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

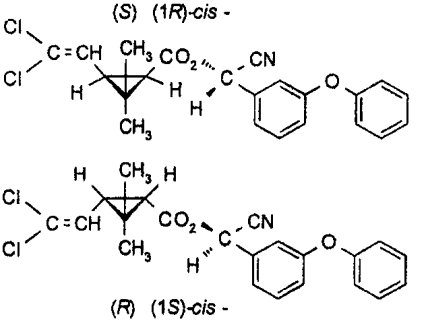
по определению остаточных количеств Альфа-циперметрина в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии

МУК 4.1.2047–06

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в семенах и масле рапса массовых концентраций альфа-циперметрина в диапазоне 0,005 – 0,05 мг/кг.

Альфа-циперметрин - действующее вещество препарата ФАСТАК, КЭ (100 г/л), фирма производитель «БАСФ».

(S)-α-циано-3-феноксибензил (1R,3R)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропан-карбоксилат и (R)-α-циано-3-феноксибензил(1S,3S)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметил циклопропанкарбоксилат (ИЮПАК), рацемат.



$C_{21}H_{19}O_3NCl_2$

Мол.масса: 416.3

Бесцветные кристаллы (технический продукт –белый или палевый порошок с легким ароматическим запахом). Температура плавления 78-81°С. Давление паров

при 20^0C: 2.3 x 10^{-2} мПа. Коэффициент распределения октанол-вода: K_{ow} logP=6,94 (pH 7). Хорошо растворим в ацетоне, ацетонитриле, хлороформе, циклогексане, дихлорметане, метаноле, толуоле, гептане, диметилформамиде: ацетон - 620, дихлорметан - 550, циклогексанон - 515, этилацетат - 440 г/дм^3 (25^OC). Растворимость в воде – 0.01 мг/дм^3 (25^OC),

Альфа-циперметрин очень стабилен в нейтральной и кислой среде. Термически стабилен до 220 ^{O}C. Устойчив на воздухе и на свету.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 79-400 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс, кроликов > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность LK_{50} (4 ч) для крыс – 0.32 мг/дм^3.

Область применения препарата

Альфа-циперметрин – инсектицид контактного и внутреннего действия, используемый для борьбы с жующими и сосущими насекомыми.

Препарат Фастак, КЭ (100 г/л) рекомендуется к применению на фруктах (включая цитрусовые), овощах, злаковых культурах, кукурузе, картофеле, хлопке, рисе, сое, рапсе и других технических культурах.

МДУ в рапсе – не допускается.

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, %
Семена рапса	от 0,005 до 0,01 вкл.	100	5,9	16	19
	более 0,01 до 0,05 вкл.	50	4,6	13	16

Масло рапса	от 0,005 до 0,01 вкл.	100	5,7	16	19
	более 0,01 до 0,05 вкл.	50	4,4	12	15

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

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата

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, ±, %
Семена рапса	0,005	0,005 – 0,05	80,1	2,2	1,2
Масло рапса	0,005	0,005 – 0,05	88,7	4,8	2,0

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором электронного захвата ионов (ДЭЗ) после экстракции из анализируемой пробы семян рапса смесью ацетонитрил-вода, масла – ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами и на колонке с флорисилом.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы – 0,01 нг.

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

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф, снабженный детектором электронного захвата с пределом детектирования по

Номер Госреестра 16904-97.

линдану 4 х 10^{-14} г/с, предназначенный для работы с насадочной колонкой	
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 2-50-2, 2-100-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 200 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Альфа-циперметрин, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 94.8%, (фирма «БАСФ»)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326-76
Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Изопропиловый спирт (пропанол-2), хч	ТУ 6-09-402-75
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Флорисил для хроматографии, 60-100 меш («Кемика», Швейцария	
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный из баллона, о.с.ч.	
Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Бумажные фильтры "красная лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77
Баня водяная	
Воронки делительные вместимостью 150 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 200 – 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 200-250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2 мм, заполненная 1%XE-60 + 1%SF-96 на Хромосорбе WHP (100-200 меш)	
Микрошприц МШ-1А	ТУ 64-1-2850
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Ротационный ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	
Стаканы химические, вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянная колонка длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	

Допускается применение хроматографических колонок и 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 газовый 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 газовом 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с флорисилом для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетона

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

7.1 2. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед использованием ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.3. Очистка н-гексана

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.

7.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.1. Исходный раствор альфа-циперметрина для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3) В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0.01 г альфа-циперметрина, растворяют в 50-70 см^3 гексана, доводят гексаном до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 4-х месяцев.

Растворы № 1-5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.2.2. Раствор № 1 альфа-циперметрина для градуировки (концентрация 1 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1.0 см^3 исходного раствора с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.2.1.), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.2.3. Рабочие растворы №№ 2-5 альфа-циперметрина для градуировки (концентрация 0.01 - 0.1 мкг/см^3).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1.0, 2.0, 5.0 и 10.0 см^3 раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.2.2.), доводят до метки гексаном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией альфа-циперметрина 0.01, 0.02, 0.05 и 0.1 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более 2-х недель.

7.3. Приготовление растворов внесения для оценки полноты извлечения альфа-циперметрина

7.3.1. Исходный раствор альфа-циперметрина (концентрация 100 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0.01 г альфа-циперметрина, растворяют в 50-70 см^3 изопропилового спирта, доводят им же до метки, тщательно перемешивают.

7.3.2. Основной раствор альфа-циперметрина для внесения (концентрация 1 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1.0 см^3 исходного раствора с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.3.1.), доводят до метки изопропиловым спиртом, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике не более 2-х недель.

