Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств хлорантранилипрола в зеленой массе растений, семенах сои и подсолнечника, в зерне кукурузы и гороха и в растительных маслах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3417—17

Издание официальное

Москва • 2017

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 хлорантранилипрола в зеленой массе растений, семенах сои и подсолнечника, в зерне кукурузы и гороха и в растительных маслах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3417—17

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств хлорантранилипрола в зеленой массе растений, семенах сои и подсолнечника, в зерне кукурузы и гороха и в растительных маслах методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—24 с.

ISBN 978—5—7508—1575—3

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России (А. В. Довгилевич, О. И. Рыбакова, П. В. Рязанцев, Е. Н. Тестова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 декабря 2016 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 14 февраля 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 05.10.17

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,5

Тираж 125 экз. Заказ 70

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
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2017

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
14 февраля 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств хлорантранилипрола в зеленой массе растений, семенах сои и подсолнечника, в зерне кукурузы и гороха и в растительных маслах методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.3417—17

Свидетельство о метрологической аттестации МВИ № РОСС RU. 0001.310430/0253.12.02.2016 от 12.02.2016 г.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения уровня остаточных количеств хлорантранилипрола в зеленой массе растений, семенах сои и подсолнечника, зерне кукурузы и гороха и в растительных маслах в диапазоне 0,01 – 0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Хлорантранилипрол

Название по ИЮПАК: 3-бром-4'-хлор-1-(3-хлор-2-пиридил)-2'-метил-6'-(метилкарбамоил) пиразол-5-карбоксанилид.

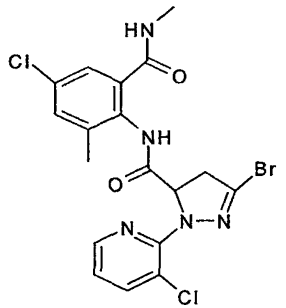
Эмпирическая формула: $C_{18}H_{14}BrC_2N_5O_2$.

Молекулярная масса: 483,15.

Агрегатное состояние: мелкий порошок.

Цвет, запах: белого цвета без запаха.

Структурная формула:



Давление насыщенного пара $6,3 \times 10^{-9}$ МПа при 25 °С.

Коэффициент распределения в системе октанол/вода при pH 7 и 20 °С: $\log P\ K_{ow} = 2,76$.

Растворимость в воде (мг/дм^3): при pH 4 – 0,972; при pH 7 – 0,88; при pH 9 – 0,971.

Растворимость в органических растворителях (мг/дм^3): в ацетоне – 3 446, в метаноле – 1 714, в этилацетате – 1 144, в ацетонитриле – 710.

Хлорантранилипрол быстро разлагается на свету. Полураспад при фотолизе в стерильном буфере pH 7 составляет 0,37 дней при постоянном освещении. При естественном освещении фотолиз хлорантранилипрола медленнее, $ДТ_{50}$ 33 дня.

Вещество долго сохраняется в почве с $ДТ_{50}$ в лаборатории 200 дней, в поле от 3 до 12 месяцев. Под покровом культур разрушается быстрее.

Стабилен при хранении в течение 2 лет.

Краткая токсикологическая характеристика. Ципросульфамид относится к мало опасным по острой оральной ($ЛД_{50}$ для крыс более 5 000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 5 000 мг/кг), но к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 часа) более 5 100 мг/дм^3).

Область применения. Хлорантранилипрол – инсектицид кишечного действия, нарушающий баланс кальция в миофибриллах мускулов насекомых. Высокоэффективен против широкого спектра чешуекрылых, жесткокрылых, двукрылых вредителей (плодожорки, моли, листовертки, колорадский жук, калифорнийская щитовка, хлопковая совка, кукурузный стеблевой мотылек и др.).

