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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2481—09

gost.e-ecolog.ru

Определение остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны Всероссийским НИИ защиты растений (О. Д. Микитюк, Т. А. Назарова, А. М. Макеев).

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 25 декабря 2008 г. №3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 9 февраля 2009 г.

4. Введены в действие с 29 апреля 2009 г.

5. Введены впервые.

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 30.06.09

Формат 60x88/16 Печ. л.1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

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

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
9 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

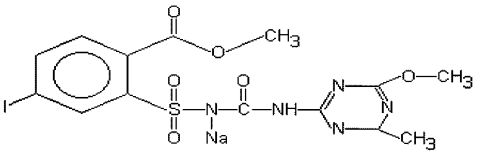
Определение остаточных колиеств иодосульфурон-метил-натрия в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2481—09

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации иодосульфурон-метил-натрия в масле кукурузы в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг.

Название вещества по ИСО: 4Иодосульфурон-метил-натрий

Название вещества по ИЮПАК: Метил 4-иодо-2-[3-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)уреидосульфонил]бензоат, натриевая соль



$C_{14}H_{13}JN_5NaO_6S$
Мол. масса: 529,3

Бесцветное кристаллическое вещество. Температура плавления: 152 °С. Давление паров при 25 °С $6,7 \times 10^{-6}$ мПа. Коэффициент распределения *н*-октанол/вода: $K_{ow} \times \log P = 1,7$ (pH 5), -0,7 (pH 7), -1,22 (pH 9). Растворимость (в г/дм^3 растворителя) при 20 °С ацетон > 380, дихлорме-

тан > 500, гексан – 0,001, метанол – 12, ацетонитрил – 52; вода – 0,16 (pH 5), 25 (pH 7), 65 (pH 9).

Нестабилен в кислой среде: период полураспада в воде при pH 5, 7 и 9 составляет 31, > 365 и 362 дня соответственно.

В биологически активных почвах в аэробных условиях иодосульфурон-метил-натрий быстро разлагается со средним значением DT_{50} = 1—5 дней. Вещество и его метаболиты относительно слабо передвигаются по почвенному профилю.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс 2 678 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – 2 810 мг/м^3 воздуха. LC_{50} для рыб – 100 мг/дм^3, EC_{50} для зеленых водорослей – 0,02 мг/дм^3.

Гигиенические нормативы для иодосульфурон-метил-натрия в России:

ДСД – 0,03 мг/кг массы тела человека; МДУ в масле кукурузы – 0,1 мг/кг.

Область применения

Иодосульфурон-метил-натрий – послевсходовый гербицид системного действия из класса сульфонилмочевин. Механизм его действия связан с подавлением синтеза аминокислот с разветвленной цепью (валин и изолейцин), приводящего к прекращению клеточного деления и роста. Он эффективно уничтожает однолетние и многолетние двудольные сорные растения в посевах зерновых культур (пшеница, ячмень) и кукурузы. Избирательность действия иодосульфурон-метил-натрия в отношении злаковых культур обусловлена его быстрой детоксикацией в этих видах. Применяется в России в качестве гербицида в составе смесевых препаратов на посевах зерновых колосовых культур и кукурузы с нормой расхода 1,25—2,5 г д.в./га.

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 табл. 1, для соответствующих диапазонов концентраций.

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

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, %	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, *r*, %	Предел воспроизводимости, *R*, %
Кукуруза (масло)	от 0,05 до 0,1 вкл.	50	3,4	9,5	14,7
	более 0,1 до 0,5 вкл.	25	3,2	9,0	13,9

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для *n* = 20, *P* = 0,95

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, %
Кукуруза (масло)	0,05	0,05—0,5	83,7	4,0	± 3,8

2. Метод измерений

Методика основана на определении иодосульфурон-метил-натрия с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором. Контроль иодосульфурон-метил-натрия в образцах кукурузного масла осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из масла ацетонитрилом, очистки экстракта путем распределения действующего вещества между несмешивающимися растворителями при щелочном и кислом значениях pH и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора колонки, состава подвижной фазы и условий хроматографирования.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирма Knauer Германия)	Номер Госреестра 16848-03
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1 000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Иодосульфурон-метил-натрий, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98,0 % (Байер, Германия)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для хроматографии, хч	
Вода бидистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Калий фосфорнокислый двузамещенный, чда	ГОСТ 2493
Кислота орто-фосфорная, хч, 85,6 %	ГОСТ 6552
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Ванна ультразвуковая, модель D—50, фирма Branson Instr. Co. (США)

Вата медицинская	
Воронки делительные вместимостью100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 мм	ГОСТ 25336
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и100 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см и внутренним диаметром 8—10 мм	
Колонка хроматографическая, стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Диасфер 110—С18 (5 мкм) (ЗАО «БиоХимМак СТ», Москва)	ТУ 4215-001-05451931—94
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР—1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)	ТУ 25-11-917—74
Силикагель 60 (0,063—0,2 мм) для колоночной хроматографии (Мерк, Германия) I степени активности	
Стаканы химические вместимостью 100 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 100 $мм^3$, модель Microliter # 1710 (Hamilton,США)	

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими характеристиками.