Этот раствор используют для оценки полноты извлечения альфа-циперметрина из исследуемых образцов методом «внесено-найдено», а также контроля качества результатов измерений методом добавок.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*сек) от концентрации альфа-циперметрина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2 - 5.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.5. Подготовка колонки с флорисилом для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г флорисила в 15-20 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1.5 см. Колонка готова к работе.

7.6. Проверка хроматографического поведения альфа-циперметрина на колонке с флорисилом

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 1 см^3 раствора № 5 для градуировки с концентрацией альфа-циперметрина 0.1 мкг/см^3, добавляют 2 см^3 гексана, перемешивают и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.5. Промывают колонку 50 см^3 гексана, элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 70 см^3 смеси гексан-этилацетат (95:5, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см^3 гексана, анализируют содержание альфа-циперметрина по п. 9.3.

Фракции, содержащие альфа-циперметрин, объединяют и вновь анализируют.

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

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения альфа-циперметрина следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора», «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов (№ 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы семян и масла рапса хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике (4-6^{0}С) не более 1 месяца. Для длительного хранения образцы семян, не предназначенные для изготовления масла, замораживают и хранят при температуре –18^{0}С. Пробы масла, приготовленные в лаборатории, хранят в холодильнике не более 1 суток.

Перед анализом образцы семян измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Семена рапса

9.1.1.Экстракция

Образец измельченных семян рапса массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 200-250 см^3, вносят 50 см^3 смеси ацетонитрил-вода (80:20, по объему) и помещают на встряхиватель на 30 мин.

Экстракт осторожно декантируют, фильтруя через бумажный фильтр «красная лента», в колбу для упаривания вместимостью 50 см^3. Экстракцию повторяют еще дважды, используя по 50 см^3 смеси ацетонитрил-вода (80:20, по объему). Экстракты объединяют.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Объединенный отфильтрованный экстракт, полученный по п. 9.1.1. и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40^{0}С до водного остатка (~30 см^3), внимательно следя за

процессом и не допуская переброса жидкости при вспенивании. Водный остаток переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Колбу ополаскивают 20 см^3 дистиллированной воды, которую также переносят в делительную воронку. Вносят в воронку 5 г хлористого натрия, перемешивают до растворения соли, добавляют 30 см^3 гексана, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отделяют, переносят в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3 с пришлифованной пробкой, фильтруя через слой безводного сульфата натрия толщиной 1.5 см, помещенный на бумажном фильтре «красная лента» в конусной воронке.

Объединенный в мерном цилиндре гексановый экстракт перемешивают. Измеряют объем, ½ его часть (эквивалентную 5 г семян) переносят в новую делительную воронку вместимостью 150-200 см^3. Вносят 40 см^3 ацетонитрила, насыщенного гексаном, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения нижний ацетонитрильный слой отделяют, перенося в колбу для упаривания. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 40 и 30 см^3 ацетонитрила, насыщенного гексаном.

Объединенный ацетонитрильный экстракт упаривают досуха при температуре не выше 40^0 и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.1.3.

9.1.3. Очистка экстракта на колонке с флорисилом

Остаток в круглодонной колбе, полученный по пп. 9.1.2. или 9.2.1., растворяют в 3 см^3 гексана, помещая на ультразвуковую баню на 30-60 сек, и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.5. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 см^3, которые также наносят на колонку. Промывают колонку 50 см^3 гексана, элюат отбрасывают. Альфа-циперметрин элюируют с колонки 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (95:5, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35^{0}С, остаток в колбе растворяют 2,5 см^3 гексана и анализируют содержание альфа-циперметрина по п. 9.3.

9.2. Масло рапса

9.2.1. Экстракция

Образец масла массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 200 – 250 см^3, вносят 50 см^3 ацетонитрила, подогретого на водяной бане до 30°С.

Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 150-250 $см^3$. Колбу ополаскивают 50 $см^3$ гексана, раствор также переносят в делительную воронку, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения слоев нижний ацетонитрильный слой осторожно декантируют в мерный цилиндр вместимостью 250 $см^3$. Экстракцию альфа-циперметрина повторяют еще дважды порциями ацетонитрила по 50 $см^3$. Объединенный экстракт, помещенный в мерный цилиндр, перемешивают, измеряют объем раствора, ½ его часть (эквивалентную 5 г масла) переносят в круглодонную колбу вместимостью 200-250 $см^3$. Растворитель упаривают при температуре не более 35°С до маслянистого остатка, подвергают очистке по п. 9.1.3.

9.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Газовый хроматограф «Цвет 800», снабженный детектором электронного захвата ионов

Колонка стеклянная 1 м, внутренним диаметром 2 мм, заполненная 1%XE-60+1%SF-96 на Хромосорбе WHP (100-200 меш)

Температура детектора: 320^0С

испарителя: 250^0С

Температура термостата колонки 230^OС

Скорость газа (азот) 35 $см^3$/мин

Хроматографируемый объем: 1 $мм^3$

Ориентировочное время выхода альфа-циперметрина: 225 сек.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор альфа-циперметрина с концентрацией 0.1 мкг/$см^3$, разбавляют гексаном.

10.Обработка результатов анализа

Содержание альфа-циперметрина в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \times V \times K}{m}$$, где

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

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

K = 2, с учетом объема экстракта, взятого для анализа;

m - масса анализируемого образца, 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):

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

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), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание вещества в пробе менее 0,005 мг/кг»**

** - 0.005 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)

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

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

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

12. Разработчики

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Ларькина М.В. - ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора» (ФНЦГ им. Ф.Ф. Эрисмана), Иванов Г.Е. - Роспотребнадзор.

gost.e-ecolog.ru