Применяется для защиты кукурузы, сои и подсолнечника от вредителей с нормой расхода 0,02—0,03 кг д.в./га, с максимальной кратностью обработок 2. Применяется для борьбы с грызущими насекомыми с нормой расхода 0,01—0,06 кг д.в./га в зависимости от культуры в посадках картофеля, винограда, яблоневых садах.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 2,0 мг/кг массы тела человека;

ОДК в почве – 0,2 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,2 мг/дм^3;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1,5 мг/м^3;

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,007 мг/м^3;

ВМДУ в продукции (мг/кг): зерно хлебных злаков – 0,02.

1. Погрешность измерений

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 для хлорантранилипрола

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, %
Зеленая масса растений (зеленая масса кукурузы)	0,01—0,1 вкл.	50	3	8	12
Зерно кукурузы	0,01—0,1 вкл.	50	5	13	19
Зерно гороха	0,01—0,1 вкл.	50	5	13	19
Семена сои	0,01—0,1 вкл.	50	5	14	20
Семена подсолнечника	0,01—0,1 вкл.	50	3	9	12
Растительные масла (масло кукурузы)	0,01—0,1 вкл.	50	6	16	22

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

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для хлорантранилипрола

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	доверительный интервал среднего результата, ±, %
Зеленая масса растений (зеленая масса кукурузы)	0,01	0,01—0,1	80,36	3,52	1,33
Зерно кукурузы	0,01	0,01—0,1	79,81	4,63	1,73
Зерно гороха	0,01	0,01—0,1	75,15	3,72	1,31
Семена сои	0,01	0,01—0,1	75,63	4,82	1,71
Семена подсолнечника	0,01	0,01—0,1	79,89	4,68	1,75
Растительные масла (масло кукурузы)	0,01	0,01—0,1	79,88	3,62	1,35

2. Метод измерения

Метод основан на определении хлорантранилипрола методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися фазами на колонках с окисью алюминия и концентрирующих патронах № 1, с последующим превращением хлорантранилипрола в его основной метаболит путем дериватизации.

Идентификация проводится по времени удерживания метаболита. Количественное определение – методом абсолютной калибровки, в пересчете на хлорантранилипрол.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора капиллярной колонки и условий программирования температуры.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические класса точности – специальный (I) с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г — ГОСТ Р 53228—08

Весы лабораторные общего назначения класса точности – средний (III) с наибольшим преде-

лом взвешивания до 400 г и пределом допустимой погрешности ± 0,5 г	ГОСТ Р 53228—08
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Микрошприц объемом 10 $мм^3$ со шкалой деления 0,1 $мм^3$ и погрешностью измерения вытесняемого объема ± 1 %	
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
pH-метр/милливольтметр с диапазоном измерения 0—14 pH; ± 1999 мВ	
Хроматографическая система, включающая: – хроматограф газовый с детектором по захвату электронов (ЭЗД), снабженный приспособлениями для капиллярной колонки и с возможностью использования автосамплера на 16 проб с дополнительным лотком на 150 виал, с микрошприцем для газовой хроматографии объемом до 10 $мм^3$ 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 на 10, 25, 50, 100 и 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74

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

3.2. Реактивы

Хлорантранилипрол, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 98,0 %	CAS 500008-45-7
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Алюминий окись для хроматографии, ч	ТУ 6-09-3916—75
Аммиак водный, 25 % , чда	ГОСТ 3760—79
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	ТУ 6-09-2167—84
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72

Гелий, очищенный	ТУ-51-940—80
n-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Кислота серная, концентрированная, хч	ГОСТ 4204—77
Калий марганцовокислый, чда	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, ч	ТУ 6-09-4711—81
Концентрирующие патроны для твердофазной экстракции с гидрофобным сорбентом с размером частиц 63—200 мкм с привитыми гексадецильными (С16) группами (объем – 1 $см^3$, масса сорбента – 0,6 г) (патрон № 1)	ТУ 4215-002-05451931—94
Метилен хлористый, хч	ТУ 6-09-2662—77
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий углекислый, кислый, хч	ГОСТ 4201—79
Этилацетат, чда	ГОСТ 22300—76

