Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств боскалида в зеленой массе, корнеплодах сахарной свеклы, зерне гороха, кукурузы, бобах сои и растительном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3411—16

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 боскалида в зеленой массе, корнеплодах сахарной свеклы, зерне гороха, кукурузы, бобах сои и растительном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3411—16

ББК 51.23
О-62

О-62 **Определение** остаточных количеств боскалида в зеленой массе, корнеплодах сахарной свеклы, зерне гороха, кукурузы, бобах сои и растительном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1561—6

1. Разработаны сотрудниками ФГБНУ «Всероссийский НИИ защиты растений» (В. И. Долженко, О. К. Остроухова) и ООО «Инновационный центр защиты растений» (И. А. Цибульская).

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 29 декабря 2016 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—1561—6

© 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
29 декабря 2016 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств боскалида в зеленой массе, корнеплодах сахарной свеклы, зерне гороха, кукурузы, бобах сои и растительном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3411—16

Свидетельство о метрологической аттестации № 01.5.04.231/01.00043/2016.

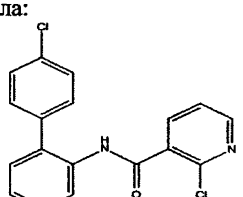
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации боскалида в зеленой массе, корнеплодах сахарной свеклы, зерне гороха и кукурузы, бобах сои и растительном масле в диапазоне концентраций 0,01—0,1 мг/кг.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Боскалид (ISO)

2-хлор-N-(4-хлорбифенил-2-ил) никотинамид (IUPAC).

Структурная формула:



Брутто формула: $C_{18}H_{12}Cl_2N_2O$.

Молекулярная масса: 343,2.

Химически чистый препарат – белое кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 142,8—143,8 °С.

Давление паров: $7,2 \times 10^{-4}$ МПа (25 °С). Плотность 1,38 (20 °С).

Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 2,96 (pH 7,0—7,2).

Растворимость в воде 4,64 г/дм^3 (pH 6, 20 °C); в органических растворителях (г/дм^3, 25 °C): в ацетоне 160—200, ацетонитриле 40—50, метаноле 40—50, дихлорметане 200—250.

Устойчив в водном растворе при отсутствии света при 50 °C (pH 4,7 и 9) в течение 5 дней, при 25 °C (pH 5,7 и 9) – в течение 30 дней.

В почве период полураспада DT_{50} – от 108 дней до 1 года.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая оральная токсичность для крыс LD_{50} > 5 000 мг/кг, острая дермальная токсичность для крыс LD_{50} > 2 000 мг/кг, острая ингаляционная токсичность для крыс LC_{50} (4 ч) > 6,7 мг/дм^3. Не мутаген, не онкоген для крыс и мышей, не тератоген для крыс.

Область применения. Высокоэффективный контактный фунгицид длительного действия, применяется для борьбы с комплексом болезней овощных, масличных и зернобобовых культур.

Гигиенические нормативы. ВМДУ боскалида для импортируемой продукции в овощах со съедобными корнями – 2,0 мг/кг, в горохе – 3,0 мг/кг, в семенах масличных культур – 1,0 мг/кг.

МДУ для зерна кукурузы, бобов сои и масла не установлены.

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

Метрологическая характеристика метода

Ализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности* (границы относительной погрешности ($P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости (значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (значение допустимого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в разных лабораториях), R, % ($P = 0,95$)
1	2	3	4	5	6	7
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01—0,1	25	10	13	28	36

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6	7
Зерно гороха	0,01—0,1	25	10	13	28	36
Зерно кукурузы	0,01—0,1	25	10	13	28	36
Бобы сои	0,01—0,1	25	10	13	28	36
Зеленая масса	0,01—0,1	25	10	13	28	36
Растительное масло	0,01—0,1	25	10	13	28	36
* соответствует расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$						

Таблица 2

Полнота извлечения боскалида, 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, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,01—0,1	82,8	3,5	1,9
Зерно гороха	0,01	0,01—0,1	82,7	2,4	1,3
Зерно кукурузы	0,01	0,01—0,1	84,3	3,9	2,1
Бобы сои	0,01	0,01—0,1	80,1	3,3	1,2
Зеленая масса	0,01	0,01—0,1	81,0	3,4	1,8
Растительное масло	0,01	0,01—0,1	78,2	3,8	2,0

2. Метод измерений

Методика основана на определении боскалида методом капиллярной газожидкостной хроматографии с использованием электронно-захватного детектора после экстракции из образцов водно-органическим растворителем, очистки экстракта на патронах для твердофазной экстракции (ТФЭ).

