитрилом объем в колбе до метки.

8.2.2.11. Приготовление 5 % раствора натрия углекислого кислого.

В мерную колбу объемом 1 000 $см^3$ переносят 50 г натрия углекислого кислого, добавляют 200—300 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают содержимое до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки. Раствор используют для очистки хлористого метилена.

8.2.3. *Приготовление градуировочных растворов.*

8.2.3.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией тиенкарбазон-метила 1,0 $мг/см^3$.

Взвешивают 50 мг тиенкарбазон-метила в мерной колбе объемом 50 $см^3$. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

8.2.3.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией тиенкарбазон-метила 10,0 $мкг/см^3$.

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитри-

лом. Стандартный раствор № 2 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией тиенкарбазонметила 1,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 3 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией тиенкарбазонметила 0,5 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 4 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией тиенкарбазонметила 0,2 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 2 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией тиенкарбазонметила 0,1 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.7. Стандартный раствор № 7 с концентрацией тиенкарбазонметила 0,07 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 6 отбирают пипеткой 7 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1. Стандартный раствор № 7 используется для установления градуировочной характеристики и хранится в холодильнике не более 30 суток.

8.2.3.8. Стандартные растворы тиенкарбазон-метила с концентрацией 2,5; 2,0; 1,25; 1,0; 0,5; 0,4; 0,25 и 0,2 мкг/см^3 для внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетонитрилом стандартного раствора № 2 готовят растворы, содержащие по 2,5; 2,0; 1,25; 1,0; 0,5; 0,4; 0,25 и 0,2 мкг/см^3, и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы. Стандартные растворы для внесения хранятся в холодильнике не более 30 суток.

8.3. Установление градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации тиенкарбазон-метила в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5 растворам для градуировки с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 и 0,07 мкг/см^3.

В инжектор хроматографа вводят по 10 или 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 10.3. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

8.4. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстрактов и проверка хроматографического поведения тиенкарбазон-метила на них.

8.4.1. *Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта.*

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через концентрирующий патрон № 1 не должна превышать 5 см^3/мин.

Концентрирующий патрон № 1 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в концентрирующий патрон № 1 вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон № 1 промывают 10 см^3 ацетонитрила, затем 15 см^3 бидистиллированной воды. Элюаты отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности концентрирующего патрона № 1.

8.4.2. *Проверка хроматографического поведения тиенкарбазон-метила на концентрирующих патронах № 1.*

В концентратор объемом 100 см^3 вносят 1 см^3 стандартного раствора тиенкарбазон-метила в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см^3 и упаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия (п. 8.2.2.7), помещают концентратор на 5—10 секунд в ультразвуковую ванну, обмывают стенки концентратора и вносят раствор на подготовленный концентрирующий патрон № 1. Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Исходный концентратор обмывают 10 $см^3$ 0,005 % водного раствора уксусной кислоты и вносят раствор на концентрирующий патрон № 1. Элюат собирают в концентратор объемом по 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Концентрирующий патрон высушивают под вакуумом примерно 2 минуты.

Исходную колбу обмывают двумя порциями 0,1%-го раствора уксусной кислоты в ацетонитриле объемом 10 $см^3$ каждая и последовательно вносят их на концентрирующий патрон № 1. Элюаты собирают в концентратор объемом по 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Отдувают холодным воздухом до исчезновения запаха уксусной кислоты.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие тиенкарбазон-метил, полноту смывания с концентрирующего патрона № 1 и необходимый объем элюента.

Изучение поведения тиенкарбазон-метила на концентрирующих патронах № 1 проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов № 1.

8.5. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения тиенкарбазон-метила.

8.5.1. *Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта.*

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 3 г окиси алюминия с зернением 40/250 меш и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента. Непосредственно перед использованием колонку промывают 10 $см^3$ ацетонитрила.