Примечание. Допускается использование реактивов с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами	ГОСТ 25336—82
Аппарат для встряхивания проб с возвратно-поступательным направлением колебаний, с максимальной загрузкой 10 кг, с амплитудой колебаний 30 мм и скоростью от 10 до 300 колебаний в минуту	
Банки полипропиленовые с крышками для экстракции вместимостью 250 $см^3$	
Блок нагревательный для виал или песчаная баня	
Ванна ультразвуковая с потребляемой мощностью 140 Вт, рабочей частотой 50 Гц, рабочим объемом 4,5 $дм^3$	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Виалы объемом 2 $см^3$, закрываемые завинчивающейся или запрессовывающейся крышкой с тефлонированной резиновой прокладкой, прокалываемой микрошприцем для автоматического дозатора проб	
Виалы (пузырьки) с тефлоновыми прокладками емкостью 40 $см^3$	

Воронки делительные на 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
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 на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 100, 250 $см^3$ и 4 000 $см^3$ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая капиллярная из кварцевого стекла, с внутренний диаметром 0,32 мм, длиной 30 м, с неподвижной фазой, содержащей 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана, толщина пленки 0,25 мкм	
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	
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1 000 $см^3$	
Фильтры обеззоленные нейтральные, быстро фильтрующие, диаметром 11 см, зольность одного фильтра 0,00072 г	ТУ 6-09-1678—86
Центрифуга лабораторная, настольная с максимальным рабочим числом оборотов 4 000 об./мин, с рабочим объемом ротора 200 $см^3$ × 4 ячейки, выбираемый временной диапазон работы от 0 до 100 минут и с набором полипропиленовых банок емкостью 200 $см^3$	

Шприц инъекционный многократного применения объемом 10 $см^3$ ГОСТ 22967—90

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

4. Требования безопасности

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

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТу 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТу 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТу 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой може выполнять специалист, имеющий опыт работы на газовом хроматографе, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

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

7. Подготовка к определению

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка колонок с окисью алюминия для очистки экстракта, подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонках с окисью алюминия и концентрирующих патронах № 1, установление градуировочной характеристики.

7.1.1. 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. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 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.

7.1.2. Очистка хлористого метилена

Хлористый метилен промывают равным объемом 5%-го раствора натрия углекислого (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.

7.1.3. 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.

7.1.4. Очистка ацетона

Ацетон помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к нему марганцовокислый калий из расчета 1 г/дм^3.

Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление рабочих растворов

7.2.1.1. Приготовление 1,0%-го водного раствора аммиака для дериватизации. Мерной пипеткой отбирают 1 см^3 25%-го раствора аммиака и переносят в мерную колбу на 25 см^3, куда предварительно наливают около 10 см^3 бидистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и доводят объем в колбе до метки бидистиллированной водой (при

приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой). Полученный раствор хранят под тягой в течение одного месяца.

7.2.1.2. Приготовление 4 н раствора серной кислоты. Мерным цилиндром отбирают 112 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 1 000 см^3, куда предварительно наливают около 300 см^3 дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией хлорантранилипрола 1,0 мг/см^3. Взвешивают 50 мг хлорантранилипрола в мерной колбе объемом 50 см^3. Навеску растворяют в ацетоне, помещая колбу в ультразвуковую ванну, и доводят объем до метки ацетоном. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике не более 4 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией хлорантранилипрола 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 ацетоном. Полученный 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.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией хлорантранилипрола 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 ацетоном. Стандартный раствор № 3 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики после его дериватизации. Стандартный раствор № 4 хранится в холодильнике не более 10 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией хлорантранилипрола 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 ацетоном. Стандартный раствор № 4 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики после его дериватизации. Стандартный раствор № 4 хранится в холодильнике не более 10 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией хлорантранилипрола 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 ацетоном. Стандартный раствор № 5 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики после его дериватизации. Стандартный раствор № 5 хранится в холодильнике не более 10 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией хлорантранилипрола 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 ацетоном. Стандартный раствор № 6 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики после его дериватизации. Стандартный раствор № 6 хранится в холодильнике не более 10 суток.