4. Требования безопасности

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

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 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». Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

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

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила. Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют. Непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка н-гексана. Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания ее в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.3. Очистка силикагеля. Силикагель 60 (0,063—0,20 мм) для колоночной хроматографии встряхивают с двойным объемом очищенного ацетона и затем фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Силикагель на фильтре промывают 1,5 объемом ацетона и затем высушивают при температуре 130 °С в течение 5 часов.

7.2. Приготовление 2 М и 0,005 М растворов орто-фосфорной кислоты

Для получения 2 М раствор H_3PO_4 в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ вносят 137 $см^3$ 85,6 %-й орто-фосфорной кислоты, добавляют 500—600 $см^3$ деионизованной воды, перемешивают и доводят объем водой до метки.

Для получения 0,005 М раствора H_3PO_4 отбирают 2,5 $см^3$ приготовленного 2 М раствора орто-фосфорной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, добавляют деионизованную воду до метки и перемешивают.

7.3. Приготовление 0,1 М раствора $K_2HPO_4 \times 3H_2O$

22,8 г $K_2HPO_4 \times 3H_2O$ растворяют в химическом стакане в 400 мл деионизованной воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, добавляют деионизованную воду до метки и перемешивают.

7.4. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г силикагеля I степени активности в 20 $см^3$ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку последовательно промывают 20 $см^3$ смеси гексан–ацетон (1 : 9, по объему) и 30 $см^3$ смеси гексан–ацетон (2 : 3, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

7.5. Проверка хроматографического поведения иодосульфурон-метил-натрия на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 0,1 $см^3$ градуировочного раствора № 1 иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 10 мкг/$см^3$ в ацетонитриле (п. 7.8.2), раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 3 $см^3$ смеси гексан–ацетон (2 : 3, по объему), помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.4. Промывают колонку 30 $см^3$ смеси гексан–ацетон (2 : 3, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 100 $см^3$ смеси гексан–ацетон (1 : 9, по объему). Фракционно (по 10 $см^3$) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, вносят 2 $см^3$ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.6, перемешивают и анализируют на содержание иодосульфурон-метил-натрия по п. 9.4. Фракции,

содержащие иодосульфурон-метил-натрий, объединяют и вновь анализируют по п. 9.4. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания иодосульфурон-метил-натрия может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

7.6. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 480 см^3 ацетонитрила, 20 см^3 метанола и 500 см^3 0,005 М водного раствора орто-фосфорной кислоты (п. 7.2), перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

7.7. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.6) при скорости подачи растворителя 1 см^3/мин не менее часа до установления стабильной базовой линии.

7.8. Приготовление градуировочных растворов

7.8.1. Исходный раствор иодосульфурон-метил-натрия для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,010 г иодосульфурон-метил-натрия, растворяют в 40—50 см^3 ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца.

7.8.2. Раствор иодосульфурон-метил-натрия № 1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного раствора иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.8.1), разбавляют ацетонитрилом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2—5.

Для приготовления проб масла с внесением при оценке полноты извлечения иодосульфурон-метил-натрия из исследуемых образцов используют ацетоновый раствор иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 5 мкг/см^3.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца.

7.8.3. Рабочие растворы №№ 2—5 иодосульфурон-метил-натрия для градуировки (концентрация 0,025—0,25 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,25, 0,5, 1,25 и 2,5 см^3 градуировочного раствора № 1 иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.8.2), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.6, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией иодосульфурон-метил-натрия 0,025, 0,05, 0,125 и 0,25 мкг/см^3 соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

7.9. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации иодосульфурон-метил-натрия в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 50 мм^3 каждого градуировочного раствора (п. 7.8.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4 Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится 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) и правилами, определенными ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Масло хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 °С не более 3-х месяцев. В некоторых случаях масло получают из зерна кукурузы экстракцией органическими неполярными растворителями (петролейный и диэтиловый эфиры) непосредственно перед проведением анализа.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция иодосульфуро-метил-натрия

