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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник
МУК 4.1.2777—4.1.2786—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—179 с.

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2781—10

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений (В. И. Долженко, П. А. Таранин, Т. А. Маханькова, С. И. Редюк, Ю. В. Бурлакова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 14.10.2010 № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 24 ноября 2010 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

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
24 ноября 2010 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2781—10

Общие положения

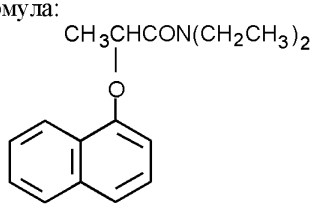
Свидетельство об аттестации методики № 01.5.04.672 от 25.06.2010.

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения в семенах и масле рапса и плодах томатов массовой концентрации напропамида в диапазоне концентраций 0,025—0,4 мг/кг.

Название действующего вещества по номенклатуре ICO: напропамид.

Название по номенклатуре IUPAC: (*RS*)-*N*,*N*-diethyl-2-(1-naphthyloxy)propionamide.

Структурная формула:



Брутто формула: $C_{17}H_{21}NO_2$.

Молекулярная масса: 271,4.

Химически чистое вещество: кристаллы буроватого цвета.

Температура плавления: 75 °С.

Растворимость при 20 °С (г/л): в воде – 0,73, хорошо растворим в ацетоне, этаноле, ксилоле. Устойчив в нейтральной среде, гидролизуется при кипячении в кислой и щелочной средах.

LD_{50} для крыс 5 000 мг/кг, не раздражает кожу. ПДК в воде водоёмов – 1,0 мг/дм^3. МДУ в подсолнечнике (семена) – 0,15 мг/кг, подсолнечнике (масло) – 0,05 мг/кг, в томатах, огурцах, кабачках и тыкве – 0,1 мг/кг.

Область применения: гербицид для борьбы с одно- и двудольными однолетними сорными растениями.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений (табл. 1) для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Объект анализа	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Норматив точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Семена рапса	0,025—0,1	≤ 50	5,1	14,1	22,2
	0,1—0,2	≤ 25	4,9	13,6	20,4
Масло рапса	0,05—0,1	≤ 50	6,2	17,1	22,6
	0,1—0,4	≤ 25	5,0	13,9	20,9
Плоды томатов	0,025—0,1	≤ 50	3,9	10,8	17,2
	0,1—0,2	≤ 25	3,4	9,4	14,1

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для напропамида ($n = 20$, $P = 0,95$)

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Семена рапса	0,025	0,025—0,2	86	5,1	10,5
Масло рапса	0,05	0,05—0,4	84	4,9	10,2
Плоды томатов	0,025	0,025—0,2	88	3,9	8,1

2. Метод измерения

Метод основан на извлечении остаточных количеств напропамида из анализируемого объекта органическими растворителями и проведении очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей. Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки с применением капиллярной газожидкостной хроматографии и использованием пламенно-ионизационного детектора.

Метод специфичен в присутствии других применяемых пестицидов. Проведение очистки экстрактов, а также использование капиллярной колонки позволяет устранять влияние коэкстрактивных веществ на результаты анализа.

3. Средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерения

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и хроматографической кварцевой капиллярной колонкой длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE-52, толщина пленки 0,4 мкм	
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Весы лабораторные типа ВЛКТ-500	ГОСТ 24104—80
Колбы-концентраторы объёмом 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы плоскодонные объёмом 100 и 300 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные со шлифом объёмом 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.	
Пипетки мерные объёмом 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 20292—74
Пробирки мерные со шлифом объёмом 5,0 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Стаканы химические объёмом 100, 200 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт напропамида.	
Азот газообразный высокой чистоты	ТУ 301-07-25—89
Ацетон, осч	ТУ 2633-004-11291058—94
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375—78
Калия гидроокись, чда	ГОСТ 24363—80

Натрий сернокислый б/в (сульфат), чда	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Смесь н-гексан–диэтиловый эфир, 50 : 50, по объёму	
Эфир диэтиловый, чда	ТУ 2600-001-43852015—05