7.3. Дериватизация (превращение хлорантранилипрола в метаболит)

7.3.1. Дериватизация стандартных растворов

В четыре виалы объемом 40 см^3 помещают по 2 см^3 каждого стандартного раствора хлорантранилипрола в ацетоне (№ 3, 4, 5 и 6 соответственно), удаляют растворитель током теплого воздуха.

К сухому остатку в виале добавляют 0,8 см^3 ацетона и растворяют, помещая виалу в ультразвуковую ванну на 2 минуты. В виалу добавляют 2 см^3 1,0%-го водного раствора аммиака и помещают виалу в ультразвуковую ванну еще на 2 минуты. Плотно (!) закрывают виалу крышкой и помещают в нагревательный блок для виал на 2 часа при 75 °С. Далее виалу охлаждают до комнатной температуры, добавляют в нее 10 см^3 этилацетата и интенсивно встряхивают смесь. После полного разделения фаз из верхнего этилацетатного слоя аликвоту 5 см^3, переносят в концентратор и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Сухой остаток растворяют в 10 см^3 ацетона и 1 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

Получают 4 раствора для установления градуировочной характеристики с концентрациями: 0,1; 0,05; 0,02; 0,01 мкг/см^3, в пересчете на хлорантранилипрол.

7.3.2. Дериватизация проб

К сухому остатку в виале добавляют 0,8 см^3 ацетона и растворяют, помещая виалу в ультразвуковую ванну на 2 минуты. В виалу добавляют 2 см^3 1,0%-го водного раствора аммиака и помещают виалу в ультразвуковую ванну еще на 2 минуты. Плотно (!) закрывают виалу крышкой и помещают в нагревательный блок для виал на 2 часа при 75 °С. Далее виалу охлаждают до комнатной температуры, добавляют в нее 10 см^3 этилацетата и интенсивно встряхивают смесь. После полного разделения

фаз из верхнего этилацетатного слоя аликвоту 5 $см^3$, переносят в концентратор и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ ацетона и 1 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации хлорантранилипрола в растворе (мкг/$см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки с концентрацией 0,01; 0,02; 0,05 и 0,10 мкг/$см^3$.

В испаритель хроматографа вводят по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.5. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения хлорантранилипрола на ней

7.5.1. 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.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения хлорантранилипрола на колонке с окисью алюминия

В концентратор объемом 100 $см^3$ вносят 1 $см^3$ стандартного раствора хлорантранилипрола в ацетоне с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$ и упаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С. Сухой остаток растворяют в 10 $см^3$ ацетонитрила, помещая виалу в ультразвуковую ванну на 30 с, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят на подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха при температуре не выше 35 °С.

Исходную колбу обмывают тремя порциями ацетонитрила объемом 10 $см^3$ каждая и последовательно вносят их на колонку. Каждую порцию собирают отдельно в концентратор объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

Сухой остаток каждой фракции переносят тремя порциями ацетона по 2 $см^3$ каждая в виалы объемом 40 $см^3$, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят дериватизацию, как указано в п. 7.3.1.

Определяют фракции, содержащие хлорантранилипрола, полноту смывания с колонки и необходимый объем элюента.

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

7.6. Подготовка концентрирующих патронов № 1 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения хлорантранилипрола на них

7.6.1. Подготовка концентрирующего патрона № 1 для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 $см^3$/мин.

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

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 20 $см^3$ воды. Элюаты отбрасывают.

7.6.2. Проверка хроматографического поведения хлорантранилипрола на концентрирующем патроне № 1

В концентратор объемом 100 $см^3$ вносят 1 $см^3$ стандартного раствора хлорантранилипрола в ацетоне с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$ и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила, тщательно обмывают стенки концентратора, добавляют 8 $см^3$ воды, перемешивают и наносят на подготовленный патрон. Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха при температуре не выше 35 °С.

