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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методические указания по методам контроля

Сборник
МУК 4.1.2593—10; 4.1.2595—10; 4.1.2673—10; 4.1.2674—10; 4.1.2680—2682—10; 4.1.2685—10; 4.1.2686—10; 4.1.2688—10; 4.1.2689—10; 4.1.2691—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
М54

М54 Методические указания по методам контроля: Сборник.— М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—179 с.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

Содержание

Определение остаточных количеств Флурохлоридона в почве, семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2593—10 4

Определение остаточных количеств имидаклоприда в томатном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2595—10 21

Определение остаточных количеств дитианона в ботве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2673—10 35

Определение остаточных количеств бифентрина в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2674—10 47

Определение остаточных количеств метазахлора в капусте методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2680—10 59

Определение остаточных количеств пиклорама в семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2681—10 71

Определение остаточных количеств тетраконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2682—10 87

Измерение концентраций топрамезона в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2685—10 101

Определение остаточных количеств Бета-цифлутрина в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2686—10.....115

Определение остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2688—10.....135

Определение остаточных количеств диметоморфа в ягодах винограда и виноградном соке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2689—10.....149

Определение остаточных количеств ацетамиприда в семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2691—10 163

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

МУК 4.1.2688—10

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—14 с.

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

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10.06.2010 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 августа 2010 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
02 августа 2010 г.
Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

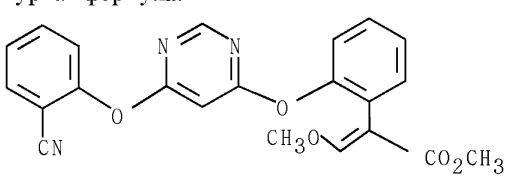
Определение остаточных количеств азоксистробина в зеленой массе, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2688—10

Настоящий документ устанавливает методику определения остаточных количеств азоксистробина в семенах и масле рапса в диапазоне концентраций 0,02—0,2 мг/кг.

Действующее вещество: Азоксистробин.

Структурная формула:



Молекулярная масса 403.4

Брутто формула: $C_{22}H_{17}N_3O_5$

Метил(E)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Химически чистое вещество представляет собой бесцветный кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления 116 °С.

Давление пара $1{,}1 \cdot 10^{-7}$ мПа.

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP = 2,5 (20 °С).

Растворимость в воде 6 мг/дм^3.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): дихлорметан — 400, ацетонитрил — 340, этилацетат — 130, ацетон — 86, толуол —55 , метанол — 20, н-октанол — 1.40.

Гидролитически стабилен. Фотолиз протекает с образованием Z-изомера. Для водных растворов DT_{50} составляет две недели.

Краткая токсикологическая характеристика: острая оральная токсичность для крыс и мышей: LD_{50} > 5000 мг/кг; дермальная — LD_{50} > 2000 мг/кг (крысы), ингаляционная — LC_{50} 0,69—0,96 мг/дм^3 (интраназально, 4 часа, крысы). Не обладает генотоксичным, канцерогенным и нейротоксичным эффектами. Может вызвать слабое раздражение при попадании на кожу или слизистую оболочку глаз.

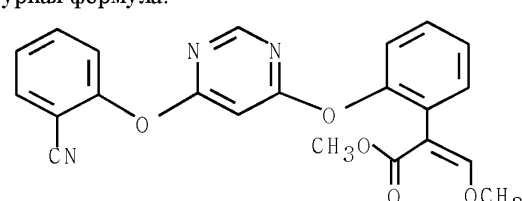
Область применения: фунгицид системного и контактного действия с длительным защитным эффектом. Ингибирует образование спор и мицеллярный рост. Эффективен против широкого набора патогенов, в том числе возбудителей ложной и настоящей мучнистой росы.

В России для Азоксистробина установлены следующие гигиенические нормативы:

- ПДК в воде – 0,01 мг/дм^3;
- ПДК в почве – 0,4 мг/кг;
- МДУ в винограде, огурцах, томатах – 0,2 мг/кг;
- ВМДУ в зерне хлебных злаков – 0,2 мг/кг.

R-230310 — Z-геометрический изомер Азоксистробина.

Структурная формула:



Метил(Z)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)-пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат (IUPAC).

Химически чистое вещество представляет собой кристаллический порошок желтого цвета.

По физико-химическим свойствам R-230310 близок к Азоксистробину.

1. Метрологическая характеристика метода

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	Норматив точности (граница относительной погрешности), ± δ, %	Относительное стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Семена рапса	0,02—0,10 0,10—0,20	≤ 50 ≤ 25	5 3	14 8	42 25
Зеленая масса рапса	0,02—0,10 0,10—0,20	≤ 50 ≤ 25	5 3	14 8	42 25
Масло рапса	0,02—0,10 0,10—0,20	≤ 50 ≤ 25	5 3	14 8	42 25

Таблица 2

Полнота извлечения азоксистробина, 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, ± %
Семена рапса	0,02	0,02—0,20	100,0	7,7	16
Зеленая масса рапса	0,02	0,02—0,20	95,3	8,8	18
Масло рапса	0,02	0,02—0,20	94,7	6,5	14

2. Метод измерения

Методика основана на определении азоксистробина и его геометрического изомера методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов ацетонитрилом в присутствии ацетатного буфера, насыщенного сульфатом магния, и обеспечивающего разделение водной и органической фаз и очистки ацетонитрильного экстракта силикагелем с помощью дисперсионной твердофазной экстракции при одновременном удалении воды безводным сульфатом магния.

