Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ипконазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2476—09

Издание официальное

Москва • 2009

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 ипконазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2476—09

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств ипконазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—14 с.

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, И. К. Журкович, Н. В. Луговкина, Н. Г. Ковров).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному 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 6 февраля 2009 г.

4. Введены в действие с 29 апреля 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© 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
6 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

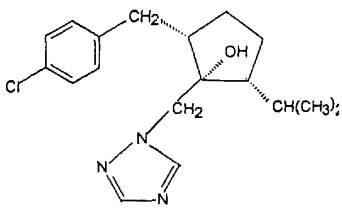
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств ипконазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

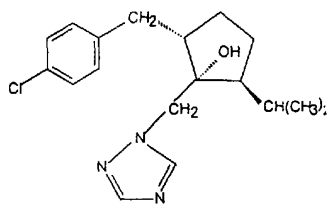
Методические указания
МУК 4.1.2476—09

1. Вводная часть

Торговое наименование: Крусо МЭ.
Фирма производитель: Кромптон Европа Лтд.
Действующее вещество: ипконазол.
Структурная формула:



(1 R, 2 S, 5 R) - isomer



(1 R, 2 S, 5 S) - isomer

(1RS, 2SR, 5RS; 1RS, 2SR, 5SR)-2-(4-хлорбензил)-5-изопропил -1-(1H-1,2,4-триазол-1-илметил)-циклопентанол (IUPAC).

Мол. масса: 333,9.

Брутто формула: $C_{18}H_{24}ClN_3O$.

Ипконазол представляет собой бесцветные кристаллы.

Технический продукт состоит из смеси рацематов I (1RS, 2SR, 5RS) и II (1RS, 2SR, 5SR) с температурой плавления 88—90 °С. Давление пара I – $3,58 \times 10^{-3}$ мПа (25 °С), давление пара II – $6,99 \times 10^{-3}$ мПа (25 °С).

Растворимость в воде – 6.93 мг/дм^3 (20 °С). Не подвергается термическому разложению и гидролизу. Коэффициент распределения в системе *н*-октанол-вода K_{ow} lgP = 4,21 (25 °С).

Растворимость в воде – 6,93 мг/дм^3.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая оральная токсичность LD_{50} для крыс 1 338 мг/кг. Дермальная токсичность для крыс > 2000 мг/кг. Не раздражает кожу, слабо раздражает слизистую глаз кроликов. CK_{50} (48 ч) для карпа 2,5 мг/дм^3.

Область применения: фунгицид для борьбы с широким кругом болезней семян, эффективен против гельминтоспориозной пятнистости листьев и ржавчины. Рацематы I и II обладают одинаковой активностью. Механизм действия – ингибирование биосинтеза эргостерина.

Гигиенические нормативы для ипконазола в России не установлены.

2. Методика определения клокуинтоцет-мексила в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Область применения и принцип метода. Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств ипконазола в воде водоемов в диапазоне концентраций 0,001—0,01 мг/кг, в почве – 0,05—1,0 мг/кг, в зерне хлебных злаков – 0,01—0,1 мг/кг и в соломе – 0,050,5 мг/кг.

Методика основана на определении ипконазола методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водн-ацетоновой смесью с последующей очисткой на концентрирующих патронах.

2.1.2. 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

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	0,001—0,01	100	5,6	15,7	22,0
Почва	0,05—0,1	50	6,8	19,0	26,6
Почва	0,1—1,0	25	6,5	18,2	25,5
Зерно	0,01—0,1	50	4,6	12,9	18,0
Солома	0,05—0,1	50	5,2	14,6	20,4
Солома	0,1—0,5	25	5,0	14,0	19,6

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

Таблица 2

Полнота извлечения ипконазола, 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, ±, %
Вода	0,001	0,001—0,01	91,3	6,6	6,0
Почва	0,05	0,05—1,0	76,5	7,7	7,0
Зерно	0,01	0,01—0,1	87,5	5,1	4,6
Солома	0,05	0,05—0,5	86,2	6,5	5,9

2.1.3. Избирательность метода. Избирательность метода определения ипконазола достигается условиями подготовки проб и хроматографического анализа.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч ТУ 6-09-3513—86

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-200нм», сорт 5 или х.ч ТУ 6-09-3534—87

Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Диэтиловый эфир, ч.д.а	ТУ 2600-00143852015—02
Ипконазол, аналитический стандарт с содержанием д.в. 97,4 %	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
0.005 М водный раствор свежеперегнанный	
н-Гексан, х.ч	ТУ 2631-003-05807999—98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,005М H_3PO_4 (55 : 45, по объему).	
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60 (0,040—0,063 mm), Merck.	
Концентрирующие патроны Bond Elut C18 (0,5 г), Varian.	
Стекловата	