Исходный концентратор обмывают 20 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха при температуре не выше 35 °С. Концентрирующий патрон высушивают под вакуумом в течение двух минут. Исходный концентратор последовательно обмывают четырьмя порциями объемом 10 $см^3$ каждая смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 3. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

Сухой остаток каждой фракции переносят тремя порциями ацетона по 2 $см^3$ каждая в виалы объемом 40 $см^3$, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят дериватизацию, как указано в п. 7.3.1.

Определяют фракции, содержащие хлорантранилипрол, полноту смывания с патрона и необходимый объем элюента.

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб проводится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051—79 от 21.08.79, а также в соответствии с ГОСТом 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТом 6201—68 «Горох шлифованный. ТУ», ГОСТ Р ИСО 6497—11 «Корма для животных. Отбор проб», ГОСТом 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТом 17109—88 «Соя. Требования при заготовках и поставках», ГОСТом 31760—12 «Масло соевое. ТУ», ГОСТом 22391—89 «Подсолнечник. Требования при заготовках и поставках», ГОСТом 1129—13 «Масло подсолнечное, ТУ», ГОСТом 8808—2000 «Масло кукурузное, ТУ», ГОСТом 31760—12 «Масло соевое. ТУ», ГОСТом 32190—13 «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб».

Пробы зеленой массы растений хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0—4 °С не более суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С до 2 лет.

Отобранные пробы зерна кукурузы и гороха, а также семян сои и подсолнечника подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Пробы растительных масел хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С не более 10 суток.

9. Проведение определения

9.1. Зеленая масса растений

9.1.1. Экстракция

Образец измельченной зеленой массы растений массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$. Хлорантранилипрол экстрагируют 80 $см^3$ этилацетата, помещая пробы в ультразвуковую ванну на 5 минут. Экстракты фильтруют через фильтр низкой плотности в концентратор объемом 250 $см^3$. Экстракцию повто-

ряют еще два раза, используя по 50 см^3 этилацетата и помещая на 5 минут в ультразвуковую ванну. Экстракты фильтруют, объединяют в концентратор объемом 250 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.1.1, прибавляют 5 см^3 ацетона, 50 см^3 воды, перемешивают, тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Водную фазу подкисляют 4 н серной кислотой до pH 2. Добавляют 50 см^3 хлористого метилена, перемешивают, дегазируют (обязательно!!!) и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. 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. Повторяют экстракцию еще два раза, используя каждый раз по 30 см^3 хлористого метилена и встряхивая воронку в течение 2 минут. Хлористый метилен объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

9.1.3. Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия

Сухой остаток в концентраторе, полученный по п. 9.1.2, растворяют в 10 см^3 ацетонитрила, помещают на 30 секунд в ультразвуковую ванну, перемешивают и наносят на заранее подготовленную колонку, элюат собирают в концентратор объемом 100 см^3. Исходную колбу обмывают 20 см^3 ацетонитрила и вносят на колонку. Элюаты объединяют в концентраторе объемом 100 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С.

9.1.4. Дериватизация

Сухой остаток, полученный в п. 9.1.3, растворяют в 2 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, переносят в виалу. Процедуру повторят еще два раза, используя по 2 см^3 ацетона, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят дериватизацию как указано в п. 7.3.2.