Образец масла массой 10 г вносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3, добавляют 30 см^3 ацетонитрила и содержимое интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз ацетонитрильный слой собирают в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Операцию экстракции масляной фазы повторяют еще два раза, используя по 25 см^3 ацетонитрила. Дальнейшую очистку объединенной ацетонитрильной фазы проводят по пп. 9.2 и 9.3.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К ацетонитрильному экстракту, полученному по п. 9.1 и помещенному в делительную воронку, прибавляют 30 см^3 гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз гексановый слой отбрасывают, а ацетонитрильную фазу повторно обрабатывают 30 см^3 гексана при встряхивании, гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильную фракцию переносят в круглодонную колбу емкостью 100 мл и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при

температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 45 $см^3$ 0,1 М раствора K_2HPO_4. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают 15 $см^3$ хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После расслоения органическую фазу отбрасывают, а водную фракцию еще дважды обрабатывают хлористым метиленом порциями по 15 $см^3$. Водную фракцию переносят в химический стакан, подкисляют 2 М ортофосфорной кислотой до pH 3, контролируя кислотность раствора с помощью иономера. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают 15 $см^3$ хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев органическую фазу фильтруют через 1 см слой хлопковой ваты в мерный цилиндр вместимостью 100 $см^3$. Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя по 15 $см^3$ хлористого метилена. Измеряют объем объединенной органической фазы и 1/10 его часть (эквивалентна 1 г образца) переносят в круглодонную колбу вместимостью 25 $см^3$. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный по п. 9.2, растворяют в 1,8 $см^3$ ацетона, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, добавляют 1,2 $см^3$ гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с силикагелем, подготовленную по п. 7.4. Колбу обмывают 5 $см^3$ смеси гексан–ацетон (2 : 3, по объему), которые также наносят на колонку. Колонку промывают 25 $см^3$ смеси гексан–ацетон (2 : 3, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, элюат отбрасывают. Иодосульфурон-метил-натрий элюируют с колонки 100 $см^3$ смеси гексан–ацетон (1 : 9, по объему), отбрасывая первые 20 $см^3$ элюата и собирая последующие 80 $см^3$ элюата непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ, подготовленной по п. 7.6, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, и анализируют на содержание иодосульфурон-метил-натрия по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирма Knauer, Германия)

Колонка стальная длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Диасфер 110—С18, зернением 5 мкм

Температура колонки:	комнатная
Подвижная фаза:	ацетонитрил-метанол-0,005 М орто-фосфорная кислота (48 : 2 : 50)
Скорость потока элюента:	0,6 $см^3$/мин
Рабочая длина волны:	233 нм
Чувствительность:	0,01 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы:	50 $мм^3$
Время удерживания иодосульфурон-метил-натрия:	8,4 мин.
Линейный диапазон детектирования:	1,25—12,5 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

Альтернативная неподвижная фаза: Hipersil ODS, колонка длиной 25 см и внутренним диаметром 4,6 мм

Время выхода иодосульфурон-метил-натрия около 10 мин

10. Обработка результатов анализа

Содержание иодосульфурон-метил-натрия рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_0 \times m}, \text{ где}$$

X – содержание иодосульфурон-метил-натрия, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора иодосульфурон-метил-натрия, мкг/$см^3$;

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

m – масса анализируемой части образца, г (для масла – 1 г).

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

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

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8\sigma_r$.

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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \times \frac{X}{100},$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 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» < 0,05 мг/кг для кукурузного масла.**

** – 0,05 мг/кг – предел обнаружения для масла кукурузы.*

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

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

$\pm \Delta_{л,\overline{\delta}}$ ($\pm \Delta_{л,\overline{\delta'}}$) – 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;

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

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_{\hat{E}} = \overline{X'} - \overline{X} - C_{\hat{a}}, \text{ где}$$

$\overline{\hat{O}'}$, $\overline{\hat{O}}, \tilde{N}_{\hat{a}}$ – 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

$$K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{\ddot{e},X'}} + \Delta^2_{\overline{\ddot{e},X}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_K) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$\left|\hat{E}_{\hat{E}}\right| \le \hat{E}$$

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 двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R)

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

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

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

14. Разработчики

Микитюк О. Д., ст. науч. сотр., канд. биол. наук; Назарова Т. А., науч. сотр., канд. биол. наук; Макеев А. М., зав. лаб., канд. биол. наук.

Приложение

Таблица

Полнота определения иодосульфурон-метил-натрия в модельных матрицах (*n* = 5)

Матрица	Внесено, мг/кг	Открыто, %	Доверительный интервал среднего, %
Масло кукурузы	0,05	81,0	± 3,9
	0,10	83,2	± 3,8
	0,25	84,0	± 3,6
	0,50	86,6	± 2,6

gost.e-ecolog.ru