Допускается использование реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аппарат для встряхивания	ТУ 64-1-1081—73
Ванна ультразвуковая УЗВ/100 ТН	
Вата медицинская	ТУ 9393-001-00302238—97
Воронки делительные объёмом 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки химические конусные	ГОСТ 25336—82
Индикаторная бумага универсальная	ТУ 6-09-1181—76
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Ротационный вакуумный испаритель LABOROTA 4000	
Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении	
Установка для упаривания растворителей в токе азота	
Фильтры бумажные, красная лента	ТУ 2642-001-42624157—98
Фильтры бумажные, синяя лента	ТУ 2642-001-42624157—98
Электроплитка	ГОСТ 14919—83

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

4. Требования безопасности

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

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

4.2. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией, соответствовать требованиям пожарной безопасности (ГОСТ 12.1.004) и иметь средства пожаротушения (ГОСТ

12.4.009). Содержание вредных веществ в воздухе лабораторного помещения 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 может выполнять специалист-химик, имеющий опыт работы методом капиллярной газожидкостной хроматографии, ознакомленный с руководством по эксплуатации газового хроматографа, освоивший данный метод и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 13.

6. Условия измерения

При выполнении измерения выполняют следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха лабораторного помещения (20 ± 5) °С и относительной влажности воздуха не более 80 %,
- выполнение измерения на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Отбор проб и хранение

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.1979 года, а также в соответствии с ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приёмки и методы отбора проб» и ГОСТ 1725—85 «Томаты свежие. Требования при заготовках и поставках».

Для исследовательских целей допускается получение в лаборатории масла из проб измельчённых семян методом экстракции органическим растворителем при температуре не выше 40 °С. Пробы масла хранят при 4—6 °С в закрытой стеклянной таре не более 30 суток. Пробы плодов томатов помещают в морозильную камеру с температурой −18 °С и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

8. Подготовка к определению

8.1. Кондиционирование колонки

Капиллярную хроматографическую колонку устанавливают в газовый хроматограф и перед анализом кондиционируют при температуре 280 °С до установления нулевой линии.

8.2. Подготовка и очистка растворителей

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

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Основной раствор напропамида с содержанием 100 мкг/см^3 готовят растворением в ацетоне 0,01 г аналитического стандарта напропамида в мерной колбе объёмом 100 см^3. Раствор хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С не более трёх месяцев.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 4,0, 2,0, 1,0 и 0,5 мкг/см^3 готовят из основного стандартного раствора напропамида последовательным разбавлением ацетоном. Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре 4—6 °С не более месяца. В модельных опытах при изучении полноты извлечения напропамида используют ацетоновые растворы стандартного вещества.

8.4. Построение градуировочной характеристики

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа (п. 9.4) вводят по 2,0 мм^3 приготовленных по п. 8.3 растворов, содержащих напропамид в концентрациях 0,5, 1,0, 2,0 и 4,0 мкг/см^3. Осуществляют не менее трёх параллельных измерений и находят среднее значение высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят градуировочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм^2) от концентрации напропамида в градуировочном растворе в мкг/см^3. Градуировочную характеристику необходимо проверять при замене реактивов, хроматографической колонки или элементов хроматографической системы, изменении условий хроматографирования, а также при отрицательном результате контроля градуировочного коэффициента.

Градуировочную зависимость признают стабильной при выполнении следующего условия:

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

C – аттестованное значение массовой концентрации напропамида в градуировочном растворе;

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

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

8.5. Первичная обработка проб

Пробы семян рапса перед анализом рассыпают на бумаге или кальке и пинцетом удаляют включения. Семена измельчают на лабораторной мельнице и после перемешивания измельчённой массы отбирают усреднённую аналитическую пробу. Замороженные плоды томатов измельчают и готовят усреднённую аналитическую пробу.