После дериватизации из верхнего слоя (этилацетата) отбирают аликвоту 5 см^3, переносят в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 см^3 ацетона и 1 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.2. Семена сои и подсолнечника, зерно кукурузы и гороха

9.2.1. Экстракция

Образец измельченных семян подсолнечника (сои, зерна кукурузы или гороха) массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции и центрифугирования объемом 200 $см^3$, прибавляют 80 $см^3$ ацетона и помещают сначала на 10 минут в ультразвуковую ванну, а затем на аппарат для встряхивания проб на 10 минут. Затем пробу центрифугируют в течение 3 минут при скорости 4 000 оборотов в минуту. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 $см^3$ через фильтр низкой плотности. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 $см^3$ ацетона в тех же условиях. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К масляному остатку в концентраторе, полученному по п. 9.2.1, прибавляют 50 $см^3$ гексана, перемешивают, тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$. Хлорантранилипрол экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 30 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая воронку 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (ацетонитрил) объединяют в конической колбе объемом 250 $см^3$. Гексан отбрасывают.

Ацетонитрильный экстракт переносят в чистую делительную воронку объемом 250 $см^3$ и промывают двумя порциями гексана по 30 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая воронку 2 минуты. Ацетонитрил собирают в концентратор объемом 250 $см^3$, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей» и по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия».

9.2.3. Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1

Сухой остаток, полученный после очистки экстракта на колонках с окисью алюминия, растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну, перемешивают, прибавляют 8 $см^3$ воды, перемешивают и вносят на заранее подготовленный патрон. Элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 20 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4 и вносят на патрон, элюат отбрасывают. Концентрирующий патрон высушивают под вакуумом в течение 2 минут.

Хлорантранилипрол элюируют с патрона 30 $см^3$ смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 3. Элюат собирают в концентраторе

объемом 100 см^3 и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

Далее проводят дериватизацию как указано в п. 7.3.2.

После дериватизации из верхнего слоя (этилацетата) отбирают аликвоту 5 см^3, переносят в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 см^3 ацетона и 1 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.3. Растительные масла

9.3.1. Экстракция и очистка полученного экстракта в системе несмешивающихся растворителей

Из пробы растительного масла отбирают в стакан навеску массой 10 г и переносят ее в делительную воронку объемом 250 см^3 двумя порциями гексана объемом по 25 см^3. Хлорантранилипрол экстрагируют тремя порциями ацетонитрила по 50 см^3, каждый раз интенсивно встряхивая воронку в течение 2 минут. Гексановый слой отбрасывают, а ацетонитрильный экстракт возвращают в чистую делительную воронку.

Ацетонитрильный экстракт промывают двумя порциями гексана объемом по 30 см^3. Гексан отбрасывают, а ацетонитрил собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С.

9.3.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.3.1, прибавляют 5 см^3 ацетона, 50 см^3 воды, перемешивают, тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3 через фильтр низкой плотности. Водную фазу подкисляют 4 н серной кислотой до pH 2. Добавляют 30 см^3 хлористого метилена, перемешивают, дегазируют (обязательно!!!) и интенсивно встряхивают в течение 2 мин. 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. Повторяют экстракцию еще два раза, используя каждый раз по 30 см^3 хлористого метилена и встряхивая воронку в течение 2 мин. Хлористый метилен объединяют в концентраторе объемом 250 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.3 «Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия» и по п. 9.2.3 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах № 1».

После очистки проводят дериватизацию как указано в п. 7.3.2.

После дериватизации из верхнего слоя (этилацетата) отбирают аликвоту 5 $см^3$, переносят в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 35 °С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 $см^3$ ацетона и 1 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.4. Условия хроматографирования

Хроматографическая система, включающая:

– хроматограф газовый с детектором по захвату электронов (ЭЗД), снабженный приспособлениями для капиллярной колонки и с возможностью использования автосамплера на 16 проб с дополнительным лотком на 150 виал, с микрошприцем для газовой хроматографии объемом до 10 $мм^3$ 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 капиллярная из кварцевого стекла с внутренний диаметром 0,32 мм, длиной 30 м, с неподвижной фазой, содержащей 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура детектора – 320 °С, поток газа поддувки (азот) – 25,0 $см^3$/мин.

Температура испарителя – 300 °С, тип газа гелий, режим *Split*, давление 17,99 *psi*, деление потока 20 : 1, общий поток 57,6 $см^3$/мин, поток обдува септы 3,0 $см^3$/мин.