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

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, материалы и вспомогательные устройства

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф с электронно-захватным детектором и кварцевой капиллярной колонкой длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя неподвижной фазы (35 % дифенилсилоксана + 65 % диметилсилоксана) – 0,25 мкм	
Весы аналитические с пределом взвешивания до 210 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 мг	ГОСТ 53228—08
Весы технические с пределом взвешивания до 150 г и пределом допускаемой погрешности 0,1 г	ГОСТ 53228—08
Колбы мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Микрошприц МШ-10	ТУ 2-833-106
Пипетки градуированные объемом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки градуированные с притертыми пробками на 5 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 23932—90

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

3.2. Реактивы

Боскалид, аналитический стандарт с содержанием основного компонента 99 %	
Азот, осч, в баллонах с редуктором	ГОСТ 9293—74
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная, деионизованная)	ГОСТ Р 52501—05
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Метилен хлористый, хч	ТУ 6-09-2662—77

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Баня ультразвуковая с рабочей частотой 37 кГц	
Воронки химические конусные диаметром 56 мм	ГОСТ 25336—82

Водоструйный насос	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные конические на шлифах КШ 29/32 ТС на 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Колбы круглодонные на шлифах КШ 29/32 ТС на 10, 50 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737—93
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Патроны для ТФЭ, заполненные гидрофобным сорбентом с привитыми гексадецильными группам	
Ротационный вакуумный испаритель с мембранным насосом, обеспечивающим вакуум до 10 мбар	
Установка для удаления растворителей в токе азота	
Фильтры бумажные средней плотности	ТУ 6.091678—86

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При проведении работы необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1.005—88, ГОСТ 12.1.007—76). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

При выполнении измерений с использованием газового хроматографа и работе с электроустановками соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. 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».

4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 $кгс/см^2$), необходимо соблюдать федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением»

(утв. Приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы в области газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации хроматографа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерений

При выполнении измерений выполняют 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. 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 ГОСТ 13634—90 «Кукуруза. Требования при заготовках и поставках» и с ГОСТ 8808—2000 «Масло кукурузное. ТУ». Отбор проб бобов сои для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Зерно кукурузы и бобы сои хранят в полотняных мешочках при комнатной температуре. Для исследовательских целей допускается получение масла в лаборатории из проб измельченного зерна методом экстракции органическим растворителем при температуре не выше 40 °С или холодным отжимом бобов сои с помощью лабораторного пресса. Пробы масла хранят при 4—6 °С в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре не более 30 суток.

Отбор проб свеклы проводится в соответствии с ГОСТ 1722—85 «Свекла столовая свежая, заготовляемая и поставляемая». Для длительного хранения аналитические пробы свеклы (ботва и корнеплоды) помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С и хранят в герметично закрытой полиэтиленовой таре.

Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 28674—90 «Горох. Требования по заготовке и поставке». Для длительного хранения зерно гороха подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие образцы могут храниться в течение года. Перед анализом пробы гороха доводят до стандартной влажности и измельчают.

8. Подготовка к выполнению определений

8.1. Кондиционирование колонки

Капиллярную и/или насадочную колонку перед анализом кондиционируют в токе азота при температуре 250 °С до установления стабильной нулевой линии.

8.2. Приготовление растворов

Для экстракции боскалида из матрицы используется раствор ацетон : вода = 8 : 2.

В плоскодонную колбу на 250 $см^3$ вносят 80 $см^3$ ацетона и 20 $см^2$ дистиллированной воды, раствор перемешивают.

8.3. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 $см^3$ растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,0 $см^3$ и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей проводят в соответствии с типовыми методиками.

8.4. Приготовление основного и градуировочных растворов

8.4.1. Основной раствор с концентрацией 100 мкг/$см^3$: точную навеску боскалида (10 ± 0,1) мг помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетоне и доводят объем до метки тем же растворителем.

8.4.2. Раствор с концентрацией боскалида 10 мкг/$см^3$: в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ вносят 1 $см^3$ основного раствора и доводят объем до метки ацетоном.

Этот раствор используют для проверки хроматографического поведения боскалида на патроне.

Градуировочные растворы боскалида с концентрациями 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного разбавления основного раствора по объему, используя гексан.

8.4.3. Раствор № 1 с концентрацией боскалида 1,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1 см^3 основного раствора и доводят объем до метки гексаном.

8.4.4. Раствор № 2 с концентрацией боскалида 0,5 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

8.4.5. Раствор № 3 с концентрацией боскалида 0,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

8.4.6. Раствор № 4 с концентрацией боскалида 0,1 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки гексаном.

Основной раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение 14 дней.

Для внесения в образец при определении полноты извлечения используют основной раствор боскалида, разбавленный гексаном до соответствующей концентрации.

8.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят по 1 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют высоты или площади пиков и строят график зависимости среднего значения высоты (площади) пика от концентрации боскалида в градуировочном растворе (мкг/см^3).

Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|C - C_к|}{C} \cdot 100 \leq \lambda_{контр.}, \text{ где}$$

C – аттестованное значение массовой концентрации боскалида в градуировочном растворе;

$C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации боскалида в градуировочном растворе;

$\lambda_{контр.}$ – норматив контроля градуировочного коэффициента, % ($\lambda_{контр.}$ = 10 % при P = 0,95).