8.5.2. *Проверка хроматографического поведения тиенкарбазон-метила на колонке с окисью алюминия.*

В концентратор объемом 100 $см^3$ вносят 1 $см^3$ стандартного раствора тиенкарбазон-метила в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$ и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 10 $см^3$ смеси аце-

тонитрила с уксусной кислотой в соотношении 99 : 1, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят на подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Исходную колбу обмывают тремя порциями смеси ацетонитрила с уксусной кислотой в соотношении 99 : 1 объемом 10 см^3 каждая и последовательно вносят их на колонку. Каждую порцию собирают отдельно в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие тиенкарбазон-метил, полноту смывания с колонки и необходимый объем элюата.

Изучение поведения тиенкарбазон-метила на колонке проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии окиси алюминия.

8.6. *Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии.*

Хроматографическую колонку с предколонкой устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С 3—4 часа.

IX. Отбор проб и хранение

9.1. *Отбор проб производится в соответствии с утвержденными документами*[2].

Пробы ботвы и корнеплодов сахарной свеклы хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С не более 1 суток, для длительного хранения пробы замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильной камере при температуре не выше –18 °С. Перед проведением анализа ботву и корнеплоды измельчают.

X. Выполнение определения

10.1. Ботва сахарной свеклы

10.1.1. *Экстракция.*

Образец измельченной ботвы массой 5 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют 50 см^3 ацетонитрила и помещают на 5 минут в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 см^3 через бумажный фильтр

[2] Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов; ГОСТ 33884.

низкой плотности. Экстракцию повторяют еще одной порцией ацетонитрила объемом 50 см^3 5 минут в ультразвуковой ванне. Экстракты фильтруют, объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

10.1.2. *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.*

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 10.1.1, прибавляют 2 см^3 ацетонитрила, обмывают стенки концентратора, прибавляют 50 см^3 0,05 М двузамещенного фосфорнокислого калия (п. 8.2.2.6), тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят смыв в делительную воронку объемом 250 см^3. Водную фракцию промывают двумя порциями гексана по 50 см^3 каждая, встряхивая каждый раз делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а нижний водный слой возвращают в делительную воронку и доводят pH раствора до значения 3,5 с помощью 2 М водного раствора ортофосфорной кислоты, контролируя pH.

Тиенкарбазон-метил экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 30 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) собирают в концентратор объемом 250 см^3, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

10.1.3. *Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия.*

Сухой остаток, полученный по п. 10.1.2, растворяют в 10 см^3 смеси ацетонитрила с уксусной кислотой в соотношении 99 : 1, тщательно обмывая стенки концентратора, наносят на подготовленную колонку, элюат собирают в концентратор объемом 100 см^3. Исходную колбу обмывают еще двумя порциями смеси ацетонитрила с уксусной кислотой в соотношении 99 : 1 объемом 10 см^3 каждая и последовательно вносят их на колонку. Элюаты объединяют в концентраторе объемом 100 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Отдувают током холодного воздуха до исчезновения запаха уксусной кислоты.

Сухой остаток растворяют в 2,5 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

10.2. Корнеплоды сахарной свеклы

10.2.1. *Экстракция.*

Образец измельченных корнеплодов массой 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют

50 см^3 ацетонитрила и помещают на 5 минут в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 см^3 через бумажный фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют еще двумя порциями ацетонитрила объемом 50 см^3 5 минут в ультразвуковой ванне. Экстракты фильтруют, объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают до водного остатка при температуре не выше 30 °С.

10.2.2. *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей.*

К водному остатку в концентраторе, полученному по п. 10.2.1, прибавляют 2 см^3 ацетонитрила, обмывают стенки концентратора, прибавляют 50 см^3 0,05 М двузамещенного фосфорнокислого калия (п. 8.2.2.6), тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят смыв в делительную воронку объемом 250 см^3. Водную фракцию промывают двумя порциями гексана по 50 см^3 каждая, встряхивая каждый раз делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а нижний водный слой возвращают в делительную воронку и доводят pH раствора до значения 3,5 с помощью 2 М водного раствора ортофосфорной кислоты, контролируя pH.