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ-детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки или «Breeze» фирмы «Waters» или аналогичный	
Аналитические колонки ACQUITY UPLC BEH C-18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters) и ACQUITY UPLC BEH Phenyl (150 × 3,9) мм, 4 мкм (Waters) или Spherisorb Phenyl (4,6 × 150) мм, 3 мкм (Waters) и Symmetry C-18 (250 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters).	
Баня ультразвуковая «Серьга» или аналогичная	ТУ 3.836.008
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 24104—2001
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Мельница ножевая РМ -120 и лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, Buchi R-205 или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Испаритель одноканальный «ПЭ-2300» для концентрирования экстрактов в токе азота	
Центрифуга ОПн-8УХЛ4.2	ТУ 5.375-4261—76

Бидистиллятор	
Аллонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами)	
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090
РН-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 22292—74
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1 000 $мм^3$ и от 1 до 5 $см^3$	
Сито с диаметром ячеек 1 мм	

2.4. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950-79) «Зерновые. Отбор проб зерна»; ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб»; ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб». Пробы зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву доводят до стандартной влажности, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно и солому измельчают на лабораторной мельнице.

2.5.Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей. Органические растворители при необходимости перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2 %-м раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 $дм^3$ ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

2.5.2. Кондиционирование колонки. Перед началом анализа аналитические колонки кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,25—1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов. Для приготовления 2М раствора орто-фосфорной кислоты 200 г 98 % (или 225 г 87 %) кристаллической H_3PO_4 помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Для приготовления 0,005М раствора орто-фосфорной кислоты 2,5 мл 2М раствора H_3PO_4 вносят в мерную колбу на 1 л и доводят до метки деионизированным бидистиллятом.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску ипконазола (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 0.5 мг/$см^3$). Градуировочные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5, 0,75 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы – смесь ацетонитрил–0,005М орто-фосфорная кислота (55 : 45, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике в силанизированном или тефлоновом флаконе при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы используют в течение рабочего дня.

При изучении полноты извлечения ипконазола используют ацетонитрильные растворы вещества.

2.5.4.Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация ипконазола в растворе) в хроматограф вводят по 10 $мм^3$ градуировочных 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 ипконазола в градуировочном растворе.

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

2.5.6. Подготовка концентрирующих патронов для очистки экстракта

2.5.6.1. Кондиционирование патрона, заполненного октадецилсиликагелем – Bond Elut C18 (0,5 г), осуществляют, пропуская через патрон последовательно по 3 мл ацетонитрила и воды. Элюат отбрасывают.

2.5.6.2. Кондиционирование патрона для повторной очистки экстрактов зерна и соломы, заполненного Силикагелем 60 (0,5 г), осуществляют пропусканием 3 мл гексана со скоростью 1—2 капли в секунду.

2.6.Проведение определения

2.6.1. Определение ипконазола в пробах воды. Образец предварительно отфильтрованной воды объемом 25 $см^3$ пропускают через кондиционированный коцентрирующий патрон, заполненный октадецилсиликагелем, Фильтрат отбрасывают. Ипконазол элюируют 5 $см^3$ ацетона. Элюат выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С и сухой остаток растворяют в 0,25 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ. 10 $мм^3$ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.2. Определение ипконазола в пробах почвы. Образец предварительно просеянной через сито почвы массой 10 г помещают в коническую колбу емкостью 100 $см^3$ с притертой пробкой, добавляют 5 $см^3$ воды и 35 $см^3$ ацетона. Колбу помещают в ультразвуковую баню и экстрагируют ипконазол в течение 15 мин. Суспензию фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера (фильтр «красная лента»), осадок на фильтре промывают 5 $см^3$ ацетона. Фидьтрат упаривают на ротационном испарителе (40 °С) до водного остатка. Водный остаток пропускают через подготовленный по п. 2.5.6 патрон с октадецилсиликагелем. Фильтрат отбрасывают. Колбу ополаскивают дважды порциями по 3 мл ацетонитрила и смывы также пропускают через тот же патрон. Фильтрат отбрасывают. Ипконазол элюируют 5 $см^3$ ацетона. Элюат собирают, выпаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С) и сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ подвижной фазы. 10 $мм^3$ вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.3. Определение ипконазола в пробах зерна и соломы зерновых колосовых культур. Навеску размолотого на лабораторной мельнице зерна массой 10 г или измельчённой на ножевой мельнице соломы массой 5 г помещают в коническую колбу емкостью 100 $см^3$. В колбу добавляют 10 $см^3$ воды и 40 $см^3$ ацетона и экстрагируют ипконазол на ультразвуковой бане в течение 15 мин. Суспензию фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера с фильтром «красная лента». Экстракцию повторяют с 30 $см^3$ ацетона, выдерживая в ультразвуковой ванне в течение 15 мин, суспензию фильтруют. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до полного удаления ацетона. Объём водного остатка доводят до 10 $см^3$ дистиллированной водой. Полученный раствор переносят во фторопластовую пробирку и центрифугируют при 8 тыс. об/мин в течение 10 мин. (или