9. Проведение определения

9.1. Определение напропамида в семенах рапса

Аналитическую пробу семян массой (20 ± 0,1) г помещают в плоскодонную колбу объёмом 300 см^3, добавляют 150 см^3 смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ ванне в течение 10 мин. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор объёмом 250 см^3. Содержимое колбы с пробой промывают 50 см^3 смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), которую также фильтруют в колбу-концентратор.

При использовании аппарата для встряхивания в плоскодонную колбу с аналитической пробой вносят 150 см^3 смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10) и встряхивают в течение 60 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор объёмом 250 см^3. Содержимое колбы с пробой промывают 50 см^3 смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), которую также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединённым экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель до объёма 10—20 см^3 при температуре 40 °С. В колбу-концентратор добавляют 200 см^3 дистиллированной воды и содержимое колбы перемешивают встряхиванием. Колбу-концентратор помещают в холодильник и выдерживают при температуре 4—6 °С в течение 30 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в делительную воронку объёмом 500 см^3. В воронку добавляют 10 % водный раствор гидроокиси калия до pH 9—10, 30 см^3 насыщенного водного раствора хлористого натрия и после перемешивания 75 см^3 смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Содержимое воронки энергично встря-

хивают в течение 2-х минут. После полного разделения слоёв нижний водный слой сливают в химический стакан, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через фильтр синяя лента со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0—1,5 см) в колбу-концентратор объёмом 250 $см^3$. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 $см^3$ смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Нижний водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединённым гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре 40 °С до объёма 3—5 $см^3$. Остаток экстракта количественно переносят в мерную пробирку со шлифом объёмом 5,0 $см^3$ и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 $см^3$ ацетона и проводят газохроматографический анализ по п. 9.4.

9.2. Определение напропамида в масле рапса

Аналитическую пробу масла массой (10,0 ± 0,1) г растворяют в 50 $см^3$ н-гексана (насыщенного ацетонитрилом) в плоскодонной колбе объёмом 100 $см^3$ и после этого гексановый раствор масла переносят в делительную воронку объёмом 250 $см^3$. Колбу промывают 50 $см^3$ ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и переносят его в воронку. Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетонитрильный слой сливают в химический стакан объёмом 100 $см^3$. Гексановый слой отбрасывают. Содержимое химического стакана переносят в рабочую делительную воронку объёмом 250 $см^3$. Стакан промывают 25 $см^3$ ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и также переносят в делительную воронку. В воронку вносят 50 $см^3$ н-гексана (насыщенного ацетонитрилом) и содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После разделения слоёв нижний ацетонитрильный слой сливают в колбу-концентратор объёмом 250 $см^3$, а верхний гексановый слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с ацетонитрильным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель досуха при температуре +50 °С. Сухой остаток растворяют в 20 $см^3$ ацетона и добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды. Колбу-концентратор помещают в холодильник и выдерживают при температуре +4—6 °С в течение 30 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в делительную воронку объёмом 500 $см^3$. В воронку добавляют 10 % водный раствор гидроокиси калия до pH 9—10, 30 $см^3$ насыщенного водного раствора хлористого натрия и, после

перемешивания, 75 $см^3$ смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения слоёв нижний водный слой сливают в химический стакан, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через фильтр синяя лента со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0—1,5 см) в колбу-концентратор объёмом 250 $см^3$. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 $см^3$ смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Нижний водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединённым гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре 40 °С до объёма 3—5 $см^3$. Остаток экстракта количественно переносят в мерную пробирку со шлифом объёмом 5,0 $см^3$ и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 $см^3$ ацетона и проводят газохроматографический анализ по п. 9.4.

9.3. Определение напропамида в плодах томатов

Аналитическую пробу плодов массой (20 ± 0,1) г помещают в плоскодонную колбу объёмом 300 $см^3$, добавляют 150 $см^3$ смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ ванне в течение 10 мин. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор объёмом 250 $см^3$. Содержимое колбы с пробой промывают 50 $см^3$ смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), которую также фильтруют в колбу-концентратор.