Идентификация Е- и Z- азоксистробина проводится по времени удерживания, количественное определение — методом абсолютной калибровки.

Избирательность метода обеспечивается сочетанием условий подготовки проб и хроматографирования.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф «ACQUITY» фирмы «Waters» с быстросканирующим УФ детектором, снабженном дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы технические ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Микродозаторы Ленпипет переменного объема от 200 до 1000 мм3 и от 1 до 5 $см^3$	
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные на 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999–98
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Азоксистробин с содержанием основного вещества 99,7 % (Zeneca)	
Метаболит азоксистробина (Z-изомер) с содержанием основного вещества 96,0 % (Zeneca)	
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Кислота уксусная, ледяная	ГОСТ 61—69
Магний сернокислый безводный, хч	ГОСТ 4523—67
Натрий уксуснокислый, ч	ГОСТ 199—68
Силикагель, Merck 1.09385.1000	
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрила и 0,005 М H_3PO_4 в соотношении 50 : 50	
Элюент 1: смесь гексана и ацетона в соотношении 75 : 25 (по объему)	

Элюент 2: смесь гексана и ацетона в соотношении 65 : 35 (по объему)

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (100 x 2,1) мм, 1,7 мкм (Waters)	
Аппарат для встряхивания	
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Бидистиллятор	
Концентрирующие патроны, заполненные силикагелем 60	
Пробирки с притёртыми пробками на 10, 20 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Центрифуга ОПн-8УХЛ4.2	ТУ 5.375-4261—76
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090

Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных.

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, ГОСТ 12.1.007). Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

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.

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. 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».

5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом высокоэффек-

тивной жидкостной 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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

7.1. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Acquity BEH C18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (0,1—0,2 $см^3$/мин) до стабилизации нулевой линии.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. 0.005 М раствор ортофосфорной кислоты: 0,5 ± 0,01 г 98 % ортофосфорной кислоты помещают в мерную колбу объемом 1 $дм^3$, растворяют в бидистиллированной воде и доводят объем до метки.

7.2.2. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с 0,005 М раствором ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50 по объёму, используя мерные цилиндры.

7.2.3. Приготовление элюента 1. В коническую колбу с притертой пробкой помещают 75 $см^3$ гексана и 25 $см^3$ ацетона. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

7.2.4. Приготовление элюента 2. В коническую колбу с притертой пробкой помещают 65 $см^3$ гексана и 35 $см^3$ ацетона. Перемешивают. Элюент хранят в вытяжном шкафу и используют свежеприготовленным.

7.3. Приготовление основного и градуировочных растворов

7.3.1. Основной раствор с концентрациями изомеров по 0,5 мг/$см^3$: точные навески азоксистробина и его метаболита (50 ± 0,5 мг) помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Градуировочные растворы с концентрациями по каждому аналиту 0,02, 0,05, 0,1, 0,15 и 0,2 мкг/$см^3$ готовят методом последовательного

разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50).

7.3.2. Раствор № 1 с концентрациями изомеров по 0,2 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1 см^3 основного раствора и доводят до метки подвижной фазой (5 мкг/см^3). 4,0 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в другую мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем вновь доводят до метки подвижной фазой (0,2 мкг/см^3).

7.3.3. Раствор № 2 с концентрациями изомеров по 0,15 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 7,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.4. Раствор № 3 с концентрациями изомеров по 0,1 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.5. Раствор № 4 с концентрациями изомеров по 0,05 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 2,5 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

7.3.6. Раствор № 5 с концентрациями изомеров по 0,02 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят пипеткой 1 см^3 раствора № 1 и доводят объем до метки подвижной фазой.

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

При изучении полноты определения изомеров азоксистробина в семенах, зеленой массе и масле рапса используют ацетонитрильные растворы вещества. Например, раствор внесения с концентрацией изомеров азоксистробина по 0,1 мкг/см^3 готовят из основного раствора с концентрацией изомеров азоксистробина по 0,5 мг/см^3 методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом аналогично п. 7.3.4.

7.4.1. Построение градуировочного графика

Для установления градуировочной характеристики (площадь пика – концентрация изомеров азоксистробина в растворе) в хроматограф вводят по 10 мм^3 градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций). Затем измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации азоксистробина в градуировочном растворе.