Тиенкарбазон-метил экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 20 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) собирают в концентратор объемом 250 см^3, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и 10 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

При недостаточной очистке проводят дополнительную очистку экстракта, как указано в п. 10.1.3, или на концентрирующих патронах № 1 по следующей схеме.

10.2.3. *Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1.*

Сухой остаток, полученный по п. 10.2.2, растворяют в 5 см^3 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия (п. 8.2.2.7), помещают концентратор на 5—10 секунд в ультразвуковую ванну, обмывают стенки концентратора и вносят раствор на подготовленный концентрирующий патрон № 1. Элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 10 см^3 0,005%-го водного раствора уксусной кислоты и вносят раствор на концентрирующий патрон № 1. Элюат отбрасывают. Концентрирующий патрон № 1 высушивают под вакуумом примерно 2 минуты.

Тиенкарбазон-метил элюируют с патрона № 1 10 $см^3$ 0,1%-го раствора уксусной кислоты в ацетонитриле, элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Отдувают током холодного воздуха до исчезновения запаха уксусной кислоты.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1 и хроматографируют.

10.3. Условия хроматографирования

10.3.1. *Хроматографическая система, включающая:*

– хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и с возможностью использования стандартного автосамплера с дозирующим объемом от 0,1 до 100 $мм^3$ для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему;

– компьютерное программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех хроматограмм в процессе проведения хроматографического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчет хроматограмм и количественный анализ.

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза № 1: ацетонитрил с 0,005 М водным раствором ортофосфорной кислоты (%, по объему) в градиентном режиме. Градиент потока элюента: до 14 минуты – 40 : 60; с 14 по 17 минуту – 70 : 30; к 25 минуте – 40 : 60; с 25 по 30 минуту – 40 : 60.

Скорость потока элюента: 1,0 $см^3$/мин.

Длина волны: 240 нм.

Чувствительность не менее 10 mAU (миллиединиц абсорбции) на шкалу.

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор тиенкарбазон-метила с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$, соответственно разбавляют.

Примечание. При хроматографировании проб корнеплодов и ботвы сахарной свеклы длительность инъекции должна быть не менее 30 минут при работе в градиентном режиме в указанных выше условиях хроматографирования, для того чтобы выходящие в этот интервал времени матричные пики не искажали результат следующего хроматографического анализа.

10.3.2. *Альтернативные условия хроматографирования.*

Хроматографическая система, включающая:

– хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и с возможностью использования стандартного автосамплера с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм^3 для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему;

– компьютерное программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех хроматограмм в процессе проведения хроматографического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчет хроматограмм и количественный анализ.

Колонка хроматографическая стальная, длиной 150 мм, с внутренним диаметром 3,9 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Предколонка хроматографическая, с внутренним диаметром 4,6 мм, зернением 5 мкм, заполненная сорбентом с привитыми полярными группами С18.

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза № 2: ацетонитрил – 0,1 % водный раствор муравьиной кислоты в соотношении 40 : 60 (по объему).

Скорость потока элюента: 0,45 см^3/мин.

Длина волны: 240 нм.

Чувствительность не менее 10 mAU (миллиединиц абсорбции) на шкалу.

Объем вводимой пробы: 10 мм^3.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор тиенкарбазон-метила с концентрацией 1,0 мкг/см^3, соответственно разбавляют.

XI. Обработка результатов анализа

11.1. Для обработки результатов хроматографического анализа используется компьютерное программное обеспечение химического анализа, которое входит в хроматографическую систему.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание тиенкарбазон-метила в пробах рассчитывают по формуле, без учета полноты извлечения вещества из проб:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \cdot P, \text{ где}$$

X – содержание тиенкарбазон-метила в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;
$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мм;
A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;
V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;
m – масса анализируемого образца, г;
P – содержание тиенкарбазон-метила в аналитическом стандарте, %.

XII. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

12.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости:

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

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг или мг/дм^3;
r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8 \times \sigma_r$.

