Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1.2344—08

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 клокуинтоцет-мексила в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2344-08

ББК 51.21
О-60

О-60 Определение остаточных количеств клокуинтоцет-мексила в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. – М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008. – 16 с.

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (В.И. Довженко, И.А. Цибульская, О.С. Юзихин).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно – эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения (протокол от 6 декабря 2007 г. № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия населения, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 29 февраля 2008 г.

4. Введены в действие с 18 мая 2008 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

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

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
29 февраля 2008 г.
Дата введения: 18 мая 2008 г.

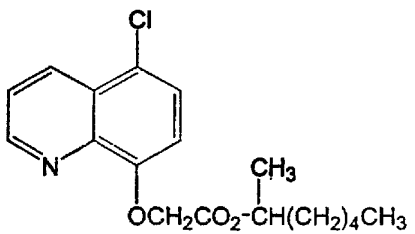
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1. 2344-08

1. Вводная часть

Действующее вещество: клокуинтоцет-мексил.
Структурная формула:



1-метилгексил(5-хлорохинолин-8-илокси)ацетат (IUPAC).
Мол. масса: 335,8.
Брутто формула: $C_{18}H_{22}ClNO_3$.

Химически чистый клокуинтоцет-мексил представляет бесцветные кристаллы с температурой плавления 69,4°С, давлением паров $5.31x10^{-3}$ мРа (25°С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=5.03 (25°С).

Растворимость (г/л): в воде – 0,00059, этаноле –190, ацетоне – 340, толуоле – 360, *н*-гексане – 0.14, н-октаноле – 11 (25°С).

Стабилен в кислых и нейтральных средах, гидролизуется в щелочных средах. DT_{50} (25°С) 133,7 дня (pH 7).

Группа токсичности по ВОЗ – III; Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс и мышей >2000 мг/кг. Дермальная токсичность для крыс >2000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи (кролики). Ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 935 мг/м^3. Не токсичен для пчёл.

Клокуинтоцет-мексил ускоряет процесс детоксикации некоторых гербицидов в хлебных злаках, повышает устойчивость к ним урожая. Используется в комбинации с этими гербицидами в качестве антидота.

Гигиенические нормативы для клокуинтоцет-мексила 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 клокуинтоцет-мексила в воде водоемов в диапазоне концентраций 0.002-0.02 мг/кг, в почве – 0.01-0.1 мг/кг, в зерне хлебных злаков – 0.01-0.1 мг/кг и в соломе – 0.04-0.4 мг/кг.

Методика основана на определении клокуинтоцет-мексила методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов гексаном или водно-ацетоновой смесью с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

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 таблице 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	0.002-0.02	100-50	7.5	21.0	19.2
Почва	0.01-0.1	50	8.6	24.1	22.2
Зерно	0.01-0.1	50	7.1	20.0	21.0
Солома	0.04-0.4	50-25	6.5	18.2	18.0

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

Таблица 2

Полнота извлечения клокуинтоцет-мексила, 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	0.002	0.002-0.02	82.6	6.6	5.9
Почва	0.01	0.01-0.1	81.9	7.0	6.3
Зерно	0.01	0.01-0.1	80.7	7.1	6.5
Солома	0.04	0.04-0.4	81.7	6.5	5.8

2.1.3. Избирательность метода

Избирательность метода определения клокуинтоцет-мексила достигается условиями подготовки проб и хроматографирования.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.
Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.
Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.
Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161–77.

Кислота ортофосфорная, **хч**, ГОСТ 6552-80; 2М и 0.01М водные растворы.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.

Клокуинтоцет-мексил, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,7% (Cheminova).

Натрий двууглекислый, ГОСТ 83–79.

Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.

Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.

н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,01М H_3PO_4 (50:50, по объему).

Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).

Стекловата.

Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.

Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (85:15, по объему).

Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (50:50, по объему).

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.

Аналитическая колонка Nova-Pac Phenyl (150 x 3.9) мм, 4 мкм (Waters).

Предколонка Nova-Pac Phenyl (Waters).

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или аналогичные.

Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.

Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ, ТУ 1-01-0593-79.

Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.

Бидистиллятор.

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 25 336-82.
Воронки делительные ВД-3-250, ГОСТ 8613-75.
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1774-74.
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 22292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

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%-ным 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. Этилацетат промывают равным объёмом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Nova-Pac Phenyl) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1–2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для приготовления 2М раствора ортофосфорной 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 0.01М раствора ортофосфорной кислоты 5.0 $см^3$ 2М раствора H_3PO_4 вносят в мерную колбу на 1 $дм^3$ и доводят до метки деионизированным бидистиллятом.

Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 $дм^3$ смешивают 500 $см^3$ ацетона с 500 $см^3$ дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0.01М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50: 50 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 850 $см^3$ н-гексана и 150 $см^3$ этилацетата. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1000 $см^3$ смешивают 500 $см^3$ н-гексана и 500 $см^3$ этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Берут точную навеску клокуинтоцет-мексила (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, 1.0 и 2.0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы – смесь ацетонитрил – 0.01М ортофосфорная кислота (50:50, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты извлечения клокуинтоцет-мексила используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0.2, 2.0 и 10.0 мкг/$см^3$ готовят из стандартного раствора с

концентрацией 0.5 мг/см^3 методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация клокуинтоцет-мексила в растворе) в хроматограф вводят по 50 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 клокуинтоцет-мексила в градуировочном растворе (мкг/см^3).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 см^3 смеси гексан – этилацетат (85:15, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 50 см^3 элюента № 2 и 50 см^3 элюента № 1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения клокуинтоцет-мексила на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 0,1 см^3 стандартного раствора клокуинтоцет-мексила с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°С), остаток растворяют в 5 см^3 элюента №1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 см^3 элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 30 см^3 элюента №1, затем 70 см^3 элюента № 2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 см^3 каждая, выпаривают, остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание клокуинтоцет-мексила по п. 2.6.6.

Фракции, содержащие клокуинтоцет-мексил, объединяют, выпаривают досуха, остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.6. Рассчитывают содержание клокуинтоцет-мексила в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

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

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

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

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение клокуинтоцет-мексила в пробах воды

Образец предварительно отфильтрованной воды объемом 100 $см^3$ помещают в делительную воронку ёмкостью 250 $см^3$ и экстрагируют трижды гексаном порциями по 50 $см^3$, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2-3 мин и собирая верхний органический слой. Объединённый гексановый раствор пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10-15 $см^3$ гексана. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. При необходимости проводят дополнительную очистку экстракта на колонке с силикагелем по пункту 2.6.5.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 $мм^3$ раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.2. Извлечение клокуинтоцет-мексила из проб почвы

Образец почвы массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 $см^3$ с притертой пробкой, добавляют 100 $см^3$ 50%-го водного ацетона и экстрагируют в течение 15 мин в ультразвуковой ванне. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 $см^3$ 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (70-75 $см^3$) на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Доводят объём экстракта до 100 $см^3$ дистиллированной водой. При необходимости (наличие взвеси) раствор дополнительно фильтруют через бумажный фильтр "красная лента".

Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

2.6.3. Извлечение клокуинтоцет-мексила из проб зерна и соломы зерновых колосовых культур

Навеску размолотого на лабораторной мельнице зерна массой 20 г

или измельчённой на ножевой мельнице соломы массой 5 г помещают в коническую колбу емкостью 250 см^3 и экстрагируют клокуинтоцет-мексил 50 см^3 смеси ацетон-вода (1:1, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Экстракцию повторяют дважды порциями по 50 см^3, выдерживая в ультразвуковой ванне каждый раз в течение 15 мин. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°С до полного удаления ацетона. Объём водного остатка доводят до 100 см^3 дистиллированной водой. При необходимости (наличие взвеси) раствор дополнительно фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

2.6.4. Очистка экстрактов

Полученные по п.п. 2.6.2. и 2.6.3. водные экстракты помещают в делительную воронку объёмом 250 см^3 и экстрагируют трижды гексаном порциями по 50 см^3, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний органический слой.* Гексановые экстракты объединяют, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г). Осушитель промывают 10–15 см^3 гексана, который также объединяют с экстрактом. После этого гексан выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку на стадии промывки экстрактов гексаном небольшое количество (до 10 см^3) этилового спирта.

2.6.5. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.п. 2.6.4. экстрактов, количественно переносят двумя порциями по 5 см^3 смеси гексан – этилацетат (85:15, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 30 см^3 элюента №1, которые отбрасывают. Клокуинтоцет-мексил элюируют 70 см^3 элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 см^3. Раствор выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мм^3 раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.6. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный. Рабочая длина волны 245 нм. Аналитическая колонка Nova-Pac Phenyl (150 х 3.9) мм, 4 мкм (Waters). Предколонка Nova-Pac Phenyl (Waters) для защиты аналитической колонки. Температура колонки 30±1°С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – 0.01М раствор H_3PO_4 в соотношении 50:50 (по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Время удерживания клокуинтоцет-мексила 12.2 ± 0.2 мин.

3. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P},$$

где S_1 - площадь пика клокуинтоцет-мексила в стандартном растворе, мм;

S_2 - площадь пика клокуинтоцет-мексила в анализируемой пробе, мм;

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

P - навеска анализируемого образца, г

C - концентрация стандартного раствора клокуинтоцет-мексила, мкг/$см^3$.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор клокуинтоцет-мексила 2 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):

$$\frac{2\cdot|X_1-X_2|\cdot 100}{(X_1+X_2)} \le r \qquad (1)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;
r – значение предела повторяемости ($r = 2.8\sigma_r$).

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

5. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$$(\bar{X} \pm \bar{\Delta}) \text{ мг/кг при вероятности } P=0.95,$$

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

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:

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

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

$$\Delta_{л} = \pm 0.84\ \Delta,$$

где Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг:

$$\Delta = \delta * X / 100,$$

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = X' - X - C_д,$$

где X', X, $C_д$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.4) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($К_к$) с нормативом контроля (К).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \le К, \qquad (2)$$

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):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \qquad (3)$$

где 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., Юзихин О.С.

Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург.

gost.e-ecolog.ru