Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

Москва, 2009

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 188с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 11,75

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств глюфосинат аммония и его метаболита в зерне гороха газохроматографическом методом. МУК 4.1.2076-06.....4
2. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2077-06.....22
3. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2078-06.....35
4. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2079-06.....49
5. Методические указания по определению остаточных количеств люфенурона в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2080-06.....62
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной, столовой и кормовой свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2081-06.....72
7. Методические указания по определению остаточных количеств Трибенурон-метила в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2082-06.....87
8. Методические указания по определению остаточных количеств тиаметоксама в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2083-06.....106
9. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2084-06.....120
10. Методические указания по измерению концентраций тринексапак-этила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2085-06.....132
11. Методические указания по определению остаточных количеств тринексапак-этила и его основного метаболита тринексапака-кислоты в воде, тринексапак-этила по метаболиту тринексапаку-кислоте в почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2086-06.....142
12. Методические указания по определению остаточных количеств Альфа-циперметрина в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2087-06.....162
13. Методические указания по измерению концентраций эсфенвалерата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2088-06.....176

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты
прав потребителей и благополучия человека
Главный государственный санитарный врач,
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

«30» июля 2006 г.
Дата введения - с 1 сентября 2006 г.

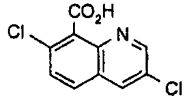
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

Методические указания
по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии
МУК 4.1.2049-06

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации квинклорака в зерне риса в диапазоне 0,025 - 0,25 мг/кг.

Квинклорак - действующее вещество препарата ФОБОС, КС (250 г/л), фирма «Агропромхимснаб».

3,7-дихлорхинолин-8-карбоновая кислота (IUPAC)



$C_{10}H_5Cl_2NO_2$

Мол. масса 242.1

Бесцветное кристаллическое вещество. Температура плавления: 274^{0}C. Давление паров: менее 0,1 мПа (20^{0}C). Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} logP = -1,15 (pH 7). Плотность 1,75. Растворимость в этаноле, ацетоне – 2 г/кг (20^{0}C). Практически не растворим в других органических растворителях.

Вещество устойчиво к нагреванию и свету, а также в диапазоне pH от 3 до 9. pKa 3.34 (20^{0}C).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2680 мг/кг, мышей – более 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 5200 мг/м^3 воздуха (4 часа).

Квинклорак не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кроликов.

Область применения препарата

Препарат ФОБОС, КЭ (250 г/л), д.в. квинклорак – пред- и послевсходовый селективный гербицид для борьбы с сорными растениями на плантациях риса.

МДУ в рисе – 0,05 мг/кг.

1. Метрологические характеристики

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, приведенных в таблице 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ±δ, % P=0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Зерно риса	от 0,025 до 0,1 вкл.	50	6,4	18	21
	более 0,1 до 0,25	25	4,8	13	15

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

Таблица 2

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, ±, %
Зерно риса	0,025	0,025 – 0,25	81,0	4,8	1,4

1. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после щелочного гидролиза анализируемой пробы зерна обработкой 0,1 N раствором гидроксида натрия, экстракции ацетоном, последовательной очистки экстракта на концентрирующих патронах C18 Sep Pak, затем Sep Pak Silica.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в технологии выращивания риса.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)	Номер Госреестра 15945-97
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, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
РН-метр модель pH-211 (фирмы HANNA Instruments, Германия)	Номер Госреестра 14300-94
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Квинклорак, технический продукт с содержанием

действующего вещества 99% (ф. Sunrise Chemicals Co Ltd., Китай)	
Ацетон, осч	ГОСТ 2306
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326-76
Вода деионизованная	ГОСТ 6702
Кислота орто-фосфорная, хч, 85%	ГОСТ 6552
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Натрий гидроксид (натр едкий), хч	ГОСТ 4328

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678-77
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Индикаторная бумага, универсальная	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 250, 400–500 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы грушевидные на шлифе вместимостью 100-150 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Стаканы химические, вместимостью 100, 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Патроны для твердофазной экстракции С18 Sep Pak,	

Classik (Waters, США), масса сорбента 360 мг

Патроны для твердофазной экстракции Sep Pak Silica,

(Waters, США), объем сорбента 2 $см^3$

Ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi,

Швейцария

Установка для перегонки растворителей

Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см,

внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100

С18, зернением 7 мкм

Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа

вместимостью 50 – 100 $мм^3$

Шприцы медицинские с разъемом Льюера вместимостью 5 ГОСТ 22090

и 10 $см^3$

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по 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 $(20\pm5)^0$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, градуировочных растворов, раствора внесения, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка концентрирующих патронов С18 Sep Pak.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Ацетонитрил

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. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшими количеством $KMnO_4$ и прокаленным карбонатом калия.

7.1.3. Гексан

Растворитель , последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.4. Хлористый метилен

Хлористый метилен промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.2. Приготовление 1 N раствора гидроксида натрия

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 40 г гидроксида натрия, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

7.3. Приготовление 2 N раствора серной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 300-400 см^3 деионизованной воды, вносят 28 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают, доводят водой до метки, вновь перемешивают.

7.4. Подготовка концентрирующих патронов C18 Sep Pak

Концентрирующий патрон промывают с помощью медицинского шприца 10 см^3 метанола со скоростью прохождения растворителя через патрон 1-2 капли в сек., затем 10 см^3 деионизированной воды, подкисленной 2 N раствором серной кислоты до pH 2,5 (контроль с помощью pH-метра). Патроны готовят непосредственно перед использованием.