При использовании аппарата для встряхивания в плоскодонную колбу с аналитической пробой вносят 150 $см^3$ смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10) и встряхивают в течение 60 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор объёмом 250 $см^3$. Содержимое колбы с пробой промывают 50 $см^3$ смеси ацетон–дистиллированная вода (90 : 10), которую также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединённым экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель до объёма 10—20 $см^3$ при температуре 40 °С. В колбу-концентратор добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды и содержимое колбы перемешивают встряхиванием. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в делительную воронку объёмом 500 $см^3$. В воронку добавляют 10 % водный раствор гидроокиси калия до pH 9—10, 30 $см^3$ насыщенного водного раствора хлористого натрия и

после перемешивания 75 см^3 смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения слоёв нижний водный слой сливают в химический стакан, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через фильтр синяя лента со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0—1,5 см) в колбу-концентратор объёмом 250 см^3. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 см^3 смеси гексан–диэтиловый эфир (50 : 50). Нижний водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединённым гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре 40 °С до объёма 3—5 см^3. Остаток экстракта количественно переносят в мерную пробирку со шлифом объёмом 5,0 см^3 и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 ацетона и проводят газохроматографический анализ по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и хроматографической кварцевой капиллярной колонкой длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE-52, толщина пленки 0,4 мкм.

Температура колонки: программирование от 80 °С (1 мин) до 280 °С (20 мин) со скоростью 10,0 °С/мин. Температура испарителя – 250 °С, детектора – 300 °С. Расход газов: газа-носителя (гелий) – 2,0 см^3/мин, водорода и воздуха к детектору – 30 и 300 см^3/мин соответственно. Количество аликвоты, вводимое в хроматограф – 2,0 мм^3. Время удерживания напропамида: (19,2 ± 0,03) мин.

10. Обработка результатов анализа

Количественное определение напропамида проводят методом абсолютной калибровки и вычисляют по формуле:

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

X – содержание напропамида в пробе, мг/кг;
H_2 – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мм^2);
H_1 – высота (площадь) пика стандартного вещества, мм (мм^2);
C – концентрация стандартного раствора напропамида, мкг/см^3;
V – объём экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;
P – масса (г) аналитической пробы.

Содержание остаточных количеств напропамида в анализируемом образце вычисляют как среднее из двух параллельных определений. При получении зашкаленных пиков анализируемый экстракт разбавляют ацетоном.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

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

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 0,01 мг/кг*», где * – 0,01 мг/кг – предел обнаружения напропамида в анализируемых объектах.

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».

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

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

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

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

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 $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д, \text{ где}$$

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

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

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

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 к их устранению.

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

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

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

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

Приложение
Таблица

Полнота определения дифеноконазола в модельных матрицах (*n* = 5)

Матрица	Внесено дифеноконазола мг/кг	Открыто дифеноконазола, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Зеленая масса	0,05	83,4	± 3,7
	0,10	84,6	± 2,5
	0,25	85,6	± 2,3
	0,50	87,6	± 2,1
Семена	0,02	84,0	± 3,7
	0,04	84,4	± 3,0
	0,10	85,4	± 2,5
	0,20	88,2	± 2,2
Масло	0,05	82,8	± 2,7
	0,10	83,6	± 2,5
	0,25	85,4	± 2,2
	0,50	87,0	± 2,3

Содержание

Определение остаточных количеств Фамоксадона в луке-перо и луке-репке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2777—10 3

Определение остаточных количеств Цимоксанила в луке-перо и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2778—10 23

Определение остаточных количеств Пикоксистробина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2779—10 41

Определение остаточных количеств флуазинама в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2780—10 67

Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2781—10 79

Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2782—10 93

Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ: МУК 4.1.2783—10 107

Определение остаточных количеств дифеноконазола в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2784—10 121

Определение остаточных количеств паклобутразола в воде, почве, зеленой массе, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2785—10 139

Определение остаточных количеств дифеноконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2786—10 159

gost.e-ecolog.ru