8.6. Кондиционирование патрона для твердофазной экстракции

Патроны для ТФЭ непосредственно перед употреблением промывают последовательно 5 см^3 ацетона и 10 см^3 дистиллированной воды, после чего они готовы к работе.

8.7. Проверка хроматографического поведения боскалида на патроне для ТФЭ

В круглодонную колбу емкостью 10 см^3 отбирают 1 см^3 раствора боскалида с концентрацией 10 мкг/см^3. Отдувают растворитель током азота. Остаток растворяют в 5 см^3 воды и переносят на подготовленный патрон. Колбу обмывают 2 см^3 воды и смыв тоже переносят на патрон. Боскалид элюируют 10 см^3 хлористого метилена. Элюаты от нанесения и промывки собирают фракциями по 2 см^3. Из полученного раствора удаляют хлористый метилен током азота до сухого остатка, который растворяют в 0,1 см^3 ацетона, затем в 0,9 см^3 гексана и 1 мм^3 полученного раствора вводят в хроматограф. Фракции, содержащие боскалид, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с патрона и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Проверку хроматографического поведения боскалида следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии патронов и растворителей.

8.8. Подготовка приборов и средств измерения

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

9. Проведение определения

9.1. Экстракция боскалида из корнеплодов сахарной свеклы, зеленой массы, зерна гороха, кукурузы и бобов сои

Анализируемый объект измельчают, берут навеску (10,0 ± 0,1) г, помещают в коническую колбу на 250 см^3, заливают 50 см^3 водного ацетона (8 : 2 по объему) и экстрагируют боскалид в ультразвуковой бане в течение 10 мин; экстракцию повторяют еще раз 30 см^3 экстрагента. Объединенный экстракт фильтруют через бумажный фильтр средней плотности, фильтр обмывают 10 см^3 водного ацетона. Объединенный фильт-

рат упаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С до водного остатка.

Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 9.3.

9.2. Экстракция боскалида из растительного масла

Навеску масла (10,0 ± 0,1) г растворяют в 40 $см^3$ ацетона в плоскодонной колбе объемом 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ воды и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин. Затем экстракт фильтруют через двойной бумажный фильтр средней плотности, смоченный водой, в круглодонную колбу на 100 $см^3$. Водно-ацетоновый экстракт упаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С до полного удаления ацетона.

Полученный водный раствор помещают на 30 мин в холодильник (4—6 °С), после чего фильтруют через предварительно смоченный водой бумажный фильтр в колбу на 50 $см^3$.

Фильтр промывают 10 $см^3$ воды. Полученные растворы объединяют и далее очистку проводят на патроне для ТФЭ по п. 9.3.

9.3. Очистка экстрактов на патроне для ТФЭ

Водные растворы, полученные по п. 9.1 и 9.2, пропускают через кондиционированные (по п. 8.5) патроны со скоростью не более 1—2 $см^3$/мин. Патрон подсушивают током азота и элюируют боскалид 5 $см^3$ хлористого метилена. Из полученного раствора удаляют хлористый метилен током азота до сухого остатка, который растворяют в 0,1 $см^3$ ацетона, затем в 0,9 $см^3$ гексана и 1 $мм^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с электронно-захватным детектором и кварцевой капиллярной колонкой длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с толщиной слоя неподвижной фазы (35 % дифенилсилоксана + 65 % диметилсилоксана) – 0,25 мкм.

Температура колонки программируется от 190 °С (1 мин) до 300 °С (4 мин) со скоростью 25 °С/мин, температура испарителя 300 °С, детектора 350 °С.

Расход газа-носителя (азот) через колонку 1,067 $см^3$/мин (в режиме постоянного потока), поддув в детектор 20 $см^3$/мин. Деление потока 1 : 20. Объем вводимой пробы 1 $мм^3$.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание боскалида в пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_2 \cdot C \cdot V}{H_1 \cdot P}, \text{ где}$$

H_1 – площадь пика боскалида в стандартном растворе, мв·с;

H_2 – площадь пика боскалида в анализируемой пробе, мв·с;

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация боскалида в стандартном растворе, мкг/$см^3$.

Содержание остаточных количеств боскалида в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2 параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор боскалида 1 мкг/$см^3$, разбавляют гексаном.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

При невыполнении условия 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 нижней границы определения*» (например: менее 0,01, где 0,01 мг/кг – предел определения боскалида в зерне гороха).

13. Контроль качества результатов измерений

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

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

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится с применением метода 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:

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

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, концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{X}'} + \Delta^2_{л,\bar{X}}} \quad (1)$$

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (2)$$

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.

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

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

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

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

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

Определение остаточных количеств фипронила и его метаболита фипронил-сульфона в зеленой массе, бобах сои, зерне кукурузы, семенах подсолнечника и растительном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.3411—16

Ответственный за выпуск Н. В. Карташева

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

Подписано в печать 18.09.17

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 125 экз. Заказ 61

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

gost.e-ecolog.ru