при наличии взвеси раствор дополнительно фильтруют через бумажный фильтр «красная лента», фильтр промывают 3 мл воды и фильтраты объединяют). Дальнейшую очистку проводят на патроне Диапак С18. В кондиционированный по п. 2.5.6 патрон вносят водный раствор после центрифугирования, пробирку ополаскивают 2 $см^3$ воды и тоже вносят в патрон. После этого промывают патрон двумя порциями по 5 $см^3$ ацетонитрила. Все промывки отбрасывают. Ипконазол элюируют 5 $см^3$ ацетона в чистую круглодонную колбу объемом 10 $см^3$ и отдувают ацетон в токе азота. Сухой остаток растворяют в 3 $см^3$ гексана и выдерживают колбочку в ультразвуковой бане в течение 5 мин. Дальнейшую очистку проводят на патроне, заполненном силикагелем 60. В концентрирующий патрон, промытый 3 $см^3$ гексана, вносят полученный раствор. Патрон промывают два раза по 3 $см^3$ гексаном и 1 раз 3 $см^3$ смеси гексан-диэтиловый эфир (50 : 50 по объему). Промывки отбрасывают. Ипконазол элюируют ацетоном двумя порциями по 5 $см^3$. Ацетон удаляют из элюата током азота (с помощью испарителя одноканального). Полученный сухой остаток растворяют в 2,5 $см^3$ подвижной фазы и 10 $мм^3$ вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.4. Условия хроматографирования. Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ-детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Колонка 1 - ACQUITY UPLC BEH Phenyl (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters) при анализе воды и почвы и колонка 2 - ACQUITY UPLC BEH C-18 (100 × 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters) при анализе проб зерна и соломы. Температура колонки 30 ± 1 °С. Подвижная фаза: ацетонитрил – 0.005М ортофосфорная кислота в соотношении 55 : 45. Скорость потока элюента: 0,25 мл/мин. Рабочая длина волны 220 нм. Объем вводимой пробы 10 мкл. Время удерживания ипконазола 3,3 ± 0,1 мин (колонка 1) и 5,3 ± 0,1 мин. (колонка 2).

Альтернативные условия хроматографирования: жидкостный хроматограф «Breeze» фирмы Waters с УФ-детектором и дегазатором. Рабочая длина волны 220 нм. Аналитическая колонка Spherisorb Phenyl (Waters) 150 × 4,6 мм, 5 мкм для анализа воды и почвы и Supelcosil C-18 (150 × 4,6) мм, 5 мкм (Sigma-Aldrich) для анализа проб зерна и соломы. Подвижная фаза ацетонитрил – 0,005М ортофосфорная кислота в соотношении 50 : 50.(pH 2,35). Скорость потока элюента 1 $см^3$/мин. Дозируемый объем 20 мкл.

3. Обработка результатов анализа

Содержание ипконазола в образцах воды, почвы, зерна и соломы зерновых колосовых культур (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

S_1– площадь пика ипконазола в стандартном растворе, (мВ · с);

S_2– площадь пика ипконазола в анализируемой пробе, (мВ · с);

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, см^3;

P – навеска анализируемого образца, г

C – концентрация стандартного раствора ипконазола, мкг/см^3.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ипконазола 1 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

4. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

$$\frac{2 \times |X_1 - X_2| \times 100}{(X_1 + X_2)} \le R, \text{ где} \qquad (1)$$

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

r – значение предела повторяемости ($r = 2{,}8\sigma_r$).

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

5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ– граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

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

«содержание вещества в пробе «менее нижней границы определения» (например: менее 0,005 мг/кг, где * - 0,005 мг/кг – предел обнаружения).*

6. 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».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 4) содержания ком-

понента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_K) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_K| \le K, \qquad (2)$$

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 к их устранению.

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

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

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

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

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

7. 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 жидкостного 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 пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

8. Требования к квалификации оператора

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации жидкостного хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 6.

9. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н. В., Ковров Н. Г.

Определение остаточных количеств ипконазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2476—09

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 30.06.09

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

gost.e-ecolog.ru