7.5. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 380 см^3 ацетонитрила, 620 см^3 деионизованной воды, 0,5 см^3 орто-фосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

7.6. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.5) при скорости подачи растворителя 1 см^3/мин не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.7. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.7.1. Исходный раствор квинклорака для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г квинклорака, растворяют в 50-70 см^3 метанола, доводят до метки этим же растворителем, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Градуировочные растворы № 2-5 квинклорака готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.7.2. Раствор № 1 квинклорака для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 исходного раствора с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.7.1.), доводят до метки метанолом, тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике не более месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено», а также контроле качества результатов измерений методом добавок.

7.7.3. Рабочие растворы №№ 2-5 квинклорака для градуировки (концентрация 0.05 - 0.5 мкг/см^3).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0.5, 1.0, 2.5 и 5.0 см^3 раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.7.2.), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией квинклорака 0.05, 0.1, 0.25 и 0.5 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более 5-ти дней.

7.8. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации квинклорака в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2 – 5.

В инжектор хроматографа вводят 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТами 6293-90 «Рис. Требования при заготовках и поставках», 13586.3-83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов (№ 2051-79 от 21.08.79).

Зерно подсушивают в темноте до постоянного веса и хранят в тканевых мешочках в сухом, защищенном от света месте при комнатной температуре не более 6-ти месяцев. Измельченные пробы зерна (аналитические образцы массой 20 г) замораживают и хранят при температуре –18^{0}С.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец измельченного зерна риса массой 20 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см^3 на шлифе, добавляют 100 см^3 0,1 N раствора гидроксида натрия и помещают на встряхиватель на 1 час. Затем в набухшую массу вносят 100 см^3

ацетона, перемешивают путем встряхивания в течение 3-х мин.

Пробам дают отстояться 1 час, затем надосадочную жидкость фильтруют на воронке Бюхнера с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, через двойной фильтр «красная лента». Отфильтрованный экстракт переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 $см^3$ с пришлифованной пробкой, перемешивают, измеряют объем раствора, 1/5 его часть, эквивалентную 4 г зерна (около 20 $см^3$), переносят в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$, подкисляют 2 N раствором серной кислоты до pH 4, контролируя его значение по индикаторной бумаге, упаривают до водного остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40^0C. В колбу вносят 15 $см^3$ деионизованной воды, подкисленной 2 N раствором серной кислоты до pH 2.5, перемешивают и подвергают очистке по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта

Раствор в колбе, полученный по п. 9.1,. вносят с помощью медицинского шприца на концентрирующий патрон C18 Sep Pak, подготовленных по п. 7.4., со скоростью пропускания раствора 1-2 капли в сек. После нанесения пробы патрон сушат пропусканием воздуха в течение 1 мин, затем промывают 4 $см^3$ смеси ацетон-гексан (3:97, по объему), элюат отбрасывают. Вещество элюируют с патрона 7 $см^3$ смеси ацетон-гексан (25:75, по объему), собирая элюат в круглодонную колбу, упаривают его при температуре не выше 40^0C досуха.

Остаток в колбе растворяют в 1 $см^3$ хлористого метилена, помещая на ультразвуковую баню на 30 сек. Полученный раствор вносят с помощью медицинского шприца на сухой концентрирующий патрон Sep Pak Silica со скоростью пропускания раствора 1-2 капли в сек. Колбу ополаскивают 0,5 $см^3$ хлористого метилена, который также наносят на патрон. После нанесения пробы патрон сушат пропусканием воздуха в течение 30 сек затем промывают 3 $см^3$ смеси метанол-хлористый метилен (20:80, по объему), элюат отбрасывают. Вещество элюируют с патрона 3 $см^3$ смеси метанол-хлористый метилен (40:60, по объему), собирая элюат в круглодонную колбу, упаривают при температуре не выше 40^0C досуха. Остаток растворяют в 1 $см^3$ метанола, помещая на ультразвуковую баню на 30 сек, вносят 1 $см^3$ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.5, вновь помещают колбу на 30 сек на ультразвуковую баню и анализируют содержание квинклорака по п. 9.3.

9.3. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Perkin-Elmer, США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100 С18, зернением 7 мкм.

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода – орто-фосфорная кислота (38:62:0.05, по объему)

Скорость потока элюента: 1 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 240 нм

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Ориентировочное время выхода квинклорака: 8 – 8,4 мин

Линейный диапазон детектирования 1 – 10 нг

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 0,5 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5.

10. Обработка результатов анализа

Содержание квинклорака в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{Б * К * V}{m}, \text{ где}$$

Б - концентрация квинклорака, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/$см^3$;

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

m - масса анализируемого образца, г.

К = 5, с учетом объема экстракта, взятого для анализа.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

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

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

где X_1, X_2- результаты параллельных определений, мг/кг;

r- значение предела повторяемости (таблица 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:

$$(\overline{X} \pm \Delta) \text{ мг/кг при вероятности } P = 0.95,$$

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

Δ- граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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

Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание квинклорака в пробе зерна менее 0,025 мг/ кг»**

** - 0,025 мг/кг - предел обнаружения.*

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 методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

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

где $\pm \Delta_{л,\overline{X}} \left(\pm \Delta_{л,\overline{X'}}\right)$ – 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;

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

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

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д,$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ 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

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

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

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \le К, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

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

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

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

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

14. Разработчики.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана); Иванов Г.Е. (Роспотребнадзор).

gost.e-ecolog.ru