Методом наименьших квадратов рассчитывают градуировочный коэффициент (К) в уравнении линейной регрессии:

$$C = KS, \text{ где}$$

S – площадь пика градуировочного раствора.

Градуировку признают удовлетворительной, если значение коэффициента линейной корреляции оказывается не ниже 0,99.

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:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации азоксистробина в градуировочном растворе;

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

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

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб семян рапса для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Семена хранят при комнатной температуре в полотняных мешочках, перед анализом доводят до стандартной влажности и измельчают. Растительное масло хранят в холодильнике при температуре 0—4 °С в герметично закрытой стеклянной таре в течение 6 месяцев.

9. Проведение определения

9.1. Определение азоксистробина и его метаболита в семенах и зеленой массе рапса

(10 ± 0,01) г семян рапса или измельченной зеленой массы помещают в тефлоновую центрифужную пробирку вместимостью 50 см^3, прибавляют 10 см^3 воды, 10 см^3 ацетонитрила, 0,1 см^3 ледяной уксусной кислоты, 4 г безводного магния сернокислого и 1 г натрия уксуснокислого. Пробирку плотно закрывают пробкой, встряхивают на аппарате в течение 15 мин и центрифугируют при скорости 8 000 об/мин в течение 10 мин. Супернатант декантируют и количественно переносят в другую тефлоновую центрифужную пробирку. Если супернатант декантировать не удается, то массу фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр «красная лента». Измеряют объем супернатанта или фильтрата и прибавляют к нему силикагель и безводный магний из расчета 50 мг

силикагеля, 150 мг магния сернокислого на 1 $см^3$ супернатанта. При работе с образцами зеленой массы к супернатанту также прибавляют активированный уголь из расчета 7,5 мг на 1 $см^3$ супернатанта. Пробирку плотно закрывают пробкой, встряхивают на аппарате 15 мин и центрифугируют при скорости 8 000 об/мин в течение 10 мин. Количественно отбирают с помощью шприца верхний ацетонитрильный слой, переносят его в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и доводят объем до метки водой 10 $мм^3$ полученного раствора вводят в хроматограф.

9.2. Определение азоксистробина и его метаболита в масле рапса

10 г масла растворяют в 50 $см^3$ гексана и пропускают через патрон, заполненный силикагелем 60 и предварительно откондиционированный 2,5 $см^3$ гексана. Промывают последовательно 25 $см^3$ гексана и 2 $см^3$ элюента 1. Фильтрат и промывку отбрасывают. Азоксистробин элюируют 4 $см^3$ элюента 2. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе (40 °С). Остаток растворяют в 10 $см^3$ смеси ацетонитрил:вода в соотношении 8 : 2, переносят в центрифужную пробирку и прибавляют 0,1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, 4 г безводного магния сернокислого и 1 г натрия уксуснокислого. Дальнейшую обработку проводят так, как это описано для семян в п. 9.1.

9.3. Условия хроматографирования

Ультраэффективный жидкостной хроматограф «ACQUITY» фирмы Waters с быстросканирующим УФ детектором, снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки. Аналитическая колонка ACQUITY UPLC BEH C18 (2,1 x 100) мм, 1,7 мкм (Waters). Температура колонки 30 ± 1 °С. Подвижная фаза: смесь ацетонитрила и 0,005 М ортофосфорной кислоты в соотношении 50 : 50. Скорость потока элюента: 0,2 $см^3$/мин. Рабочая длина волны УФ-детектора 245 нм. Объем вводимой пробы 10 $мм^3$.

Время удерживания Z-азоксистробина (метаболита) 3,9 ± 0,1 мин.

Время удерживания Е-азоксистробина 4,9 ± 0,1 мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в интервале концентраций 0,02—0,2 мкг/$см^3$.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки. Содержание Е-азоксистробина в семенах, зеленой массе и масле рапса (X, мг/кг), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_x \cdot K \cdot V}{P} \cdot \frac{100}{f}, \text{ где}$$

При проявлении на хроматограмме пика Z-азоксистробина (метаболита) его содержание в пробе рассчитывают по этой же формуле. Общее содержание азоксистробина суммируют.

S_x – площадь пика азоксистробина или его метаболита на хроматограмме испытуемого образца, мм^2 (AU);

K – градуировочный коэффициент, найденный на стадии построения соответствующей градуировочной зависимости;

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

P – навеска анализируемого образца, г;

f – полнота извлечения азоксистробина, приведенная в табл. 2, (%).

Содержание остаточных количеств азоксистробина или его метаболита в образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор азоксистробина с концентрацией 0,2 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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 0,01 мг/кг*, где *-0,01 мг/кг – предел обнаружения азоксистробина или его метаболита в семенах, зеленой массе или масле рапса).

13. 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».

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

13.2. Плановый внутри-лабораторный 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:

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

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. 11) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$| К_к | \le К, \quad (2)$$

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

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

14. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Журкович И. К., Луговкина Н .В., Ковров Н. Г. (ГНУ Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург).

gost.e-ecolog.ru