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

XIII. Оформление результатов

13.1. Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

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

– при определении остаточного количества тиенкарбазон-метила в корнеплодах сахарной свеклы содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг;

Примечание: 0,01 мг/кг – предел обнаружения определяемой концентрации тиенкарбазон-метила в корнеплодах сахарной свеклы;

– при определении остаточного количества тиенкарбазон-метила в ботве сахарной свеклы содержание вещества в пробе менее 0,05 мг/кг.

Примечание: 0,05 мг/кг – предел обнаружения определяемой концентрации тиенкарбазон-метила в ботве сахарной свеклы.

XIV. Контроль качества результатов измерений

14.1. Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений, а также контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6.

Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее двух образцов концентраций для градуировки, содержание тиенкарбазон-метила в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,07 до 1,0 мкг/см^3.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемых для контроля градуировочных растворов сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C} \leq 10, \text{ где}$$

X – концентрация тиенкарбазон-метила контрольного измерения, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора тиенкарбазон-метила в смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 1, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

10 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (A) превышает 10 %, делают вывод о невозможности применения градуировочной характеристики для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов тиенкарбазон-метила, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики определяют ее заново согласно п. 8.3.

14.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm\Delta_{л,\bar{X}}(\pm\Delta_{л,\bar{X}'})$ – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компо-

нента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/кг, при этом:

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 12), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}}$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

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.

14.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2\left|X_1 - X_2\right| \cdot 100}{X_1 + X_2} \le R, \text{ где} \qquad (3)$$

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

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1).

Приложение
к МУК 4.1.3561—19

Полнота извлечения тиенкарбазон-метила из ботвы и корнеплодов сахарной свеклы (5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено тиенкарбазон-метила, мг/кг	Обнаружено тиенкарбазон-метила, мг/кг	Полнота определения, %
Ботва сахарной свеклы	0,05	0,0420 ± 0,0037	84,0
	0,10	0,0799 ± 0,0062	79,9
	0,20	0,0162 ± 0,0162	80,7
	0,50	0,3632 ± 0,0153	72,6
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,0077 ± 0,0004	77,5
	0,02	0,0146 ± 0,0005	73,0
	0,05	0,0385 ± 0,0017	77,1
	0,10	0,0803 ± 0,0014	80,3

Нормативные и методические документы

1. ГН 1.2.3539—18 «Гигиенические нормативы содержания пестицидов в объектах окружающей среды (перечень)».

2. ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

3. Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов.

4. ГОСТ Р 8.563 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

5. ГОСТ ISO/IEC 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».

6. ГОСТ Р ИСО 5725-1-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». Части 1—6.

7. РМГ 76 «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

8. РМГ 61 «Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

9. ГОСТ 12.1.007 «Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

10. ГОСТ 12.1.019 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

11. ГОСТ 12.1.004 «Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования».

12. ГОСТ 12.4.009 «Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

13. ГОСТ 12.0.004 «Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения».

14. ГОСТ Р 53228 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

15. ГОСТ 1770 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия».

16. ГОСТ 29227 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования».

17. ГОСТ 25336 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

18. ГОСТ 6709 «Вода дистиллированная. Технические условия».

19. ГОСТ 5556 «Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия».

20. ГОСТ 22967 «Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний».

21. ГОСТ 20490 «Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия».

22. ГОСТ 2493 «Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия».

23. ГОСТ 5848 «Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия».

24. ГОСТ 6552 «Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия».

25. ГОСТ 61 «Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия».

26. ГОСТ 4166 «Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия».

27. ГОСТ 4233 «Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия».

28. ГОСТ 4201 «Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия».

29. ГОСТ 4328 «Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия».

30. ГОСТ 33884 «Свекла сахарная. Технические условия».

Определение остаточных количеств тиенкарбазон-метила в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3561—19

Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 30.12.19

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,75

Тираж 100 экз. Заказ 34

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
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 633-86-59

gost.e-ecolog.ru