Программированный нагрев колонки с 180 °С (выдержка 1 мин) по 25 град/мин до 270 °С, с 270 °С по 5 град/мин до 300 °С (выдержка 5 мин), режим постоянный поток, поток колонки 2,6 $см^3$/мин, средняя скорость 48,6 см/с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,01—0,1 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор IN-EQW78 с концентрацией 0,1 мкг/$см^3$ в пересчете на хлорантранилипрол, соответственно разбавляют.

10. Обработка результатов анализа

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

Альтернативная обработка результатов.

Содержание хлорантранилипрола 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 хлорантранилипрола в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мВ;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мВ;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m – масса анализируемого образца, г;

P – содержание хлорантранилипрола в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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.

12. Оформление результатов

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:

«*содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг*».*

* 0,01 мг/кг – предел обнаружения.

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений, а также контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики для IN-EQW78 в пересчете на хлорантранилипрол проводят при смене основного градуировочного раствора № 1 каждые четыре месяца, при смене основного градуировочного раствора № 2 – каждый месяц, при смене основных градуировочных растворов 3, 4, 5 и 6 – каждые 10 суток, а также в начале и по окончании каждой серии анализов.

При контроле стабильности градуировочной характеристики проводят измерения не менее трех образцов концентраций для градуировки, содержание IN-EQW78 в которых должно охватывать весь диапазон концентраций от 0,01 до 0,1 мкг/см^3 в пересчете на хлорантранилипрол.

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для каждого из используемого для контроля градуировочного раствора сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C} \leq 7\text{, где}$$

X – концентрация IN-EQW78 контрольного измерения, мкг/см^3;

C – известная концентрация градуировочного раствора IN-EQW78 в ацетоне, взятая для контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3;

7 – погрешность градуировочной характеристики, %.

Если величина расхождения (A) превышает 7 %, 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 IN-EQW78, предусмотренных МВИ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики определяют ее заново согласно п. 7.4.

13.2. 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 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:

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

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. 11), 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.

13.3. 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):

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

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

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

Приложение 1

Полнота извлечения хлорантранилипрола из зеленой массы растений, семян сои и подсолнечника, зерна кукурузы и гороха и из растительных масел (5 повторностей для каждой концентрации, P = 0,95)

Среда	Внесено хлорантранилипрола, мг/кг	Обнаружено хлорантранилипрола, мг/кг	Полнота определения, %
Зеленая масса растений	0,01	0,0077 ± 0,0003	77,4
	0,02	0,0160 ± 0,0005	80,2
	0,05	0,0403 ± 0,0014	80,6
	0,10	0,0832 ± 0,0021	83,2
Семена сои	0,01	0,0079 ± 0,0003	78,6
	0,02	0,0151 ± 0,0009	75,4
	0,05	0,0364 ± 0,0015	72,7
	0,10	0,0758 ± 0,0048	75,8
Семена подсолнечника	0,01	0,0082 ± 0,0003	82,4
	0,02	0,0167 ± 0,0007	83,5
	0,05	0,0389 ± 0,0007	77,8
	0,10	0,0758 ± 0,0019	75,8
Зерно кукурузы	0,01	0,0080 ± 0,0005	80,2
	0,02	0,0162 ± 0,0007	81,0
	0,05	0,0409 ± 0,0023	81,9
	0,10	0,0761 ± 0,0029	76,1
Зерно гороха	0,01	0,0076 ± 0,0002	76,2
	0,02	0,0151 ± 0,0007	75,4
	0,05	0,0373 ± 0,0022	74,6
	0,10	0,0744 ± 0,0041	74,4
Растительные масла (масло кукурузы)	0,01	0,0079 ± 0,0006	79,0
	0,02	0,0158 ± 0,0006	79,1
	0,05	0,0406 ± 0,0017	81,2
	0,10	0,0802 ± 0,0023	80,2

gost.e-ecolog.ru